

INFLUENCIA DE LA ORIENTACION DE LAS FIBRAS EN LA RESISTENCIA A LA DESLAMINACION EN MODO I DE RESINAS EPOXI REFORZADAS CON FIBRAS DE CARBONO

V. Barrientos y F. J. Belzunce

Departamento de Ciencia de Materiales
Universidad de Oviedo
E.T.S.I. Industriales, Campus Universitario, 33203 Gijón

Resumen. Se ha realizado la determinación experimental de la energía necesaria para iniciar el crecimiento y hacer progresar una deslaminación creada artificialmente en dos materiales compuestos aeronáuticos epoxi-carbono (AS4/3501-6 e IM7/8552) utilizando probetas tipo DCB. Se ha definido igualmente la influencia de la orientación de las láminas adyacentes a la deslaminación (0° , 45° y 90°) en la forma de las curvas de resistencia o curvas R. Finalmente, se han utilizado técnicas fractográficas para justificar los resultados obtenidos en los ensayos mecánicos y el distinto comportamiento de los dos materiales empleados en la experimentación, en base a desviaciones del plano de deslaminación inicial, diferencias en la tenacidad de la resina epoxi y en la adherencia fibra-matriz de los materiales compuestos.

Abstract. The experimental determination of the energy required to the initiation and growth of an artificial delamination in two different aeronautical composite materials (AS4/3501-6 and IM7/8552) has been calculated using DCB specimens. The influence of the fibre orientation of the layers adjacent to the delamination (0° , 45° and 90°) on their resistance curves, R-curves, has been explored. Finally, a fractographic analysis was performed in order to justify our mechanical testing results and the different behaviour observed between both materials. Deviations from the original delamination plane and important differences of the epoxi resin toughness and the adherence between fibre and matrix have been detected and used to explain the obtained results.

1. INTRODUCCION

Los materiales compuestos formados a base de resinas epoxi reforzadas con fibras de carbono de alta resistencia o alto módulo constituyen una de las familias de materiales cuyas aplicaciones en el sector aeronáutico más se han desarrollado. Ello es debido a las excelentes propiedades de estos productos, entre las que destacan, sobre todo, su rigidez y resistencia específicas, resistencia a la fatiga y su excelente comportamiento frente a la corrosión. Sin embargo, todos estos materiales se fabrican en autoclave tras apilamiento de preimpregnados para formar láminas multidireccionales, por lo que son susceptibles de sufrir deslaminaciones, es decir, dado que la dirección normal al plano del refuerzo (normalmente el espesor de la pieza) es una dirección particularmente débil desde el punto de vista mecánico, es relativamente frecuente la generación y crecimiento de grietas a lo largo de las intercaras de separación entre láminas adyacentes. Las

deslaminaciones aparecen en estos materiales compuestos, bien ya durante la fase de procesado y fabricación de las piezas o elementos estructurales, o como consecuencia de las solicitaciones de servicio (cargas de compresión, fatiga, impactos, etc.). Estas grietas constituyen uno de los factores fundamentales que limitan la vida de las estructuras realizadas con estos productos [1], y pueden terminar siendo la causa de fallos estructurales [2].

En este trabajo se ha procedido a la determinación experimental de los parámetros críticos de fractura de dos materiales compuestos epoxi-carbono unidireccionales comerciales (resistencia al crecimiento de la deslaminación entre láminas 0/0) de interés aeronáutico, y a dilucidar el efecto de la orientación de la lámina de refuerzo sobre este parámetro (resistencia a la deslaminación de las intercaras 0/45 y 0/90). Para la determinación de los citados parámetros se han utilizado probetas tipo DCB y se ha hecho uso de la reciente

norma ASTM [3] así como del Protocolo de Norma que está desarrollando el Grupo de Trabajo de Plásticos y Composites de la European Structural Integrity Society [4].

