

EFECTO DEL CONTENIDO DE HUMEDAD EN EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE LA POLIAMIDA 6 REFORZADA CON FIBRA DE VIDRIO

I. Carrascal, J.A. Casado, J.A. Polanco, F. Gutiérrez-Solana y L. Sánchez

Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales
Universidad de Cantabria

E.T.S. Ing. Caminos, Canales y Puertos. Avda. Los Castros s/n, 39005. Santander

Resumen. La poliamida (PA) 6 reforzada con fibra de vidrio se emplea, entre otras aplicaciones, para inyectar piezas de alta responsabilidad de sujeciones de vía de ferrocarril. Su carácter higroscópico le hace susceptible de sufrir variaciones considerables, tanto dimensionales como de sus propiedades mecánicas, al ser capaz de absorber humedad durante su normal funcionamiento.

En este trabajo se presenta la caracterización mecánica en fatiga de la PA 6, con diferentes contenidos de humedad, reforzada con fibra corta de vidrio (35% en peso) e inyectada en probetas halteras normalizadas sometidas a cargas dinámicas alternas de tracción. Asimismo, se realiza un exhaustivo estudio fractográfico sobre las superficies de fractura de las probetas ensayadas, por medio de técnicas de microscopía electrónica de barrido.

Abstract. Fibre-glass reinforced Polyamide (PA) 6 is used, among other applications, for injecting high responsibility parts in railway fastenings. Its hygroscopic nature makes it susceptible to suffering dimensional variations and important changes in its mechanical characteristics due to its ability to absorb moisture.

This work presents the fatigue characterization with different moisture contents of PA 6 reinforced with short fibre glass (35% by weight) and injected into normalized tensile strength specimens subjected to alternate dynamic tensile loading. An exhaustive fractographic study was also performed on the fracture surfaces of the tested specimens using scanning electron microscope techniques.

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVO

En las moléculas de PA el carácter fuertemente polar de los grupos amida origina fuertes atracciones entre grupos análogos consecutivos, estableciéndose puentes de hidrógeno entre moléculas contiguas alineadas. La existencia de estos puentes originan la absorción de agua exclusivamente en grupos que quedan en zonas amorfas, sustituyendo el puente amida-amida por el de amida-agua [1].

Este carácter higroscópico de la PA 6 puede afectar a las propiedades mecánicas de componentes estructurales de alta responsabilidad inyectadas con dicho material, como es el caso de las piezas aislantes de sujeción de vía de ferrocarril que, entre otras sollicitaciones, se encuentran sometidas a variaciones cíclicas de tensión o deformación que podrían originar su fallo por fatiga en servicio.

La absorción de agua en la PA 6 varía según el estado de las condiciones ambientales, incrementándose con el aumento de la temperatura y de la humedad relativa. En condiciones de equilibrio a 20°C en atmósfera controlada del 35% de humedad relativa se consigue un contenido de humedad próximo al 2%, pudiendo modificarse hasta el 10.2% después de una inmersión en agua a 23°C durante 160 días. La cantidad de humedad absorbida disminuirá con el contenido en fibra de vidrio del material compuesto. Si la PA 6 se refuerza con un 40% de fibra de vidrio, en las mismas condiciones

anteriores, sólo se conseguirá un contenido de humedad del 4.6% [2].

La posibilidad de que un elemento estructural inyectado con PA 6 reforzada con fibra de vidrio absorba agua bajo condiciones ambientales de trabajo, impulsó la realización de un estudio estadístico sobre piezas aislantes de sujeción de vía de ferrocarril procedentes de diferentes puntos geográficos del territorio español. Los resultados del citado estudio se presentan en la figura 1, hallándose valores del contenido de humedad, H(%), comprendidos entre 1.74 y 2.83%.

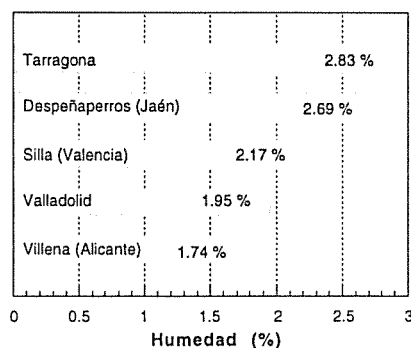


Fig. 1. Variación del contenido de humedad

El objetivo de este trabajo es caracterizar el comportamiento en fatiga de la PA 6 reforzada con fibra de vidrio en función de la humedad que contiene, variable con las condiciones ambientales.

2. MATERIAL ENSAYADO

Para el desarrollo del presente estudio se empleó PA 6 reforzada con un 35% en peso de fibra corta de vidrio con diferentes contenidos de humedad.

El material se inyectó en probetas de tracción normalizadas (halteras) de 40.4 mm² de sección, con la geometría establecida según norma UNE 53.280-79 [3], de forma que la fibra corta de vidrio se orientó paralelamente al eje longitudinal de las mismas.

