

MODELIZACION DE LA DEGRADACION DE LA TENACIDAD A FRACTURA EN COMPOSITES DE POLIESTER-VIDRIO EXPUESTOS A LUZ SOLAR

C. Ferrer, F. Segovia, V. Amigó y A. Vicente

Departamento de Ingeniería Mecánica y Materiales
 Universidad Politécnica de Valencia
 Camino. de Vera, s/n. 46022 Valencia

Resumen. Se han elaborado mediante contacto a mano compuestos de poliéster reforzados con tejidos de vidrio, tafetán y multiaxial 2D, con orientaciones a $0/90^\circ$, y $0/90/\pm 45^\circ$ en sucesivas capas de disposición alternada y asimétrica hasta 8. El método de elaboración es el que supone las menores prestaciones del material, lo que supondría una aproximación al comportamiento del material en la situación más desfavorable en cuanto al rango de características mecánicas del material.

Se ha determinado la tasa de relajación de energía por deformación, según modo I de fractura, en laminados expuestos hasta 1500 horas de radiación acelerada de tipo solar (UV-visible). La degradación responde a un modelo exponencial amortiguado. Se ha estimado la influencia del tipo de resina, la disposición del refuerzo y de las condiciones de curado, así como la correlación de esta pérdida de tenacidad con la disminución de la resistencia a tracción y flexión.

Abstract.

Polyester composites reinforced with glass fibre cloth, taffeta, or multiaxial 2D; with orientations of $0/90^\circ \pm 45^\circ$. Eight reinforced sheets were disposed asymmetrically and alternately. The elaboration procedure was that which is supposed to be the worst, because it could represent the most unfavorable conditions on materials mechanical properties.

Strain energy relaxation rate has been obtained by fracture mode I on laminates exposed to an accelerated sun light source up to 1500 hours. The degradation follows a damped exponential model. Influence on characteristics such as kind of resin, reinforcement disposition, and cure conditions has been studied. Has been correlated the loss of tenacity with the loss of axial and flexural stress.

1. INTRODUCCION

Debido al conjunto de propiedades que presentan los materiales compuestos, éstos han visto ampliado su campo de aplicación, principalmente por su durabilidad y estabilidad. En los últimos años se ha incrementado el interés por el estudio del comportamiento tenaz de estos materiales durante la propagación de grietas interlaminares.

Gran parte de los estudios realizados lo han sido en compuestos epoxy/carbono [1,2] o epoxy/vidrio [3]. También cabe señalar los trabajos para relacionar la tenacidad a la fractura intra e interlaminar con las características tenaces cuando actúan los modos I y II de forma combinada [4].

No obstante debe considerarse el deterioro ambiental que pueden sufrir los materiales compuestos en su comportamiento a fractura. Entre las condiciones ambientales cabe destacar la absorción de agua [2] como uno de los parámetros más significativo, así

como la absorción de compuestos orgánicos [5] o de ácidos y bases [6]. Otros trabajos han incidido en el efecto que la temperatura ejerce sobre las propiedades mecánicas [7], o la pérdida de propiedades por la radiación solar [8], pero no se ha estudiado el comportamiento a fractura y la relación entre la tenacidad y las propiedades mecánicas en largas exposiciones a la luz solar, en nuestro caso emuladas por una radiación ultravioleta, que es uno de los factores ambientales que en mayor medida disminuye las propiedades mecánicas de los materiales poliméricos y compuestos.

Por ello, tratamos de estudiar, mediante simulación acelerada con lámpara de rayos UV-visible, el efecto de la luz solar sobre la tenacidad a fractura, caracterizada por la tasa de relajación de energía por deformación G , de laminados de poliéster reforzado con fibra de vidrio. En el presente estudio se aborda la aplicabilidad de tejidos multiaxiales del tipo 2D respecto a otros más clásicos, como tafetán, sargas y

satenes, o los apilados unidireccionales utilizados por otros investigadores.

2. MATERIALES

Se ha fabricado laminados de 8 capas de tejido de fibra de vidrio, multiaxial equilibrado 0-90° y $\pm 45^\circ$ de 440 g/m², con los que se ha obtenido laminados de 4.5 mm de espesor aproximadamente. Como laminado de contraste se ha fabricado laminados con 8 capas de tejido tafetán de 300 g/m² y un espesor medio de 3 mm.