2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales que se han utilizado en la experimentación realizada han sido dos composites aeronáuticos. El primero de ellos se ha confeccionado por apilamiento de preimpregnados del tipo Hércules AS4/3501-6. Se trata de una resina epoxi del tipo tetra glicidil metilen dianilina (TGMDA) sin modificar, reforzada con un 65 % en peso de fibras de carbono unidireccionales de alta resistencia, que habían sido tratadas superficialmente (oxidación) para mejorar la resistencia a cortadura y a tracción transversal del material compuesto. El segundo de los composites elegidos se preparó igualmente con preimpregnados Hércules IM7/8552. Se trata de una resina epoxi modificada, para mejorar la tenacidad, reforzada con un 65 % en peso de fibras de carbono de altas prestaciones y de módulo intermedio.

La preparación de todos los materiales se realizó en la Zona Limpia del Area de Materiales Compuestos del INTA. Se fabricaron paneles de 350 por 350 mm, con un espesor nominal de 3.84 mm, realizados a base de 32 capas de preimpregnados, con secuencias de apilamiento [0]_{16s}, [0₁₆/45/0₁₅] y [0₁₆/90/0₁₅], e insertando en el plano medio de todos los paneles una lámina de tejido teflonado de 20 μm de espesor y dimensiones adecuadas para introducir en las probetas una deslaminación iniciadora adecuada. La diferencia fundamental de los tres laminados estriba entonces en la orientación de las capas entre las que se hará crecer la deslaminación, es decir las intercaras 0/0, 0/45 y 0/90 respectivamente. El curado se realizó en un autoclave controlado por ordenador, utilizando el ciclo estándar recomendado por el fabricante (Hércules), a una temperatura de 180°C.

Los paneles se recantearon para eliminar los bordes y ajustar la longitud de la deslaminación inicial (55 mm), cortándose posteriormente las probetas con un disco diamantado. Estas tenían geometría rectangular de 159±1 mm de longitud y 25±0.5 mm de ancho.

Se han utilizado probetas tipo DCB (Figura 1), de acuerdo con la norma ASTM y el Protocolo de ensayo anteriormente aludidos [3,4]. La aplicación de la carga se realizó recurriendo al uso de unas finas bisagras (tipo piano) adheridas en uno de los extremos de la probeta mediante un adhesivo tipo Araldite, que se curó a 50°C durante 24 horas. Por otro lado, uno de los cantos de las probetas se cubrió con una fina capa blanca, utilizando para ello líquido corrector mecanográfico, con el fin de poder visualizar durante todo el ensayo el avance del frente de la grieta.

El tamaño de la deslaminación, *a*, antes de iniciar el ensayo era de 45 mm. Por otro lado, se utilizó siempre

una velocidad de carga de 1 mm/min y durante todo el transcurso del ensayo, aparte de registrar gráficamente la fuerza frente al desplazamiento (*P-δ*), se realizaron igualmente, con la ayuda de una lupa, medidas de la longitud de la deslaminación sobre el canto preparado de la probeta, con el propósito de determinar la curva de Resistencia del material o curva *R*. La energía de fractura se ha calculado en estos ensayos a partir de la tasa de relajación de energía, según la teoría de vigas corregida, que es el método que proporciona los mejores resultados [3,5,6]:

$$G_I = \frac{3P\delta}{2B(a + |\Delta|)} \quad (1)$$

P es la fuerza aplicada, *δ* el desplazamiento del punto de carga, *a* es el tamaño de la deslaminación y *B* el espesor de la probeta. *Δ* es un factor de corrección que se calcula representando gráficamente la raíz cúbica de la flexibilidad frente al tamaño de la grieta medida en el canto de la probeta en el curso del ensayo [3,4], con el fin de tener en cuenta que el empotramiento del dispositivo de ensayo no es perfecto.

