

## Comportamiento a fractura de polímeros envejecidos

A. Argüelles\*, A.F. Canteli\*, J. Viña\* y T. Lin\*

### Resumen

Se estudia aquí el comportamiento a fractura en régimen dinámico de tres tipos de materiales compuestos: dos de ellos fabricados a partir de una misma resina termoplástica reforzada con tejido de fibra de vidrio o de carbono y el otro a partir de una resina de tipo epoxi reforzada con tejido de fibra de carbono. Todos ellos fueron sometidos a envejecimiento acelerado en cámara climática con control de humedad y de temperatura, para diferentes relaciones entre longitud de fisura y ancho de la probeta. El comportamiento a fractura se analizó en régimen dinámico a partir de los datos obtenidos de ensayos Charpy instrumentados, aplicando la propuesta de norma ASTM E 24.03.03, con el objetivo último de validar esta metodología de ensayo sobre materiales compuestos.

### Palabras clave

Envejecimiento. Fractura dinámica. Compuestos. Charpy instrumentado.

## Fracture behaviour of aged polymers

### Abstract

The dynamic fracture behaviour of three types of composite materials was studied. Two of the composites were manufactured from the same thermoplastic resin, reinforced with glass or carbon fibre fabric, respectively; the other one, was manufactured with an epoxy resin, reinforced with carbon fibre fabric. The composites were subjected to accelerated ageing effect on a climatic test chamber, under humidity and temperature control, for different notch-width ratios. The dynamic fracture behaviour was analysed by applying the ASTM E 24.03.03 Standard proposal to Charpy instrumented test results with the goal of validating this testing procedure for composite materials.

### Keywords

Ageing. Dynamic fracture. Composite. Instrumented Charpy.

## 1. INTRODUCCIÓN

La degradación de un material y en concreto de un material compuesto es un fenómeno provocado por la acción individual o combinada de diferentes factores, tales como: el calor, la radiación, la humedad, determinados agentes químicos, ciertos microorganismos, etc., en general se caracteriza por un deterioro progresivo de su estructura, lo que se traduce en una pérdida de propiedades y en consecuencia en una disminución de su vida útil. Esto implica que su presencia se considere como un fenómeno indeseable que debe estudiarse y evitarse en la medida de lo posible al menos debe de tenerse en cuenta en el dimensionamiento de estos materiales. El nivel y el proceso de cambio que se produce en sus propiedades mecánicas dependen del propio material, así como del ambiente o del entorno al que éste se encuentre sometido.

El problema del envejecimiento en materiales compuestos no ha sido exhaustivamente estudiado. Se pueden destacar los trabajos realizados por: Abedel y Surya<sup>[1]</sup>, A. Argüelles *et al*<sup>[2 y 3]</sup>, en los que se aplican varios tipos de envejecimiento a diferentes tipos de materiales compuestos. De estos trabajos puede derivarse que el comportamiento de este tipo de materiales frente a procesos de envejecimiento es muy variable, debido fundamentalmente a la compleja estructura que presentan.

El objetivo de este trabajo es comparar el comportamiento a fractura dinámica de tres tipos de materiales sometidos a un proceso de degradación térmica y a una alta concentración de humedad en la cámara ambiental, para diferentes relaciones entre la longitud de la entalla y el ancho de la probeta.

El comportamiento a fractura se analiza a partir de la determinación de la tenacidad a fractura en

(\*) E.T.S. Ingenieros Industriales. Campus de Viesques. 33204 Gijón, Asturias (España).

régimen elástico lineal bajo sollicitación dinámica en un péndulo *Charpy*, tomando como base de cálculo la propuesta de norma ASTM E 24. 03. 03<sup>[4]</sup>.

## 2. MATERIAL UTILIZADO

Se han seleccionado tres tipos de materiales compuestos, representativos de dos comportamientos mecánicos diferentes: dos de comportamiento frágil fabricados con el mismo refuerzo de tejido de fibra de carbono y con matrices diferentes, epoxi y termoplástica. El último compuesto seleccionado puede ser considerado del tipo dúctil y está fabricado con una matriz termoplástica reforzada con tejido de fibra de vidrio.