A tenor de los resultados observados en la figura 1, se estudió el comportamiento del material bajo cuatro cantidades diferentes de agua absorbida: 0, 1, 2 y 3%. Para dotar a las probetas con estos grados de humedad, previamente se sometieron a un tratamiento de secado en estufa a 90°C durante 9 días y, posteriormente, se introdujeron en un baño de agua a 40°C del que se extrajeron a medida que adquirían el contenido de humedad deseado. Durante el estudio las probetas se mantuvieron almacenadas en bolsas herméticamente cerradas a fin de preservar su contenido de humedad.

3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

Previamente a la caracterización en fatiga se realizaron ensayos convencionales de tracción y de impacto a la tracción a fin de establecer la variación de los parámetros mecánicos en régimen estático y dinámico en función del contenido de humedad presente en el seno del material.

Para la caracterización dinámica en fatiga se realizaron dos tipos de ensayos diferentes:

- Ensayo Locati [4]
- Ensayo de fatiga convencional sobre probeta entallada.

La metodología del ensayo Locati consiste en aplicar una fuerza máxima escalonada y creciente a partir de un valor inferior al límite de fatiga, durante un número constante de ciclos a una frecuencia determinada. En este estudio se aplicaron bloques de ondas senoidales de 20.000 ciclos a la frecuencia de 5 Hz. La carga mínima se mantuvo constante en todos los ensayos e igual a 0.3 kN (7.42 MPa). Por otro lado, la carga máxima se incrementó en 0.2 kN para cada escalón de carga desde el valor inicial de 2.4 kN. La figura 2 indica esquemáticamente cómo varía la fuerza aplicada en cada escalón o bloque de carga.

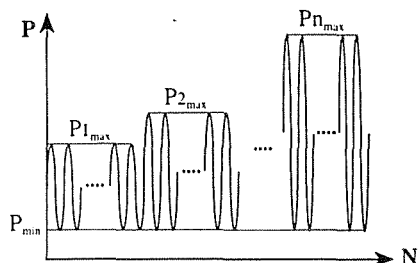


Fig. 2. Variación de la carga aplicada

Este tipo de ensayo se presenta como alternativa a la curva de Wöhler, permitiendo estimar de forma rápida, con único ensayo, el límite de durancia del componente en estudio. Asimismo, permite comparar

cómodamente los diferentes parámetros dinámicos determinados en cada uno de los ensayos realizados.

La tabla 1 muestra de forma resumida los parámetros empleados en este ensayo. En la misma se indica el número del escalón de carga aplicado, la fuerza y la tensión máxima (P_{max} , σ_{max}), la fuerza y la tensión media (P_m , σ_m) y la amplitud de la fuerza y de la tensión aplicadas (P_a , σ_a).

Tabla 1. Parámetros empleados en el ensayo Locati

Esc.	Intervalo Ciclo·(10 ³)	P_{max} (kN)	σ_{max} (MPa)	P_m (kN)	σ_m (MPa)	P_a (kN)	σ_a (MPa)
1	0-20	2.4	59.41	1.35	33.42	1.05	26.00
2	20-40	2.6	64.35	1.45	35.89	1.15	28.47
3	40-60	2.8	69.31	1.55	38.37	1.25	30.94
4	60-80	3.0	74.26	1.65	40.84	1.35	33.42
5	80-100	3.2	79.21	1.75	43.32	1.45	35.89
6	100-120	3.4	84.16	1.85	45.79	1.55	38.37
7	120-140	3.6	89.11	1.95	48.27	1.65	40.84
8	140-160	3.8	94.06	2.05	50.74	1.75	43.32
9	160-180	4.0	99.01	2.15	53.22	1.85	45.79
10	180-200	4.2	104.0	2.25	55.69	1.95	48.27

Con el propósito de conocer la evolución continua de la temperatura de la probeta a lo largo del ensayo se colocó un termopar que incorpora una resistencia sensitiva en contacto con la superficie del material.

Por otro lado, se realizaron ensayos de fatiga sobre probetas entalladas con la finalidad de estudiar la influencia del contenido de humedad en el mecanismo de propagación de fisuras. Para ello, se aplicaron ondas senoidales de amplitud constante entre valores de 0.3 y 1.9 kN con una frecuencia de 5 Hz.

Las entallas se realizaron empleando una cuchilla incorporada al pistón de una máquina de ensayo, para obtener una profundidad de entalla controlada, próxima a los 2 mm.

Por último, sobre la superficie de rotura de las probetas ensayadas se realizó un análisis fractográfico por medio de técnicas de microscopía electrónica de barrido (MEB).