Como matriz se ha utilizado resinas poliéster ortoftálicas estándar de BASF, con dos grados de reactividad, media (Palatal P5) y elevada (Palatal P6). Los laminados se han curado a temperatura ambiente, 17°C, y en estufa a 40°C, recogiendo en la tabla 1 las propiedades físicas más relevantes de los mismos: temperatura de curado, densidad del compuesto, ρ , volumen de fibras, V_f , y volumen de poros, V_a .

Tabla 1. Propiedades físicas de los laminados obtenidos.

Laminado	Descripción	T °C	ρ g/cm ³	V_f %	V_a %
P5 502	tafetán (0-90) ₈	17	1.62	32.2	5.0
P5 531	multiaxial (0-90) ₈	16	1.58	33.6	9.6
P5 541	multiaxial (0-90/ ± 45) ₄	19	1.58	32.3	8.0
P6 631	multiaxial (0-90) ₈	18	1.61	32.2	4.1
P6 631Q	multiaxial (0-90) ₈	42	1.58	33.2	8.2
P6 641	multiaxial (0-90/ ± 45) ₄	16	1.59	31.7	5.3
P6 641Q	multiaxial (0-90/ ± 45) ₄	40	1.58	32.9	7.8

3. PROCESO EXPERIMENTAL

Las probetas cortadas y preparadas para el ensayo, han sido envejecidas mediante la aplicación de luz UV en una cámara equipada con una lámpara OSRAM Ultra-Vitalux de emisión ajustada al espectro solar con 300 W de potencia, en la que la temperatura era de 50 °C. Las probetas se han ensayado tras 500, 1.000 y 1.500 horas de exposición.

El ensayo de fractura en modo I se realiza de acuerdo a la norma ASTM D 5528, salvo que nunca se descarga la probeta, en una máquina universal de ensayos Instron, modelo 4202. Las probetas a ensayar son del tipo viga en doble voladizo (DCB), con una longitud de 140 mm y una anchura de 25 mm, ensayándose a una velocidad de 1 mm/min.

La pregrieta se ha realizado mediante un inserto de teflón, de 45 micras de espesor, con una anchura de 22.5 ± 1.5 mm y, situado entre las láminas de refuerzo 4^a y 5^a. La probeta se posiciona entre las mordazas mediante dos bisagras pegadas, en ambas caras de la probeta, con adhesivo epoxy estructural bicomponente de curado caliente (2 horas/85 °C).

4. RESULTADOS Y DISCUSION

La evaluación de la tenacidad a fractura se ha realizado mediante la determinación de la tasa de energía liberada por deformación (SERR), G_I .

Para la determinación de G_I se ha seguido el método analítico propuesto por Kageyama [9], según las ecuaciones 1 y 2:

$$\frac{a}{h} = A_1 \cdot C^{1/3} + A_0 \quad (1)$$

$$G_I = \frac{3 \left(F \cdot C^{1/3} \right)^2}{2 A_1 \cdot B \cdot h} \quad (2)$$

en la que a es la longitud de grieta, h el semiespesor, C la flexibilidad (cociente entre apertura de los extremos de la viga δ y la fuerza aplicada F), A_1 y A_0 parámetros empíricos, B la anchura de la probeta.

Tabla 2. Valores de la tasa de energía liberada por deformación (SERR).

Lam.	t (h)	G_{IC} (J/m ²)	G_{II} (J/m ²)	G_{IB} (J/m ²)
P5 502	0	210 \pm 12	412 \pm 9	882 \pm 98
	500	219 \pm 36	392 \pm 31	832 \pm 127
	1000	197 \pm 11	278 \pm 10	859 \pm 79
	1500	176	294	788 \pm 74
P5 531	0	267 \pm 41	393 \pm 77	1.149 \pm 198
	500	148 \pm 19	237 \pm 19	1.110 \pm 176
	1000	156 \pm 27	278 \pm 19	1.068 \pm 129
	1500	152	234	1.008 \pm 122
P5 541	0	242 \pm 54	318 \pm 27	664 \pm 25
	500	178 \pm 28	245 \pm 13	594 \pm 23
	1000	177 \pm 10	214 \pm 4	640 \pm 86
	1500	172 \pm 22	211 \pm 6	643 \pm 105
P6 631	0	298 \pm 54	439 \pm 50	983 \pm 144
	500	297 \pm 20	427 \pm 46	902 \pm 133
	1000	182 \pm 69	365 \pm 77	929 \pm 202
	1500	169 \pm 37	322 \pm 79	904 \pm 80
P6 631Q	0	314 \pm 11	506 \pm 73	1.015 \pm 225
	500	304 \pm 8	484 \pm 31	1.004 \pm 140
	1000	244 \pm 29	419 \pm 83	972 \pm 122
	1500	134 \pm 40	407 \pm 51	958 \pm 192
P6 641	0	311 \pm 67	423 \pm 55	849 \pm 252
	500	278 \pm 19	343 \pm 13	869 \pm 81
	1000	214 \pm 37	304 \pm 21	805 \pm 74
	1500	169 \pm 22	293 \pm 47	794 \pm 115
P6 641Q	0	379 \pm 28	539 \pm 47	906 \pm 69
	500	317 \pm 15	459 \pm 75	917 \pm 110
	1000	230 \pm 38	343 \pm 21	833 \pm 88
	1500	230 \pm 35	342 \pm 57	839 \pm 103