Las propiedades mecánicas de estos tres materiales se muestran en la tabla I.

El material a ensayar fue suministrado por el fabricante en forma de planchas de 7 mm de espesor en el caso de los compuestos de fibra de carbono y de 5 mm en el caso del compuesto de fibra de vidrio. A partir de estas planchas se fabrican mediante corte con disco probetas tipo *Charpy* de 55×10×7 mm y 55×10×5 mm, respectivamente.

Las entallas se mecanizaron mediante corte con un disco de diamante de 0,5 mm de espesor. Las longitudes de las entallas elegidas han sido: 1, 2,5 y 4 mm para ambos compuestos.

## 3. METODOLOGÍA DE ENSAYO

El proceso del envejecimiento se llevó a cabo en una cámara climática, sometiendo los materiales a

**Tabla I.** Propiedades mecánicas de los materiales

*Table I.* Mechanical properties of the materials

	Resina termoplástica		Resina epoxi
	Refuerzo de vidrio	Refuerzo de carbono	Refuerzo de carbono
Tensión de rotura	310 MPa	795 MPa	544 MPa
Módulo elástico	25 GPa	68,5 GPa	62,3 GPa
Resistencia a compresión	429 MPa	860 MPa	526 MPa
Tensión de rotura	469 MPa	890 MPa	850 MPa
Módulo transversal	20 GPa	55 GPa	45 GPa
Densidad del material	1860 Kg/m <sup>3</sup>	1930 Kg/m <sup>3</sup>	1510 Kg/m <sup>3</sup>
Fracción volumétrica de	33 %	57 %	58 %

una temperatura de 70 °C y a una humedad relativa del 95 %, con períodos de exposición de: 6, 70, 140, y 210 días.

Los ensayos se realizaron en un péndulo tipo *Charpy* instrumentado, seleccionando una velocidad de sollicitación de 2.1 m/s, obteniéndose un registro continuo de la evolución de la carga en función del tiempo durante todo el proceso de rotura. A partir de este registro se puede calcular la tenacidad a fractura en régimen dinámico ( $K_{Id}$ ) mediante la expresión:

$$K_{Id} = \left( \frac{P_m \cdot S}{B \cdot W^{3/2}} \right) \cdot f(a/W) \quad (1)$$

Propuesta en la norma ASTM E24.03.03<sup>[4]</sup>, en la que  $P_m$  es la fuerza máxima; S la distancia entre apoyos; B el espesor de la probeta;  $f(a/W)$  una función del tamaño de entalla y ancho de probeta;  $t_f$  el tiempo de fractura, y  $\tau$  el período de vibración de la probeta. Esta metodología de ensayo, desarrollada para materiales metálicos, ha demostrado proporcionar buenos resultados sobre materiales compuestos<sup>[5,6]</sup>. La norma impone una serie de limitaciones que deben de respetarse para garantizar la aplicabilidad de los resultados del ensayo.

## 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1. Los gráficos fuerza-desplazamiento

En la figura 1 se muestran los gráficos obtenidos para los ensayos de impacto realizados con cada tipo de material en estado original, es decir sin estar sometidos a procesos de envejecimiento.

Se puede constatar que son una buena herramienta para conocer los cambios globales que se producen en un material durante el proceso de fractura, y a su vez permiten identificar el grado de ductilidad del material ensayado. En la figura 1 se puede apreciar que los materiales reforzados con fibra de carbono tienen un comportamiento más frágil que el fabricado con fibra de vidrio. En cuanto al tipo de matriz (epoxi o termoplástica) se observa que la resina termoplástica garantiza en el compuesto un comportamiento más dúctil, aunque su influencia es mucho menor que el tipo de refuerzo empleado.