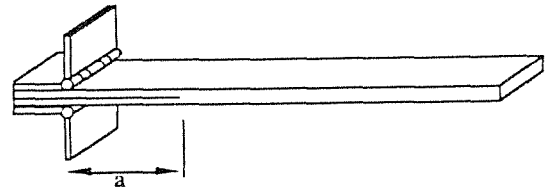


Fig. 1. Geometría de la probeta DCB

3. RESULTADOS

3.1. Energías de deslaminación

Todos los gráficos fuerza-desplazamiento obtenidos muestran una primera zona de comportamiento lineal, en la que no se observa crecimiento alguno de la deslaminación creada artificialmente. A continuación, se observó siempre una desviación clara de la linealidad hasta alcanzar el máximo de la carga y un descenso progresivo de la misma, al tiempo que la deslaminación crecía de manera más o menos estable [6]. El valor crítico del parámetro G_{Ic} , o momento en el que la deslaminación comenzaba a crecer desde el inserto, G_{Ic} , se puede definir en: a) el punto donde el gráfico *P-δ* deja de ser lineal (NL); b) el punto de corte del gráfico con una línea de pendiente un 5% inferior a la pendiente inicial (5%) o c) el punto correspondiente al inicio del crecimiento de la deslaminación observado visualmente en el canto de la probeta (VIS).

Las Tablas 1 y 2 muestran los valores medios de los parámetros críticos G_{Ic} (5 ensayos) obtenidos de acuerdo con los diferentes criterios de iniciación expresados anteriormente, junto con el valor máximo o de estabilización de la energía de fractura registrado en el ensayo tras un crecimiento de la deslaminación de

varios centímetros (se indica igualmente la desviación típica asociada a los mismos).

Orientación	G_{Ic}^{NL}	G_{Ic}^{VIS}	$G_{Ic}^{5\%}$	$G_I(max)$
0 / 0	58±13	80±11	84±6	128±15
0 / 45	75±20	91±19	87±16	340±34
0 / 90	123±10	155±25	131±11	364±50

Tabla 1. Energías de deslaminación (J/m^2) en función de la orientación de las láminas. AS4/3501-6

Orientación	G_{Ic}^{NL}	G_{Ic}^{VIS}	$G_{Ic}^{5\%}$	$G_I(max)$
0 / 0	226±25	227±26	226±25	302±13
0 / 45	161±22	185±20	174±20	363±51
0 / 90	173±20	106±28	193±27	720±93

Tabla 2. Energías de deslaminación (J/m^2) en función de la orientación de las láminas. Compuesto IM7/8552

Queremos destacar que como, por un lado, no resulta fácil definir sobre el gráfico de ensayo el punto de pérdida de la linealidad (NL) y por otro, el método visual proporciona valores de G_{Ic} un tanto dispersos en virtud de la dificultad que se encuentra en la práctica experimental a la hora de estimar este momento y dado que otros autores han demostrado que la deslaminación se inicia antes en el centro de las probetas DCB que en sus laterales [5,7], consideramos que el método del 5% es el más adecuado para definir el parámetro crítico G_{Ic} , aunque corresponderá siempre a valores Δa mayores que cero (es además el método que, en general, muestra la menor dispersión de resultados).

Las anteriores tablas muestran que mientras la orientación de las dos láminas adyacentes al plano de la deslaminación no parece influir demasiado en la energía necesaria para iniciar el crecimiento de ésta (existe una importante dispersión, inherente a este tipo de ensayos), sin embargo, los valores máximos de la energía necesaria para hacer crecer la grieta son mucho mayores cuando una de las láminas adyacentes tiene una orientación de 45 o 90°. Por otro lado, las energías de

deslaminación son apreciablemente mayores en el composite IM7/8552, que era el que se había fabricado utilizando la resina epoxi más tenaz.

Por otro lado, se ha procedido también a caracterizar el proceso completo de fractura por deslaminación de ambos materiales y obtener las curvas de resistencia o curvas R, que expresan la variación de G_I en el transcurso del crecimiento de la deslaminación. Las Figuras 2 y 3 exponen las curvas obtenidas.