Para la realización de los ensayos se empleó una máquina universal de ensayo servohidráulica INSTRON 8501, de 100 kN de capacidad y un equipo de extensometría del mismo fabricante de 12.5 mm de base nominal y ± 5 mm de recorrido. Las condiciones ambientales de temperatura y humedad relativa se mantuvieron entre los intervalos de $20 \pm 2^\circ\text{C}$ y $65 \pm 5\%$, respectivamente, durante la totalidad de los ensayos.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1. Ensayos de tracción e impacto a la tracción

Las figuras 3 y 4 muestran los registros tensión (σ)-deformación (ϵ) obtenidos en los ensayos de tracción e impacto a la tracción. En régimen estático el aumento de humedad provoca una flexibilización del material (caída del módulo de elasticidad, E) y una disminución del límite elástico y de la resistencia a la rotura,

mientras que la deformación en rotura aumenta considerablemente. En régimen dinámico, se observan las mismas pautas de comportamiento, aunque la capacidad de deformación es prácticamente independiente de la humedad.

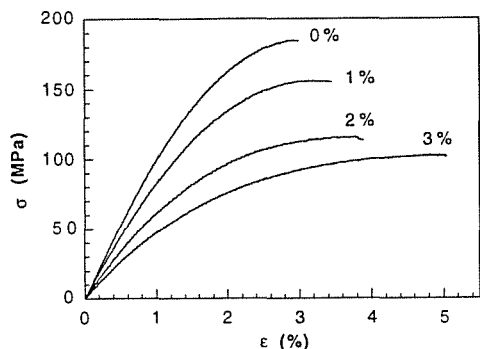


Fig. 3. Ensayo de tracción

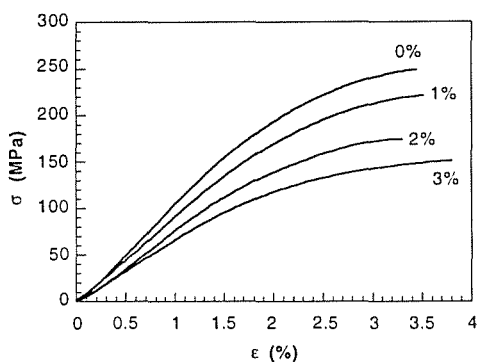


Fig. 4. Ensayo de impacto a la tracción

En el gráfico de la figura 5 se representa la variación porcentual de los parámetros mecánicos (estáticos y dinámicos) medidos anteriormente con respecto a los valores obtenidos para la condición H=0%. Se observa para H=1% una variación de los parámetros en torno al 15%, para H=2% cercanas al 35%, mientras que para H=3% existe una mayor dispersión, registrándose un intervalo de variación entre el 40 y el 60%.

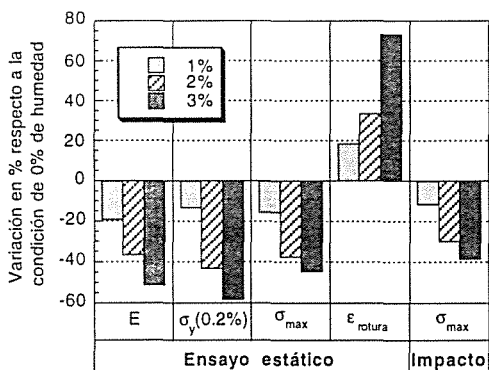


Fig. 5. Variación de parámetros respecto a H = 0%

4.2. Ensayos Locati

En los ensayos realizados se registraron datos de ondas completas cada 500 ciclos, almacenándose 50 puntos por onda de carga y de deformación, además de la temperatura, permitiendo representar la evolución de

todos los parámetros a lo largo del ensayo. En la figura 6 se muestra el progreso de las deformaciones medias (ϵ_m) y de las amplitudes de deformación (ϵ_a), así como el de la temperatura con el número de ciclos aplicado para cada uno de los contenidos de humedad estudiados.

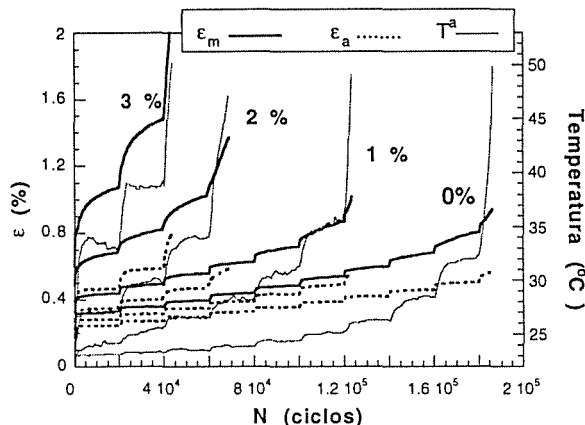


Fig. 6. Ensayo Locati

Según se observa existe un escalón de carga crítica para cada una de las humedades a partir del cual los valores de los parámetros medidos pierden su estabilidad y crecen con una velocidad crítica que precede a la rotura de la muestra. Para la condición H=3% existe una clara tendencia al fallo en el primer escalón, por lo que se realiza un nuevo ensayo Locati, para este caso, comenzando dos escalones por debajo, es decir, con cargas máximas de 2 y 2.2 kN.

