

INFLUENCIA DE LOS DEFECTOS DE PRODUCCION EN LA TENACIDAD A FRACTURA INTERLAMINAR DE MATERIALES COMPUESTOS CARBONO/EPOXI.

F. López[†], J.C. Suárez[‡], A. Güemes^{†‡}.

[†] Escuela Politécnica Superior del Ejército, Joaquín Costa 6, 28002 Madrid.

[‡] ETS de Ingenieros Navales, Universidad Politécnica de Madrid, Ciudad Universitaria, 28040 Madrid.

^{†‡} ETS de Ingenieros Aeronáuticos, Universidad Politécnica de Madrid, Ciudad Universitaria, 28040 Madrid.

Resumen. La fabricación de materiales compuestos de matriz polimérica va inherentemente unida a la presencia de defectos. Uno de los más frecuentemente encontrados es la porosidad distribuida. Es interesante conocer, en todo caso, la pérdida de propiedades mecánicas en función del nivel de porosidad de la pieza. No obstante, no todas las propiedades mecánicas se ven afectadas de la misma manera. En el presente trabajo se ha buscado la posible relación entre el contenido en poros y el valor crítico de la energía necesaria para la propagación de la fisura en modo II, G_{IIc} , para un material compuesto carbono/epoxi. El contenido en poros delante del vértice de grieta se ha estimado en base a la atenuación ultrasónica por transmisión. Se ha observado una acusada dispersión de resultados, junto con una falta de variabilidad de G_{IIc} (en valores medios) con el valor del contenido en poros, lo que parece sugerir lo inadecuado de este ensayo para estimar el efecto perjudicial de la porosidad sobre las prestaciones del material.

Abstract. The presence of defects is inherently linked with the manufacturing of composite materials with a polymeric matrix. One of the most frequently found is the distributed porosity. Anyhow, it should be interesting to know the decrease of mechanical properties of the part as the porosity level increase. Nevertheless, different mechanical properties are affected in very different extent. In the present paper, a possible relationship between voids content and the critical value of the energy release rate for crack propagation in mode II, G_{IIc} , has been searched, for a carbon/epoxi composite material. Void content in front of crack tip has been estimated from ultrasonic through-transmission attenuation measurements. Results show a marked scattering, and a negligible variation of G_{IIc} (average values) with void content. All that seems to point out that is not a proper test for the assessment of the detrimental effect of porosity over material performances.

1. INTRODUCCION

Aun realizando un exhaustivo control de las variables que intervienen en los procesos de producción de materiales compuestos, es inevitable la presencia de defectos. La presencia de huecos o porosidad distribuida en todo el espesor es una constante de los materiales compuestos de matriz polimérica. Los motivos hay que buscarlos en la propia naturaleza de estos materiales y en los procesos de fabricación habituales y económicamente viables. La influencia que tales defectos pueden tener sobre las propiedades mecánicas de los laminados ha sido de indudable interés desde hace tiempo, sobre todo desde su introducción como material en estructuras primarias aeronáuticas. Puesto que es inevitable su presencia, es preciso conocer cómo varían las propiedades mecánicas de cada material concreto en función del contenido en huecos que presente. Existen en la bibliografía un buen número de trabajos interesantes y algunas revisiones amplias del tema [1,2]. Se han producido, sin embargo, algunas incertidumbres

de tipo experimental debido a la dificultad para determinar con precisión el contenido en huecos.

En este trabajo se ha tomado como equivalencia del contenido en huecos la atenuación producida en el material cuando se inspecciona con técnicas ultrasónicas [3].

Entre las propiedades mecánicas que se ven más seriamente afectadas están la cortadura interlaminar (ILSS) y la compresión, tanto en lo referente a módulo como a carga última. Por el contrario, la resistencia a tracción no cabe esperar que se vea seriamente afectada, ya que apenas hay pérdida de sección resistente.