Las magnitudes características objeto del estudio, tabla 2, han sido: G_{I0} , tasa de energía inicial, G_{IA} , tasa de energía para una grieta de $25'5 \pm 1'5$ mm, y G_{IB} , tasa de energía en la zona en la que G_I es prácticamente invariante con la dimensión de grieta, es decir, en la zona donde el fenómeno de ponteado por fibra es intenso. Podría tomarse como valor de energía crítica G_{IA} ya que se ha observado que para ese tamaño de grieta, la curva δ -F pierde la linealidad.

4.1 Sobre el efecto del tiempo de exposición

El modelo de degradación por exposición a la luz solar podemos obtenerlo, a partir de la tabla 2, mediante funciones exponenciales amortiguadas, tal como se indica en la ecuación 3 y se observa en la figura 1.

$$Y = A + B \cdot e^{-K \cdot t} \quad (3)$$

en el que A representa el valor asintótico, B la diferencia entre la característica Y para $t = 0$ y el valor asintótico A, y K la constante de extinción en horas⁻¹.

Experiencias de exposición prolongada (>7.000 horas) han indicado que los valores de las características mecánicas son aproximadamente el 90% de los que se obtenían para 1500 horas, por lo que podemos hipotetizar la existencia de un valor asintótico un 10% inferior al valor obtenido a las 1500 horas.

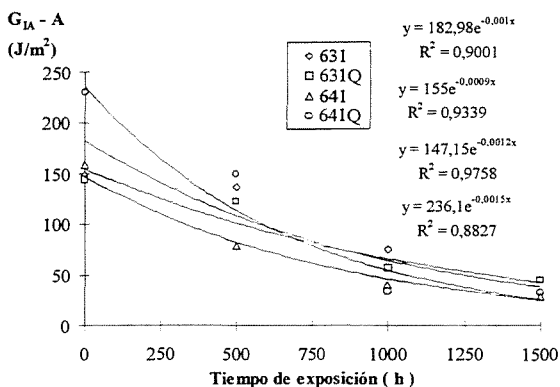


Fig. 1. Evolución de G_{IA} normalizada, con el tiempo de exposición.

No obstante, debemos considerar que las diferencias de longitud en la pregrieta inicial, así como la dificultad de seguimiento de la grieta en los primeros instantes, hace que los valores de G_I al inicio y en el momento de respuesta no lineal δ -F deban ser juzgados con precaución, pues si bien es cierto que la variabilidad no es excesiva para la tasa a carga máxima y por ponteado, algunas muestras si vienen afectadas de una gran dispersión.

Con el objeto de poder relacionar con más facilidad entre sí, los resultados obtenidos, referenciamos los

mismos a los que presenta el laminado con tafetán sin exposición, lo que nos indicaría la pérdida relativa de los diferentes parámetros, o índice de retención extrínseco X, que se recoge en la tabla 3.

Tabla 3. Índices de retención extrínseca.