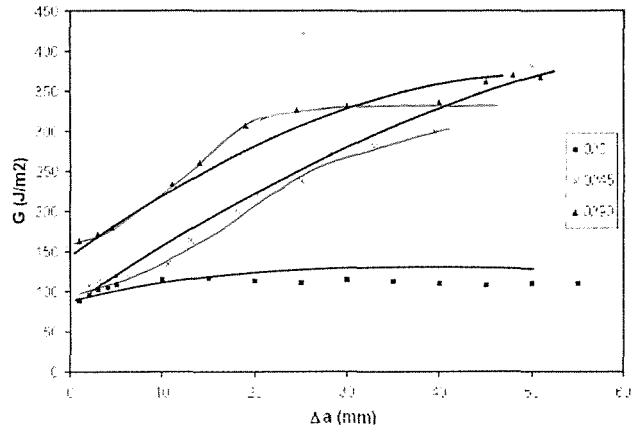


Fig. 2. Influencia de la orientación de las láminas en las curvas R (Compuesto AS4/3501-6)

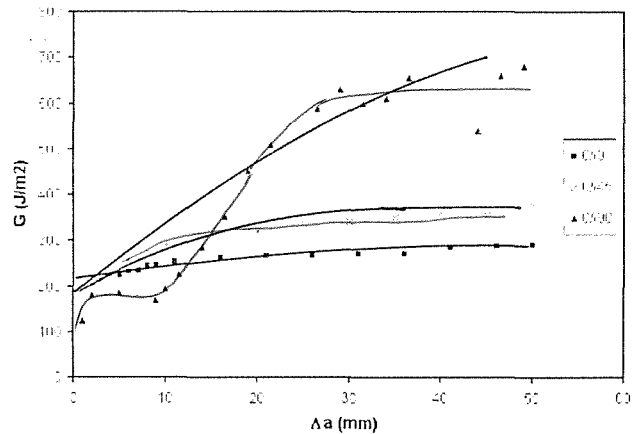


Fig.3. Influencia de la orientación de las láminas en las curvas R (Compuesto IM7/8552)

Cuando la deslaminación crece entre láminas a 0°, se aprecia una primera zona ascendente y una estabilización posterior, mientras que cuando la deslaminación avanza entre láminas 0/45 o 0/90, la curva R es continuamente ascendente. Esta diferenciado comportamiento se debe en estos últimos supuestos a desviaciones del plano de deslaminación inicial y a la existencia de puentes de fibras entre las dos semiprobetas. Similares observaciones han realizado otros investigadores [8,9, 10, 11], en el sentido de que la energía necesaria para hacer avanzar la deslaminación depende de la orientación de las láminas adyacentes, constatándose que mientras la superficie de deslaminación es coplanar, uniforme y muy poco rugosa entre láminas a 0°, sin embargo, cuando la

orientación de una de las láminas es de 45 o 90°, se observan ramificaciones de la grieta inicial y desviaciones de ésta hacia otras láminas próximas, lo que conlleva un aumento considerable de la energía necesaria para hacer avanzar la grieta.

3.2. Análisis fractográfico

El primer aspecto que se destaca cuando se observan las superficies de fractura de estas probetas en el microscopio electrónico de barrido es que mientras el crecimiento de la deslaminación entre las láminas a 0° siempre tiene lugar en el plano de la deslaminación inicial, cuando la deslaminación crece entre láminas de diferente orientación (0/45 y 0/90) ocurren abundantes desviaciones del plano original que originan importantes incrementos de la energía necesaria para la propagación [6]. En las Figuras 4 y 5 se reflejan con claridad las típicas desviaciones del plano original de deslaminación que se han observado en las probetas donde la deslaminación crecía entre láminas 0/45 y 0/90.