Un método sugerente de estudiar el efecto que introduce la presencia de defectos en las propiedades mecánicas de estructuras fabricadas con materiales compuestos es la aplicación de los conceptos de Mecánica de la Fractura. Sin embargo, hay que decir que el número de referencias bibliográficas acerca de la evaluación de defectos de fabricación mediante ensayos de propagación de grietas es sensiblemente inferior a las disponibles para ensayos estáticos.

Inicialmente se prestó mayor atención al modo I como medio para caracterizar la resistencia de los materiales compuestos al crecimiento de grietas. Posteriormente se desarrollaron métodos de ensayo para la determinación del comportamiento de estos materiales frente al modo II. Resultaron ser particularmente interesantes; en primer lugar, porque se encontró una relación entre la energía crítica correspondiente a este modo y la resistencia a compresión después de un impacto [4]; en segundo lugar, porque parecía el modo más adecuado de evaluar algunos defectos característicos, como las llamadas porosidades en capa, en las cuales se agrupa toda la porosidad en una sola capa.

En este trabajo se relaciona la energía crítica de rotura en modo II, G_{IIc} , obtenida mediante ensayos con probetas ENF (End-Notch-Flexure), con la medida de atenuación por transmisión frente al extremo de la fisura, relacionada a su vez con el grado de porosidad en esa zona de la probeta [3].

La reducción de resultados se ha realizado a partir de la teoría de vigas simple y de la teoría de vigas corregida HOBT (Higher-order beam theory), desestimándose el método de calibración de la flexibilidad por el error añadido que suponía [5].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Material

El material objeto de estudio es el AS4/8552 de HERCULES [6]. Se trata de cinta preimpregnada, con una matriz de resina epoxi modificada y reforzada con fibras de carbono unidireccionales. Las fibras son Hercules AS4 continuas, de alto módulo y alta deformación, con un tratamiento superficial para incrementar la resistencia a cortadura y a tracción en la dirección perpendicular a la orientación de las fibras. La resina Hercules 8552 es un sistema de bajo flujo, indicada para trabajar a temperaturas de hasta 120°C. Presenta unas notables propiedades frente al impacto y la tolerancia al daño. Se ha utilizado material de calidad ATL (Automatic Tape Laying), adecuado por tanto, para su encintado automático.

2.2 Laminados

Mediante encintado automático se fabricaron laminados planos, con secuencias en la orientación de las fibras [45/-45/0/90/0/-45/45/0/90/45/-45], de dimensiones 270 x 180 x 4 mm. Los laminados se curaron en prensa de platos calientes, elevándose la temperatura a una velocidad de 3°C/minuto hasta alcanzar 180°C, temperatura a la que se mantuvo durante tres horas. Después se dejó enfriar al aire hasta temperatura

ambiente. Variando la presión de curado en los distintos paneles fabricados, se obtuvieron laminados con distintos grados de porosidad, tal como mostró más tarde en la inspección ultrasónica. La necesidad de crear una pregrieta en las probetas que posteriormente se obtuvieron a partir de estos laminados, se resolvió introduciendo antes de curar un film de teflón en los extremos, entre los dos sublaminados simétricos.

2.3 Obtención de registros por C-Scan

De todos los laminados, una vez curados, se obtuvieron registros de C-Scan en cubeta de inmersión. El objeto de esta inspección era comprobar su estado en cuanto a homogeneidad, distribución de zonas con distintos contenidos en huecos, posible presencia de otro tipo de defectos además de la porosidad buscada. etc.

La figura 1 muestra un registro característico, muy homogéneo en este caso, de un laminado que posteriormente fue inspeccionado por A-Scan, empleándose el valor de atenuación obtenido en las zonas sanas como referencia en las medidas que se realizaron.



Fig.1. Registro C-scan de un laminado.