Lamin.	t(h)	X(G_{I0})	X(G_{IA})	X(G_{IB})
P5 502	0	100	100	100
	500	104	95	94
	1000	94	67	97
	1500	84	71	89
P5 531	0	127	95	130
	500	70	58	126
	1000	74	67	121
	1500	72	57	114
P5 541	0	115	77	75
	500	85	85	67
	1000	84	84	73
	1500	82	51	73
P6 631	0	142	107	112
	500	141	102	102
	1000	87	105	105
	1500	80	78	102
P6 631Q	0	150	123	115
	500	145	117	114
	1000	116	102	110
	1500	64	99	109
P6 641	0	148	103	96
	500	132	99	99
	1000	102	91	91
	1500	80	71	90
P6 641Q	0	180	131	103
	500	151	104	104
	1000	110	94	94
	1500	110	83	95

Destaca el buen comportamiento de los laminados multiaxiales en referencia al tafetán, tomado como patrón de comparación, sobre todo para los parámetros G_{I0} y G_{IB} , mas aún teniendo en cuenta que se trata de materiales algo más porosos. No obstante, el ondulamiento típico de los tafetanes no ha supuesto inicialmente un factor de merma importante en la tenacidad al agrietamiento interlaminar, y concretamente para el parámetro G_{IA} muestra mejores resultados que en los laminados multiaxiales realizados con la resina de media reactividad, sobre todo para las exposiciones largas a la luz solar.

4.2 Sobre el efecto de la matriz

Si consideramos los laminados 531 y 631 (multiaxiales reforzados en 2 direcciones), y los laminados 541 y 641 (multiaxiales en 3 direcciones coplanares), los resultados presentan diferencias favorables, en cuanto a G_{IA} , a la resina con mayor reactividad, y para los laminados multiaxiales en 2 direcciones, 0-90°, frente a los laminados en tres direcciones, 0-90-45°, tal como puede observarse en la figura 3. Sin embargo, para G_{IB} éstos resultados ya no son tan claros, pues si bien en

los laminados en tres direcciones los resultados son claramente favorables para la resina de mayor reactividad, en los laminados en 2 direcciones se invierte el comportamiento siendo mayor la tenacidad para la resina de reactividad media, figura 2.

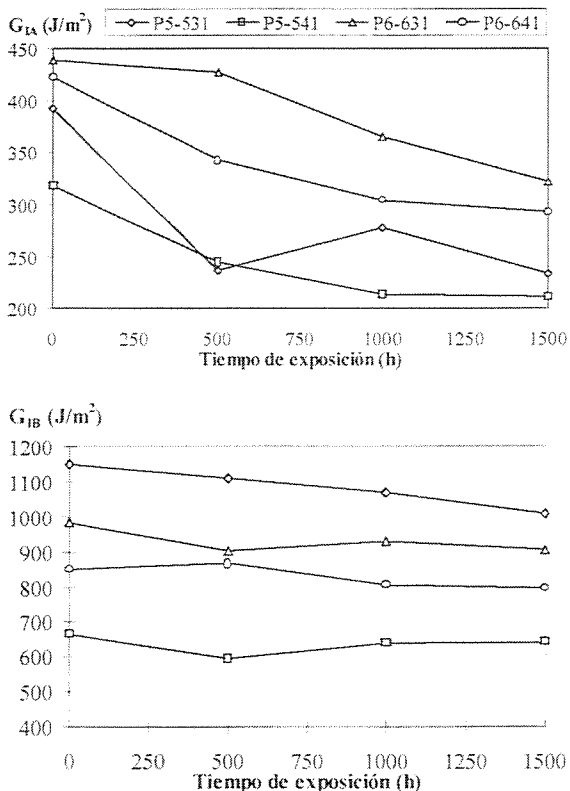


Fig. 2. Influencia de la matriz en la evolución de la tasa de energía G_{IA} y G_{IB} .

Probablemente, la mayor reactividad de la resina hace que ésta sea más tenaz y plástica como consecuencia de una mayor longitud en las cadenas poliestirénicas entre las estéricas, por lo que también podría ser mayor el valor de G_{IA} .

4.3 Sobre el efecto de la temperatura de curado

Considerando los laminados 631, 641, 631Q y 641Q, los valores de G_{IA} se ven incrementados en aquellas muestras con temperatura de curado mayor, figura 3. De igual forma se aprecia un claro aumento del valor de energía constante, G_{IB} , con la temperatura de curado.

La temperatura de curado influye en completar la polimerización del estireno residual. También es probable que su efecto se note en una mayor adherencia de la fibra a la matriz.

De igual manera que la analizada para el efecto de la resina, se observa que para las dos temperaturas ensayadas, el valor de G_I es mayor para los laminados en dos direcciones frente a los laminados 0-90-45°.