Siguiendo un camino similar se puede apreciar la influencia que el envejecimiento tiene en el proceso de fractura del material. En la figura 2, se representa la evolución de la carga para todo el

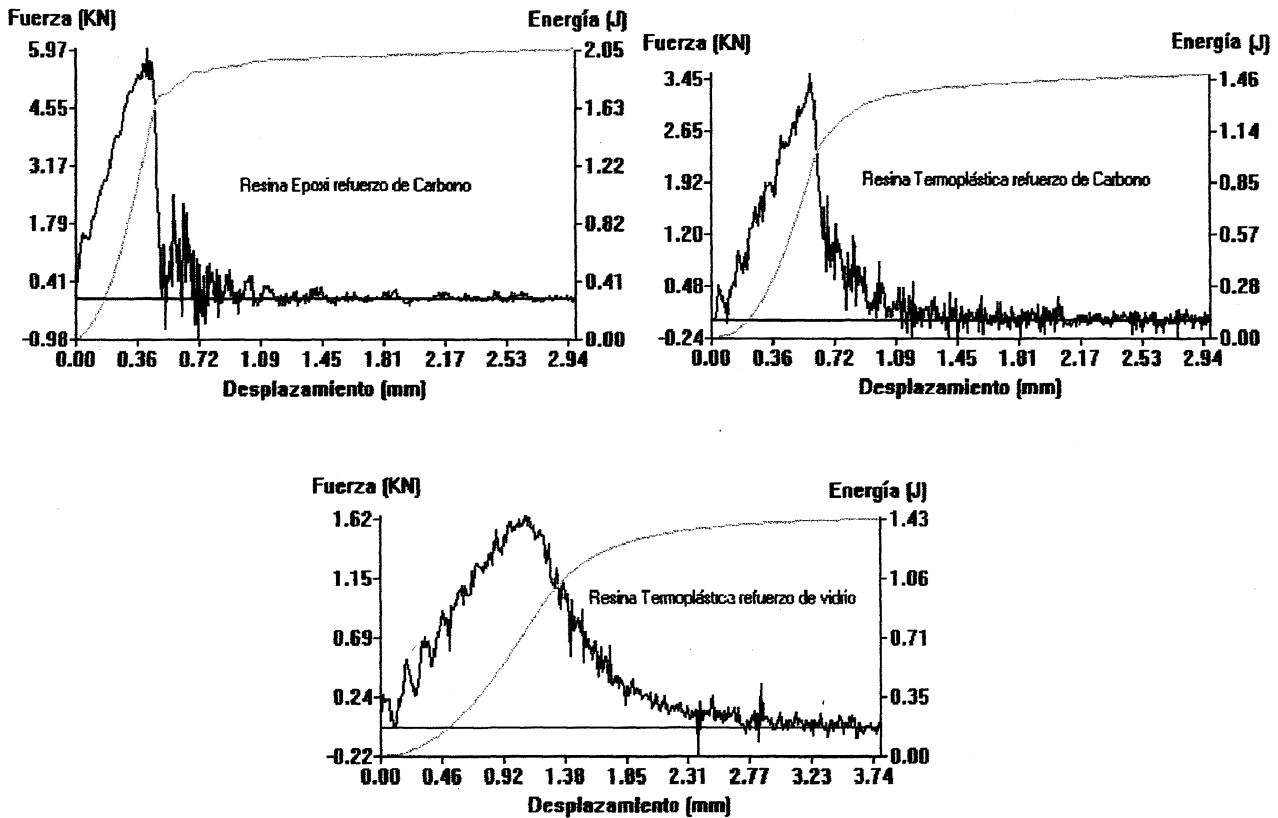


Figura 1. Gráficos fuerza, desplazamiento, energía durante el proceso de fractura.

Figure 1. Force and energy versus displacement fracture.