2.4 Probetas

Mediante disco de diamante se cortaron probetas con unas dimensiones de 120 x 20 x 4 mm. quedando la pregrieta de teflón en uno de sus extremos. Los laterales se pintaron de blanco para poder distinguir con nitidez el avance de la grieta. A partir de la pregrieta, con una cuchilla y una lupa metalográfica, se hizo crecer una

grieta hasta alcanzar una longitud aproximada de 40 mm. desde el extremo de la probeta.

2.5 Ensayos realizados

Se han inspeccionado por A-Scan las zonas de cada probeta próximas al extremo de la grieta, tomando como referencia la atenuación producida por la zona más sana de un laminado muy homogéneo, del que se habló con anterioridad.

Las probetas se sometieron a ensayo en una máquina universal equipada con una célula de carga de 10 KN (figura 2). Se realizaron ensayos de flexión en tres puntos, con control de desplazamiento y usando una velocidad de desplazamiento de mordazas de 2 mm/min.

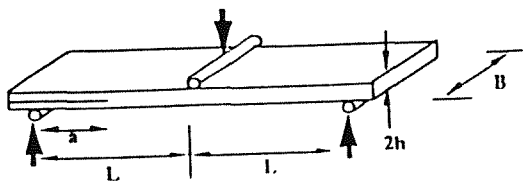


Fig.2. Probeta ENF para ensayo en modo II.

3. RESULTADOS

A partir de las cargas de rotura y de las flechas correspondientes, medidas en la máquina universal de ensayos se han calculado las energías críticas de rotura en modo II, empleándose las siguientes expresiones:

para la teoría de vigas simple,

$$G_{IIc} = \frac{9a^2 P_c \delta_c}{2B(2L^3 + 3a^3)} \quad (1)$$

donde a = longitud de la grieta

P_c = carga de rotura

δ_c = flecha de rotura

B = anchura de la probeta (20mm)

L = semidistancia entre apoyos (40mm)

para la teoría de vigas corregida, donde se tienen en cuenta efectos de cortadura, se ha empleado la expresión propuesta por Whitney [7],

$$G_{IIc} = \frac{9P_c^2 \bar{a}^2}{16E_{fx} B^2 h} \left[1 + \frac{1}{75\lambda^2 \bar{a}^2} (131 + 150\bar{a}) \right] \quad (2)$$

con

$$\lambda = 4 \sqrt{\frac{14}{5} \frac{G_{xz}}{E_{fx}}} \quad (3)$$

$$\bar{a} = \frac{a}{h} \quad (4)$$

donde:

h = semiespesor de la probeta (2 mm)

E_{fx} = Módulo de Young a flexión en la dirección más larga de la probeta ($5,6 \cdot 10^{10}$ Pa)

G_{xz} = Módulo de cortadura a flexión ($2,2 \cdot 10^{10}$ Pa)

Los valores de E_{fx} y G_{xz} fueron calculados a partir de las propiedades de una lámina usando la teoría del laminado. Los valores obtenidos de G_{IIc} con ambas expresiones se han representado frente a la atenuación ultrasónica por transmisión obtenida para cada probeta (figuras 3 y 4).

Dada la dispersión de resultados que se observa, se representaron los valores medios de G_{IIc} para una misma atenuación frente a los valores de la atenuación. Asimismo, se han representado las rectas de regresión de mínimos cuadrados (figuras 5 y 6).

4. DISCUSION

De los resultados obtenidos parece deducirse que la energía crítica de rotura en modo II, G_{IIc} , no depende del nivel de porosidad en la zona inmediatamente

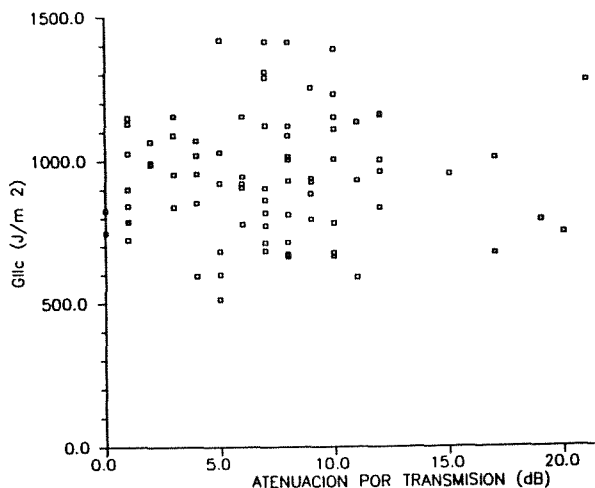


Fig.3. G_{IIc} frente a la atenuación ultrasónica. Teoría de vigas simple.