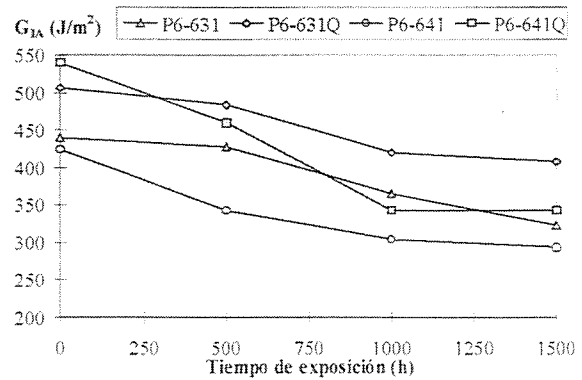


Fig. 3. Influencia de la temperatura de curado en la evolución de G_{IA} .

4.4 Sobre el efecto de la configuración de las láminas de refuerzo

En los laminados tafetán, las fibras están más distribuidas y más tupidas que en los laminados multiaxiales, por lo que G_{IA} es más alto. También se encuentra una menor zona de resina tras la pregrieta originada con el inserto. En la figura 4 se observa la estructura de rotura de un laminado tafetán, cerca de la ubicación del inserto, donde apreciamos la elevada densidad de fibras y la aparición de algunas bolsas de resina en los entrecruzamiento de los mazos de fibras.

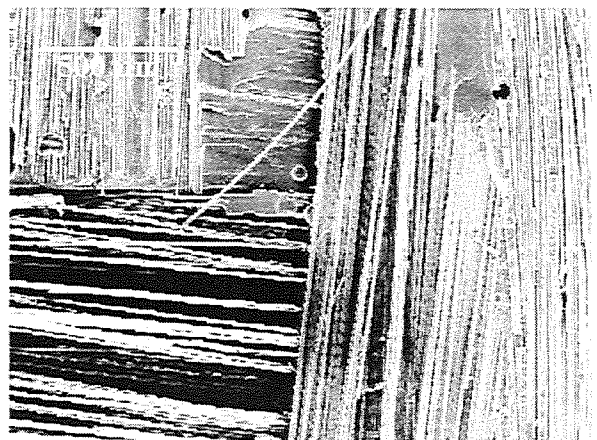


Fig. 4. Aspecto de la rotura de un laminado tafetán, P5-502.

En los laminados multiaxiales, las fibras están dispuestas más claramente en mazos y unidos por la costura de empaquetamiento, que los mantiene en el plano, separados por espacios de resina, propicios para el avance de grieta. Esto provoca que el inicio de la grieta sea más favorable en el multiaxial que en el tafetán, por lo que requiere menor valor de G_I . Además, la bolsa de resina en el fondo del inserto es mayor en el laminado multiaxial que en el tafetán. En la figura 5 se observa el escalón formado por el avance de la grieta en los primeros momentos de su formación.

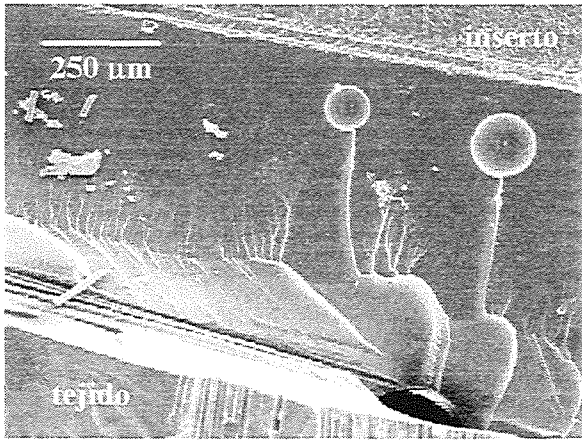


Fig. 5. Escalón en la grieta de transición desde el inserto a las capas de fibras, en el multiaxial 631Q.

Una vez la grieta está avanzada, la propagación de ésta es más factible en el laminado tafetán. Para éste, el avance se mantiene en el mismo plano siguiendo el perfil ondulado de la fibra. En los laminados multiaxiales se produce una gran cantidad de rotura interfacial fibra-matriz, y se ha observado la aparición del fenómeno de ponte por fibra, figura 6, por lo que el avance de la grieta no discurre necesariamente en el mismo plano.



Fig. 6. Fenómeno de ponte de fibras, con derivación de la fisura, en el laminado 631 Q.