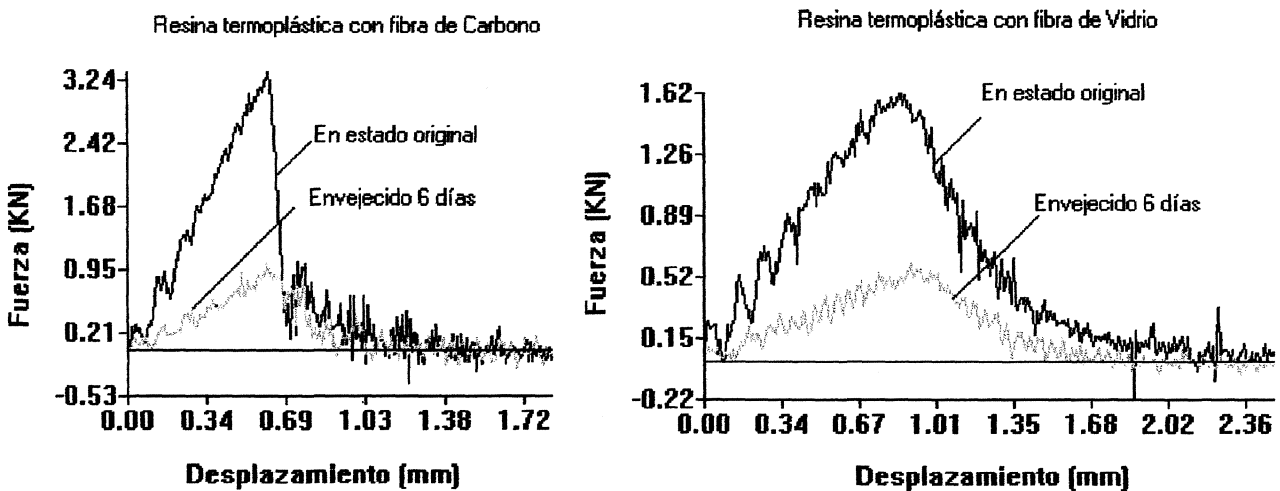


Figura 2. Gráfico fuerza-desplazamiento para el material original y envejecido.

Figure 2. Force versus displacement for original and aged material.

proceso de fractura tanto para el material en estado original, como una vez sometido a un período de envejecimiento de 6 días (se ha representado únicamente para el caso de resina termoplástica).

Se observa como este proceso de envejecimiento modifica sustancialmente las propiedades del

material, provocando una acusada disminución de su carga máxima y por tanto de su tenacidad a fractura. Simultáneamente origina una bajada importante de su módulo de elasticidad que se ve reflejada por una disminución en la pendiente inicial del registro gráfico.

Respecto al tipo de comportamiento, frágil o dúctil, se puede decir que ambos presentan la misma tendencia cuando se someten a envejecimiento, pasando a tener un comportamiento mucho más dúctil del que tenían inicialmente, ya que desaparece la brusca caída de la señal. Esta tendencia es más acusada en el compuesto reforzado con fibra de carbono, dado que en su estado original presentaba un comportamiento más frágil. En la figura 3 se muestra el estado de la superficie de fractura de un mismo tipo de compuesto, tras un período de exposición en cámara de 210 días (Fig. 3-a) y en estado original, sin exposición (Fig. 3-b).

Se aprecia en el compuesto sometido a envejecimiento una deficiente unión entre fibra y matriz, en comparación con el mismo material sin envejecer, en el que se observa por una parte ésta mejor unión fibra matriz, después de la fractura las fibras quedan rodeadas de una cierta capa de resina y por