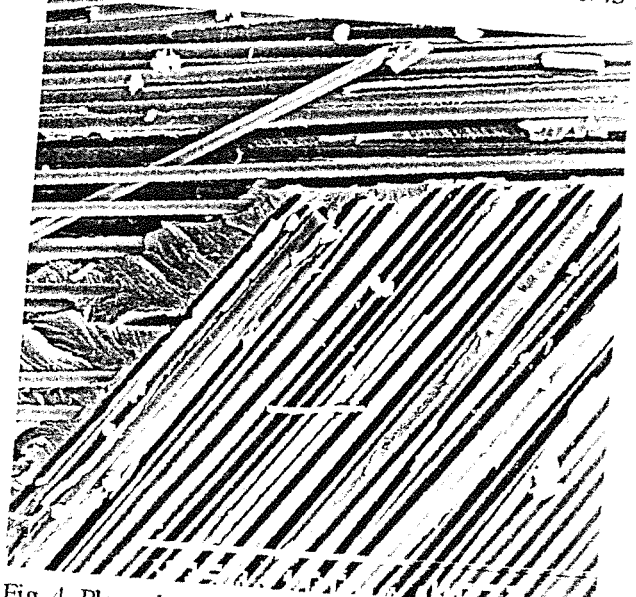


Fig. 4. Plano de deslaminación entre láminas 0/45

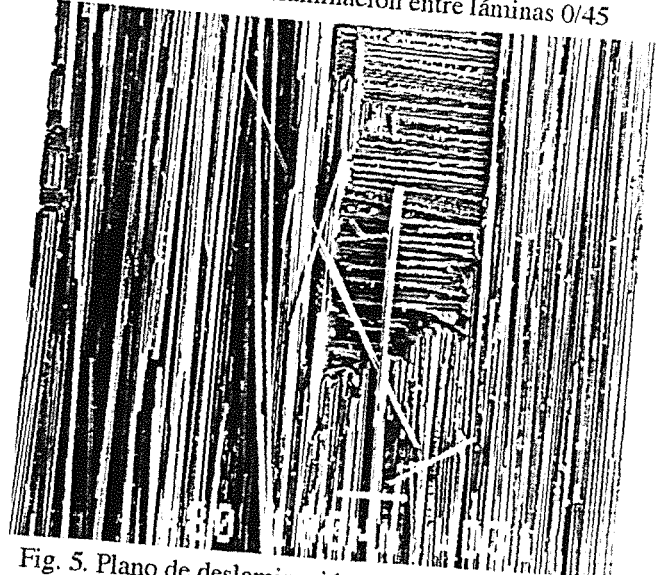


Fig. 5. Plano de deslaminación entre láminas 0/90

Las Figuras 6 y 7 muestran, bajo un mismo número de aumentos, el aspecto general de la superficie deslaminada entre capas a 0° de los dos materiales utilizados. Queremos destacar la marcada diferencia en cuanto al porcentaje de área de fractura ocupada por fibras en cada caso, lo que refleja evidentes diferencias en la adherencia fibra-matriz y en la tenacidad de la matriz entre los dos materiales: el composite AS4/3501-6 muestra una excelente adherencia entre la fibra y la matriz, de tal manera que la fractura se produce preponderantemente a través de la matriz, frágil; por otro lado, la matriz del composite IM7/8552 es mucho más tenaz y su deslaminación tiene lugar mayoritariamente por rotura de la intercara fibra-matriz.

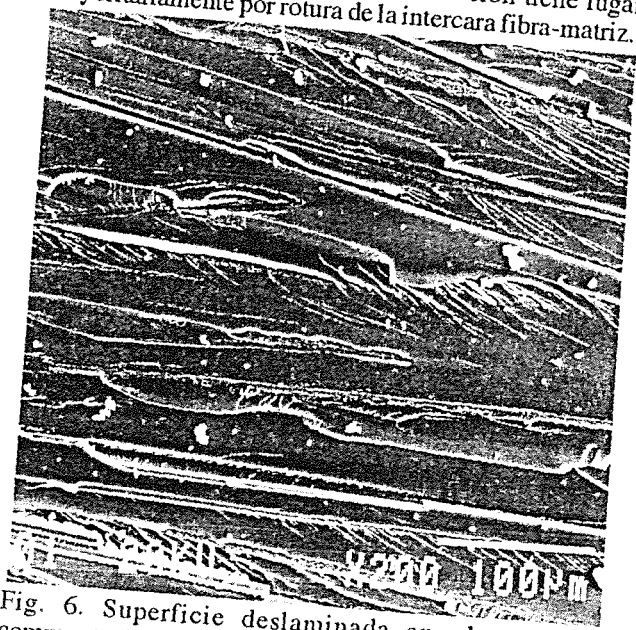


Fig. 6. Superficie deslaminada en el material compuesto AS4/3501-6 (0°/0°)