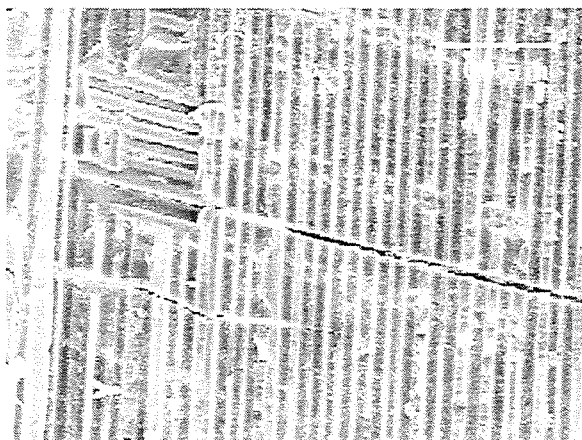


Fig. 7. Cara de rotura correspondiente a la cara de resina de la matriz, en el laminado 631 Q.

Este mecanismo, origina que las fibras queden comúnmente en una de las caras de rotura, mientras que en la otra se aprecia claramente los huecos que las fibras dejan en la resina, figura 7.

En los laminados multiaxiales 531, 631 y 631Q la grieta evolucionará entre capas de refuerzo orientadas a 0° (4ª lámina) y 90° (5ª lámina). Recordemos que cada lámina está constituida por dos capas de $90-0^\circ$. El laminado con tafetán es algo particular, como ya se ha comentado, ya que al ondulado de la fibra, hay que añadir todas las posibles combinaciones de fibra entre la 4ª y 5ª lámina: $0-0^\circ$, $0-90^\circ$ y $90-90^\circ$. En las muestras 541, 641 y 641Q, la grieta transcurre entre la capa a $+45^\circ$ (4ª lámina) y 90° (5ª lámina). Del análisis de los resultados de la tabla 2, se puede establecer el excelente comportamiento en los valores de G_I para las configuraciones en la que la grieta avanza entre capas $0-90^\circ$, figura 8.

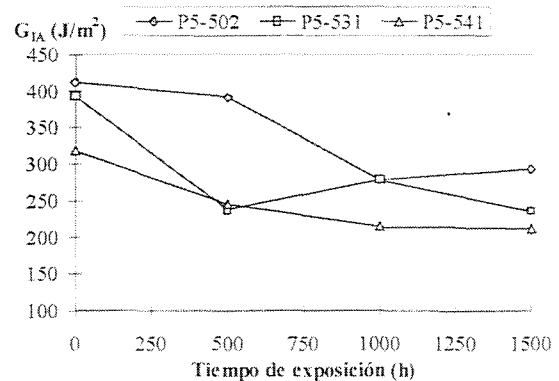


Fig. 8. Influencia de la configuración del laminado en la evolución de G_{Ia} .

4.5 Sobre la relación entre la tenacidad y la resistencia

Analizados los resultados obtenidos, se ha observado una cierta correlación lineal entre la energía liberada por deformación, G_I , y las características mecánicas estáticas de los laminados, tanto las correspondiente a su comportamiento elástico como al plástico. Esta correlación se ha obtenido de igual forma con los ensayos realizados a tracción y flexión en los diferentes laminados.

Esta correlación se ha observado igualmente para las diferentes variables ensayadas: resina matriz, configuración del refuerzo y temperatura de curado, y esto en función del tiempo de exposición a la luz solar.

En la figura 9 se observa la correlación entre la tenacidad y la carga de rotura a flexión de los laminados 502, 531 y 631, con diferentes matrices de media y elevada reactividad y tipo de refuerzo multiaxial y tafetán, que presentan orientación $0-90^\circ$.

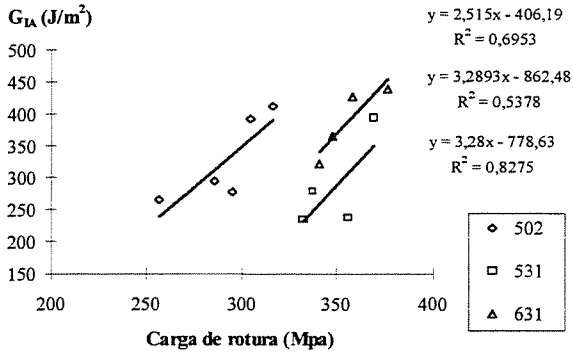


Fig. 9. Correlación G_{IA} -R a flexión, para diferentes matrices.

En la figura 10 se muestra la correlación lineal, para los mismos parámetros, dependiendo de la orientación de las fibras, laminados 631 y 641, y la temperatura de curado, laminados 631 y 631Q, en los que se hace patente el mejor comportamiento de los laminados curados.