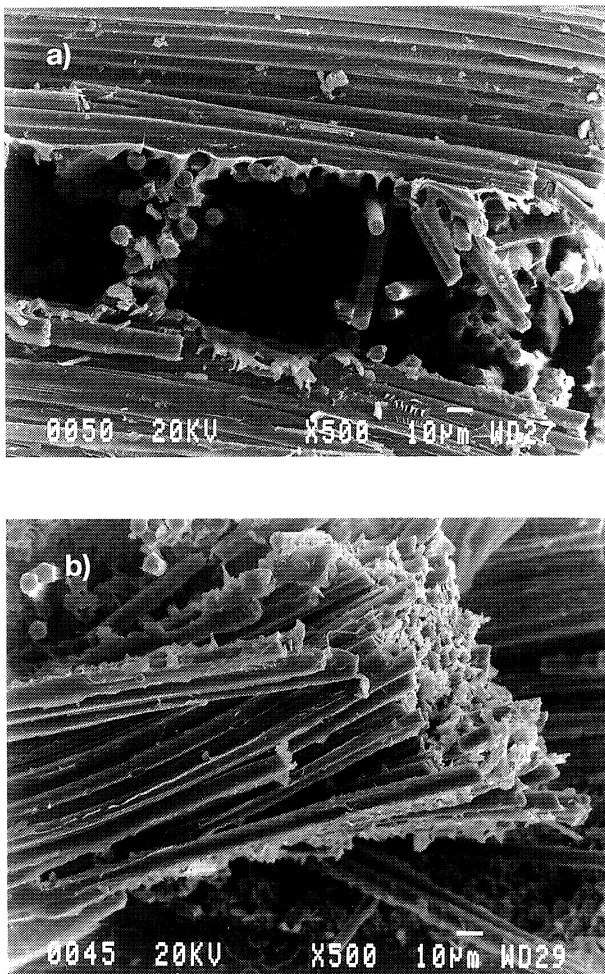


Figura 3. Imágenes SEM de la superficie de fractura del PEI-Vidrio.

Figure 3. SEM photomicrographs of the fracture surface in the PEI - Glass.

otra parte una gran deformación en las fibras, en contraposición con el compuesto envejecido, en el que aparecen grandes huecos despegados limpiamente de la matriz y poca deformación en las fibras. Todo ello origina en el compuesto envejecido una pérdida importante de propiedades y justifica la gran caída de la carga máxima durante el ensayo, así como del límite elástico del material. Ésta misma tendencia se aprecia en el resto de los compuestos estudiados.

#### 4.2. Tenacidad a fractura dinámica y variables analizadas

Con el fin de analizar el comportamiento a fractura del compuesto cuando se modifica la longitud de la entalla para diferentes períodos de envejecimiento, se ha representado gráficamente (Fig. 4) la tenacidad en función del tiempo de envejecimiento para las diferentes relaciones entre longitud de

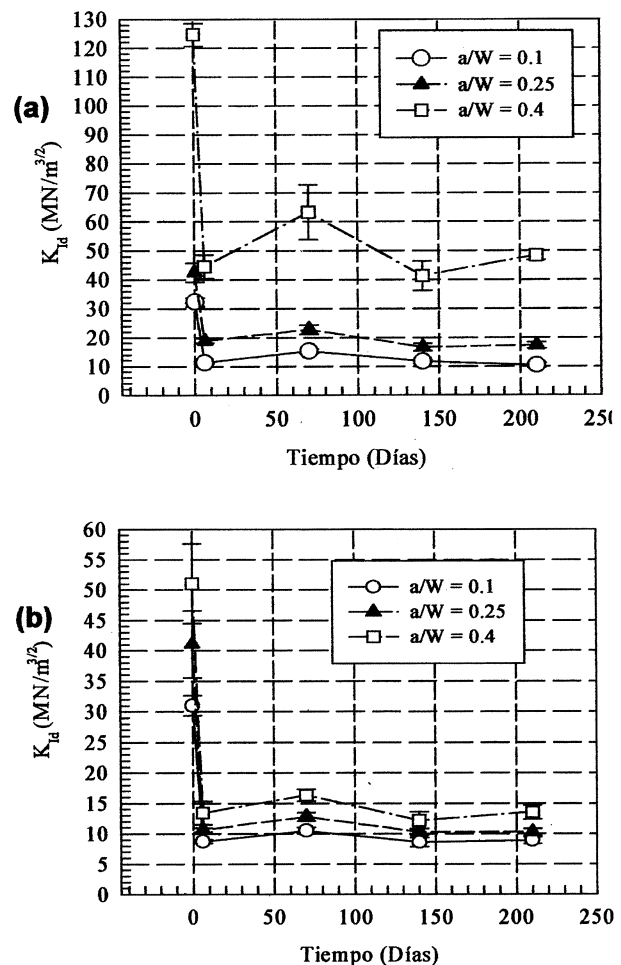


Figura 4. Tenacidad a fractura dinámica en función del tiempo de envejecimiento.

Figure 4. Dynamic fracture toughness versus aging time.

entalla y ancho de probeta para dos de los materiales seleccionados.