próxima al vértice de grieta, puesta de manifiesto con la inspección por atenuación ultrasónica, en los intervalos de medida de este trabajo.

En trabajos anteriores de los mismos autores [3], se ha mostrado que el ensayo de compresión, concretamente en lo referente a carga última, es suficientemente sensible a la presencia de huecos en el material. Aunque los mecanismos de fallo a compresión son complejos, (implicando las propiedades relativas de la matriz, las fibras y la intercara) se piensa que típicamente se produce un micropandeo de las fibras en las proximidades de los poros que se sitúan en la intercara

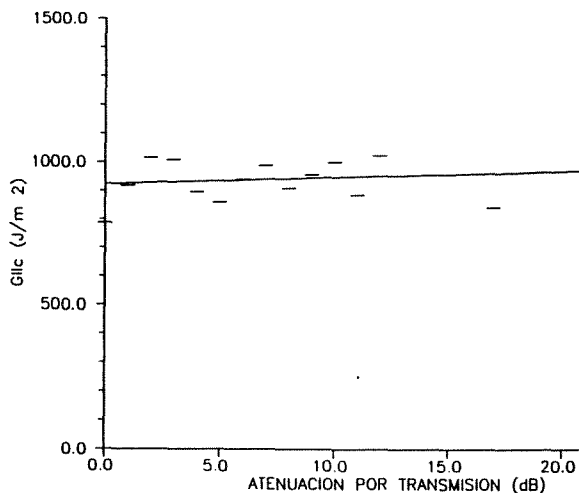


Fig.5. Regresión lineal de los valores medios. Teoría de vigas simple.

fibra-matriz. En cualquier caso, el lugar donde se localiza el fallo está dentro de la zona de medida de la probeta, caracterizada por un cierto valor de porosidad (estimada mediante atenuación ultrasónica y convertida a porcentaje de poros mediante una curva de calibración). Se tiene, pues, que en el ensayo de compresión se está solicitando a un cierto volumen de material, que tiene un cierto contenido en volumen de poros. Esto explica que el ensayo sea sensible al contenido global de poros, independientemente de su distribución en el volumen del laminado. Como referencia, se puede indicar que se pierde aproximadamente un 10% de resistencia a la compresión

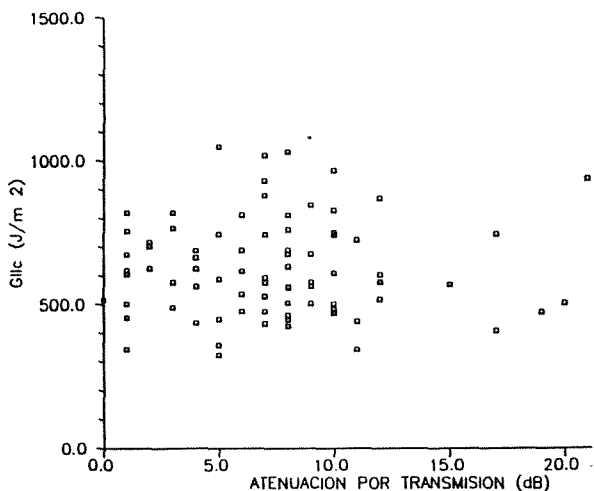


Fig.4. G_{IIc} frente a la atenuación ultrasónica. Teoría de vigas corregida.