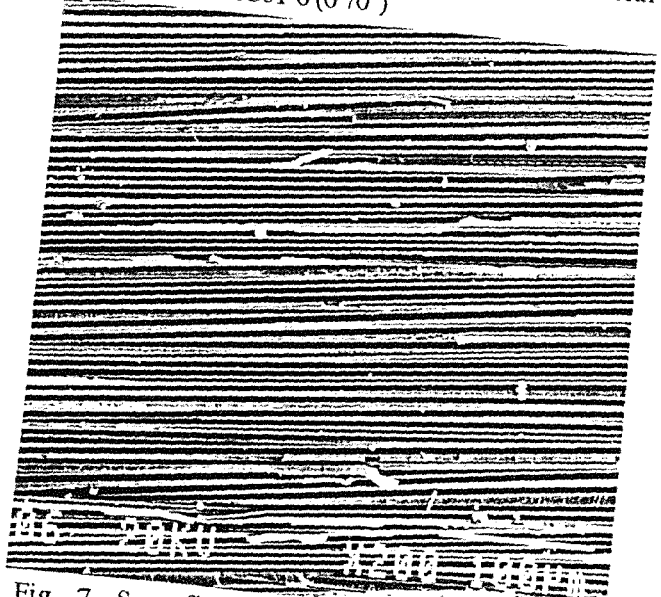


Fig. 7. Superficie deslaminada en el material compuesto IM7/8552 (0°/0°)

Las Figuras 8 y 9 muestran estos mismos aspectos más nítidamente. La Figura 8 da cuenta de la fragilidad de la resina epoxi 3501-6 y de la excelente adherencia

existente entre esta resina y las fibras de carbono AS4 (la superficie de las fibras aparece siempre recubierta de una fina capa de resina). Por el contrario, la Figura 9 refleja la rotura, mucho más dúctil, (con amplia deformación) de la resina epoxi modificada, tipo 8552 y la mala adherencia existente entre fibra y matriz en este material compuesto (obsérvese el aspecto extremadamente liso tanto de las fibras como de las improntas que dejan en la matriz).

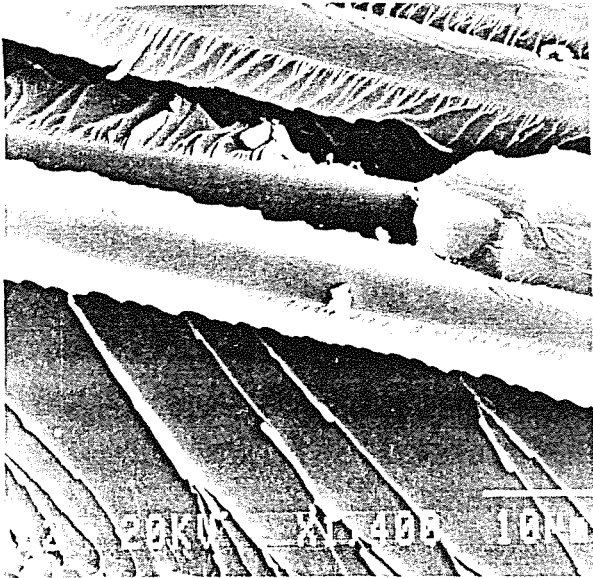


Fig. 8. Detalle de la fractura del material compuesto AS4/3501-6

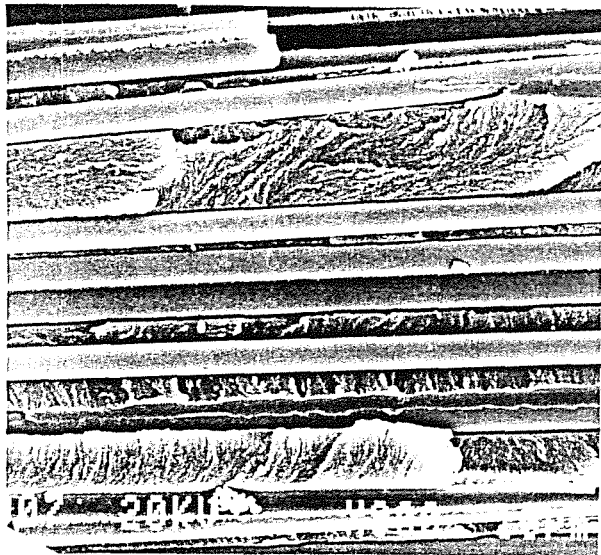


Fig. 9. Detalle de la fractura del material compuesto IM7/8552

4. CONCLUSIONES

Se destacan finalmente la siguientes conclusiones:

El método de cálculo del parámetro crítico que define el inicio del avance de la deslaminación, G_{Ic} , basado en la pérdida de un 5% de rigidez es el que proporciona los mejores resultados.

Mientras los valores de la energía necesaria para iniciar el crecimiento de la deslaminación no parecen depender en gran medida de la orientación de las láminas adyacentes, sin embargo, la energía necesaria para hacer crecer la deslaminación es apreciablemente mayor cuando ésta progresa entre una lámina de 0° y otra de 45° o 90° , lo que se justifica en virtud de que la grieta se devía del plano original, se ramifica, y consecuentemente, se forman puentes de fibras uniendo las dos semiprobetas, hechos todos éstos que dificultan el avance de aquella.

Por otro lado, el composite AS4/3501-6 muestra una excelente adherencia entre su fibra y matriz, de tal manera que la fractura se produce preponderantemente a través de la matriz, frágil; por otro lado, la matriz del composite IM7/8552 es mucho más tenaz y su deslaminación tiene lugar mayoritariamente por rotura de la intercara fibra-matriz.

5. REFERENCIAS

- [1] Carlsson L.A. y Gillespie J.W., "Mode-II interlaminar fracture of composites", Applications of Fracture Mechanics to Composite Materials, Elsevier Science Pub., 135-144 (1989).
- [2] O'Brien T.K., "Delamination of composite materials", Fatigue of Composite Materials, Elsevier Science Pub., 181-198 (1990).
- [3] ASTM D5528, "Standard test method for mode I interlaminar fracture toughness of unidirectional fibre-reinforced polymer matrix composites", Annual Book of ASTM Standards, Vol. 14.02, 272-281 (1994)
- [4] Davies P., "Protocols for interlaminar fracture testing of composites", European Structural Integrity Society, Polymers & Composites Task Group (1993).
- [5] O'Brien T.K. y Martin R.H., "Round robin testing for Mode-I interlaminar fracture toughness of composite materials", J. Composite Tech. & Res., 15, Num. 4, 269-281 (1993).
- [6] Barrientos V. y Belzunce F.J., "Resistencia a la deslaminación de composites carbono-epoxi (AS4/3501-6) de uso aeronautico", II Congreso Nacional de Materiales Compuestos, Madrid, 296-304, (Nov. 1997).
- [7] Hojo M., Kageyama K. y Tanaka K., "Prestandardization study on mode I interlaminar fracture toughness test for CFRP in Japan", Composites, 26, Num.4, 243-255 (1995).
- [8] Laksimi A. y otros, "Mode I interlaminar fracture of symmetrical cross-ply composites", Composites Science and Technology, 41, 147-164 (1991)

[9] Sela N. e Ishai O., "Interlaminar fracture toughness and toughening of laminated composite materials: a review", Composites, 20, Num. 5, 423-435 (1989)

[10] Robinson P. y Song D.Q., "A modified DCB specimen for Mode I testing of multidirectional laminates", J. Composite Materials, 26, 11, 1554-1577 (1992)

[11] Lucas P.J., "Delamination fracture: Effect of fibre orientation on fracture of a continuous fibre composite laminate", Eng. Fracture Mechanics, 42,3, 543-561 (1992)

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos al Area de Materiales Compuestos del INTA la laminación y curado de los paneles, así como el corte y mecanizado de todas las probetas ensayadas. Queremos igualmente agradecer a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología la financiación concedida para la ejecución del Proyecto de Investigación MAT95-0613, que nos ha permitido realizar y presentar este trabajo.