En dicha figura, puede observarse que:

- (a) Los valores de la tenacidad a fractura dinámica aumentan para valores crecientes de "a/W" (una conclusión similar se encuentra en el trabajo realizado por D. Z. Zhang *et al.*<sup>[7]</sup>). Este fenómeno se observa tanto en probetas envejecidas como en probetas sin envejecer: sin embargo, el envejecimiento suaviza la influencia de este parámetro, de modo que las probetas envejecidas presentan un menor crecimiento de  $K_{Id}$  para valores crecientes de "a/W", lo que puede deberse a la pérdida de adherencia entre fibra y matriz que se origina en los materiales envejecidos, que como se ha visto da lugar a una bajada apreciable de la carga máxima y por lo tanto de la tenacidad a fractura. Esto hace que la longitud de fisura pase a ser un parámetro secundario y el daño originado por el envejecimiento sea el parámetro dominante del proceso.
- (b) Los valores de  $K_{Id}$  de las probetas envejecidas presentan menos dispersión que los de las probetas sin envejecer, debido posiblemente a que el proceso de daño al que se someten los materiales, hace disminuir la influencia de los defectos iniciales en el compuesto.
- (c) Los valores de la tenacidad a fractura disminuyen a medida que aumenta el período de exposición, (la reducción es elevada, del orden del 60 %). Sin embargo, esta disminución se produce en los primeros 6 días, mientras que periodos más prolongados de exposición (70, 140, 210 días), ya no modifican significativamente la tenacidad a fractura del material. Esto es debido a que durante este período inicial de tiempo el material absorbe prácticamente el 95 % de la humedad total que es capaz de absorber y por lo tanto es donde se produce un deterioro más severo.

## 5. CONCLUSIONES

Las conclusiones más relevantes que se derivan de este trabajo son las siguientes:

En los compuestos estudiados, el envejecimiento acelerado altera el comportamiento del material, originando un descenso apreciable de la tena-

cidad a fractura, una bajada del límite elástico y un aumento del grado de ductilidad.

Los tres compuestos presentan la misma tendencia, cuando se modifica la relación entre longitud de la entalla y el ancho de probeta, dando lugar a una disminución de la tenacidad a fractura dinámica para valores crecientes de esta relación, si bien esta tendencia se suaviza en el caso de las probetas envejecidas.

El proceso de envejecimiento en estos materiales origina, ya en los primeros días de exposición, una fuerte pérdida de rigidez con una acusada reducción de la tenacidad a fractura, para posteriormente mantenerse próxima a estos valores.

Los valores de la tenacidad en las probetas envejecidas presentan una menor dispersión que la del material sin envejecer, debido posiblemente, a que el proceso de envejecimiento homogeneiza de algún modo la distribución de defectos.

La norma ASTM 24.03.03, pese a ser una norma desarrollada inicialmente para la caracterización a fractura de materiales metálicos, puede servir como norma básica para la determinación de la tenacidad a fractura de los materiales compuestos aquí estudiados, dadas las peculiares características de los mismos. Aunque la aplicación generalizada de esta norma a materiales compuestos ha de hacerse en base a posteriores estudios.

## Agradecimientos

Este trabajo de investigación ha sido desarrollado en el marco del proyecto de investigación referencia: PB-MAT98-05 subvencionado por CICYT.

## REFERENCIAS

- [1] A. ABUSAFIEH y S.R. KALIDINDI, *Rev. Polymer. Composites* 19 (1998) 23-30.
- [2] A. ARGÜELLES, I. VIÑA, J. VIÑA y M.J. LAMELA. *II Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica*, 1995.
- [3] A. ARGÜELLES, I. VIÑA, J. VIÑA y A. FERNÁNDEZ, *Mat. compuesto* 95, 197-203.
- [4] J.F. KALTHOFF y S. WINKLER. *ASTM E24. 03. 03*, 1980.
- [5] A. ARGÜELLES, A.F. CANTELI, T. LIN, I. VIÑA y J. VIÑA, *Libro del VI Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos*, 6, 1998, pp. 349-354.
- [6] A. FERNÁNDEZ. *Anales de Mecánica de la Fractura*, 1998, pp. 1-9.
- [7] D.Z. ZHANG, S.Y. YAN y X. MENG. *Rev Eng. Fracture Mechanics* 43, 6 (1992) 1097-1099.