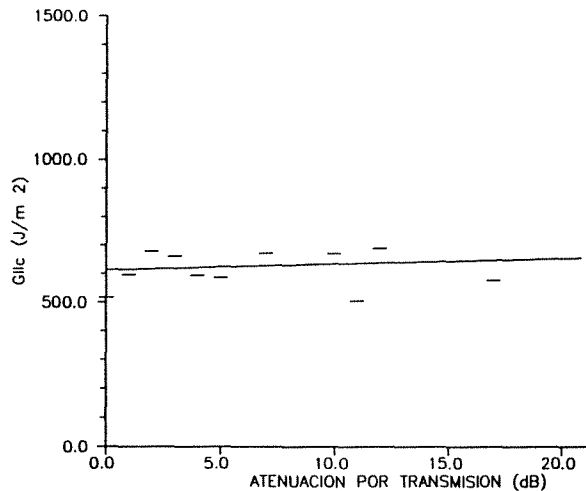


Fig.6. Regresión lineal de los valores medios. Teoría de vigas corregida.

por cada 1% de contenido en huecos del laminado, hasta alcanzar un nivel del 5% de porosidad. Para contenidos mayores las pérdidas se estabilizan y no caen por debajo de un 50% de la resistencia a la compresión del material sano.

Sin embargo, cuando se trata de obtener una correlación semejante con la G_{IIc} se observa una acusada dispersión de los resultados experimentales, tal como se aprecia en las figuras 3 y 4. Este hecho no cabe ser atribuido a algún problema en el dispositivo experimental; otros autores [5] informan de similares efectos, especialmente marcados cuando la grieta corre entre dos capas a $\pm 45^\circ$. Además, es notoria la dificultad para encontrar citas bibliográficas de autores que hayan usado este procedimiento de ensayo para estimar las pérdidas de propiedades mecánicas con la porosidad, cuando son abundantes las referencias a otro tipo de ensayos. Esto nos hace pensar que, aunque los autores no lo citen expresamente, han debido encontrar dificultades experimentales de algún tipo.

No obstante, cuando se toman valores medios de los datos experimentales (para cada nivel de atenuación), se aprecia que estos se alinean estrechamente. Una regresión lineal muestra una recta prácticamente paralela al eje de ordenadas (figuras 5 y 6). Esto nos indica, de nuevo, que la dispersión no es atribuible a alguna desviación experimental, sino que tiene que subyacer un motivo físicamente consistente con esta disposición de valores medios. Pensamos que la aleatoriedad de la posición de la grieta con respecto a la distribución de porosidad puede ser el origen de la dispersión de resultados.

La pregrieta inducida con el film de teflón es propagada manualmente hasta que alcanza una longitud adecuada para el ensayo. La posición exacta del fondo de la fisura es en cierta manera aleatoria. El vértice de la grieta puede situarse en una zona donde la matriz esté libre de toda porosidad o, por el contrario, con un elevado contenido en poros. Utilizamos la atenuación ultrasónica para estimar el contenido en huecos porque es un procedimiento no destructivo; ya que la probeta ha de ser posteriormente ensayada. Sin embargo, la atenuación por transmisión no nos dice nada acerca de la distribución de la porosidad en el volumen del laminado. Para un mismo valor de la atenuación, la porosidad puede estar homogéneamente distribuida o, en un caso extremo pero no infrecuente, acumularse en una sola capa. Es por ello imposible saber a ciencia cierta que tipo de microestructura está muestreando el fondo de la grieta: desde una zona de matriz sin huecos en una probeta con alto contenido global en poros, hasta una zona localmente muy porosa en una probeta con poca porosidad en el resto del volumen.

Los resultados individuales varían mucho dependiendo

de la posición exacta del vértice de grieta, pero también es cierto que para un número suficientemente elevado de ensayos (en el presente trabajo se han realizado un total de 82) los valores medios han de mostrar una tendencia de variación suave (o ninguna variación) al pasar de un nivel de atenuación a otro próximo. Y esto es precisamente lo que se observa en las figuras 5 y 6, confirmándose así la coherencia de los resultados.