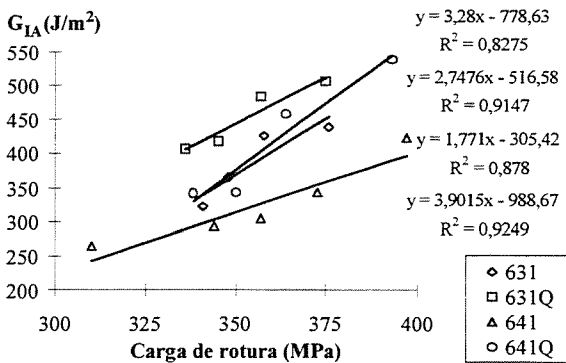


Fig. 10. Correlación G_{IA} -R a flexión, para diferentes temperaturas de curado.

5. CONCLUSIONES

Mediante el análisis de los resultados obtenidos, podemos concluir que:

- La exposición a fuentes lumínicas de espectro solar degrada la resistencia a fractura interlaminar de los materiales laminados compuestos elaborados en resinas poliéster-fibra de vidrio.
- El modelo de degradación sigue una tendencia exponencial amortiguada.
- La aplicación de resinas de poliéster con mayor grado de reticulación, incrementa la resistencia a la fractura interlaminar.
- La temperatura de curado, aumenta la tenacidad a fractura, al completarse la reticulación del estireno residual.
- El tipo de tejido muestra una cierta influencia en el comportamiento a fractura, pero una excesiva complejidad en las orientaciones del refuerzo no aporta un incremento notorio en la tenacidad a la fractura.

6. REFERENCIAS

- [1] Hojo, M. y Aoki, T. "Thickness effect of Double Cantilever Beam Specimen on Interlaminar Fracture Toughness of AS4/PEEK and T800/Epoxy laminates", en Composite Materials: Fatigue and Fracture, Vol 4 (Ed. Stinchcomb, W. Y Ashbaugh, N.) pp 281-298. ASTM, STP 1156 (1.993).
- [2] Selzer. "Influencia de la radiación Γ sobre el comportamiento mecánico de compuestos carbono epoxy". Proceedings of the 11th Composite Plastics Conferences (1.992), pp 1-18.
- [3] Murri G.B. y Martin R.H. "Effect of initial delamination on mode I and mode II fracture toughness and fatigue fracture threshold", en Composite Materials: Fatigue and Fracture, Vol 4 (Ed. Stinchcomb, W. Y Ashbaugh, N.) pp 239-256. ASTM, STP 1156 (1.993).
- [4] Iwamoto M, Araki S., Kurashiki K. y Saito K. "Comparison between mode I interlamina and intralamina fracture toughness of thin unidirectional AS4/Epoxy laminates", Proceedings of the Ninth International Conference on Composite Materials, Madrid, España, Vol 5, pp 795-802, (1.993).
- [5] Hooper S.J. y Subramanian, R. "Effects of water and jet fuel apsortion on mode I and mode II delamination of graphite/epoxy" en Composite Materials: Fatigue and Fracture, Vol 4 (Ed. Stinchcomb, W. Y Ashbaugh, N.) pp 318-340. ASTM STP 1156 (1.993).
- [6] Segovia, F., Amigó, V. Salvador M^a D. y Vicente, A. "Degradación de las características a tracción de poliesteres ecológicos reforzados con fibra de vidrio en medio básico", III Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica CIDIM/97, La Habana, Cuba, pendiente de publicación (1997).
- [7] Russell, A. y Street, K. "Moisture and temperature effects of mixed-mode delamination fracture of unidirectional grafite epoxy", en Delamination and Debonding of Materials (Ed. W.S. Jhonson) pp. 349, ASTM STP 876 (1985)
- [8] Ferrer, C., Segovia, F., Salvador, M.D. y Amigó, V. "Evolución de las características mecánicas a flexión y tracción en materiales compuestos de poliéster-fibra de vidrio expuestos a luz solar" Actas del 3^{er} Congreso Iberoamericano de Fractura, Oporto, Portugal, pp. 243 - 248 (1996).
- [9] Kageyama, K. y Hojo, M. "Proposed methods for interlaminar fracture toughness test of composite laminates", Proceedings of the 5th Japan-U.S. Conference on Composites, Tokyo, Japan, pp 227-234 (1990).