Concretamente, la tendencia señalada por los valores medios indica que el valor de G_{IIc} no varía con el contenido en huecos del laminado, al menos dentro del intervalo de variación de las medidas considerado en este trabajo. Esta insensibilidad del ensayo también ha sido comunicada por otros autores [8], aunque en este caso con respecto a otras características microestructurales como el contenido en humedad del laminado. Parece pues que, en nuestro caso, el ensayo mide una propiedad intrínseca de la matriz que no se ve afectada sensiblemente por el contenido porcentual en huecos en el volumen del laminado.

Pero ni siquiera se puede hablar de una propiedad intrínseca de la matriz, ya que el valor exacto depende de factores ajenos a la propia matriz, tales como la orientación de las capas entre las que se propaga la grieta. Las razones hay que buscarlas en algunos fenómenos que suponen distraer una parte de la energía disponible para la propagación de grieta. Dicha energía se gasta, por ejemplo, en saltar del plano de propagación de la grieta a otro situado entre dos láminas distintas. Así, es frecuente tener que referir el valor de G_{IIc} a la secuencia de laminación empleada en cada caso [9], y limitarse a utilizar en los ensayos la secuencia que proporcione resultados más conservativos.

5. CONCLUSIONES

- 1.- De los ensayos realizados, y dentro del intervalo de variación de los parámetros experimentales considerados en este trabajo, no se aprecia una correlación entre el valor crítico de la energía necesaria para propagar la grieta en modo II con el contenido en huecos de las probetas.
- 2.- Se aprecia una notable dispersión de las medidas, que es atribuida a la aleatoriedad de la posición del vértice de grieta respecto a la distribución de la porosidad en todo el volumen del laminado. Los resultados individuales son muy dependientes de la microestructura concreta que esté muestreando localmente el frente de grieta.
- 3.- De los resultados del presente trabajo, junto con datos ya conocidos por referencias de otros autores, tal como los fenómenos de cambio de plano de propagación de la grieta y la dependencia de los resultados de la

secuencia de laminación concreta, se puede concluir que el ensayo de propagación de grietas en modo II no es adecuado para evaluar las pérdidas de propiedades mecánicas debidas al contenido en huecos de un laminado.

6. REFERENCIAS

- [1] Judd N.C.W. y Wright W.W., "Voids and their effects on the mechanical properties of composites - an appraisal", SAMPE Journal, January/February, pp. 10-15, (1978).
- [2] Yoshida H., Ogasa T. y Hayashi R., "Statistical approach to the relationship between ILSS and void content of CFRP", Composite Science and Technology, 25, pp. 3-18, (1986).
- [3] Suárez J.C., Molleda F. y Güemes A., "Void content in carbon fibre/epoxy resin composites and its effects on compressive properties". Proceedings of the ICCM-9. Volume VI, pp. 589-596, Madrid, (1993).
- [4] El-Senussi A.K. y Webber J.P.H., "Critical strain energy release rate during delamination of carbon fiber reinforced plastic laminates", Composites, 20/3.
- [5] Pintado J.M., Comunicación privada, (1994).
- [6] "Hercules Carbon Prepreg Tape AS4/8552". Product Data, number 873. Hercules. (1989).
- [7] Whitney J. y Pinnell M., Proceedings of the 4th. European Conference on Composite Materials, ECCM-4, pp. 865, Stuttgart, (1990).
- [8] Selzer R. y Friedrich K., "Effects of water up-take on interlaminar fracture properties of various carbon fiber/epoxy composites". Proceedings of the ICCM-9. Volume V, pp. 875-881, Madrid, (1993).
- [9] Ramkumar R.L. y Whitcomb J.D., "Characterization of mode I and mixed-mode delamination growth in T300/5208 graphite/epoxy", Delamination and Debonding of Materials, ASTM STP 876, Johnson W.S. Ed., pp. 315-335, Filadelfia, (1985).