Se comprobó que la aplicación de dos nuevos escalones influye, ligeramente, sobre la deformación media, mientras que la temperatura y la amplitud permanecieron inalteradas. Por lo tanto, se consideró el primer bloque como escalón de carga crítica debido a que la deformación media en el segundo es muy elevada.

De este modo, es posible establecer a partir de las consideraciones previas un nivel de variaciones de tensiones crítico, $\Delta\sigma_c$, que determina el valor de la resistencia a la fatiga del material.

Los resultados obtenidos en los ensayos Locati se resumen en la tabla 2, donde se indican con el subíndice "c" los parámetros críticos de $\Delta\sigma$, T, ϵ_m y ϵ_a .

Tabla 2. Resumen ensayo Locati

H (%)	$\Delta\sigma_c$ (MPa)	T_c (°C)	$\epsilon_{m,c}$ (%)	$\epsilon_{a,c}$ (%)
0	86.63	28.5	0.65	0.45
1	71.78	30.5	0.70	0.42
2	56.93	30.0	0.80	0.55
3	42.08	27.5	0.75	0.35

La variación de la tensión crítica o del límite de durancia estimado es lineal respecto al contenido de humedad expresado en %. En la figura 7 se muestra dicha variación así como la ecuación que rige dicho comportamiento. Esta relación podrá extrapolarse hasta la condición de saturación próxima al 5%.

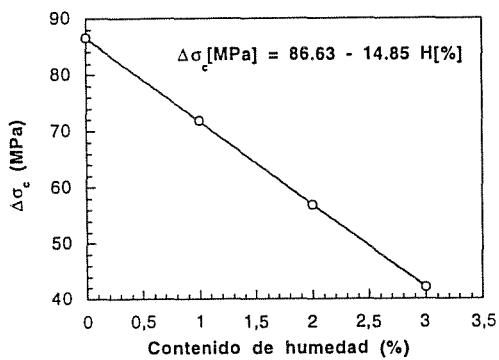


Fig. 7. Variación del $\Delta\sigma_c$ en función de H

A la vista de los resultados, tanto la deformación como la temperatura son parámetros que establecen un índice de fallo. La deformación media crítica se situó en torno al 0.7% y la amplitud alrededor del 0.45%. En cuanto a la temperatura máxima, ésta rondó los 30°C, correspondiéndose con la temperatura de transición vítrea, T_g , que para la PA 6 se sitúa entre 25 y 30°C. Sin embargo una disminución en el contenido de humedad incrementa la T_g , llegando a alcanzar los 60°C, característica que no se refleja en los resultados obtenidos del ensayo Locati.

Es interesante analizar la evolución de relación fuerza-deformación a medida que transcurre el ensayo. En el proceso de carga y descarga se produce una histéresis creciente con el número de ciclos según se muestra en la figura 8 para el caso H = 3%.

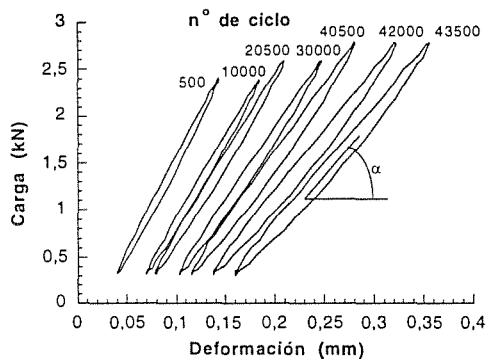


Fig. 8. Evolución de los ciclos de carga

Se comprueba que a medida que transcurre el ensayo el área encerrada por los bucles es más grande, están más distanciados del origen y su inclinación se hace más acusada. La separación entre los bucles marca la deformación remanente o la evolución de la deformación media y la inclinación ($\tan \alpha$) indica la amplitud de la onda de deformación. La evolución de estos dos parámetros es similar a la establecida en la figura 6. Por otro lado, el bucle representa una energía, es decir, el trabajo absorbido en el material en un ciclo de tensión. Una parte de esta energía se utiliza en producir una ligera deformación plástica o remanente y la otra se disipa en forma de calor. Esta energía perdida en forma de calor se relaciona con la fricción interna del material y el amortiguamiento interno elevando la temperatura de la probeta [5]. Si se representa en un gráfico la evolución de la temperatura y el área de los bucles

frente al número de ciclos se puede observar una total coincidencia en su evolución según se advierte en la figura 9.

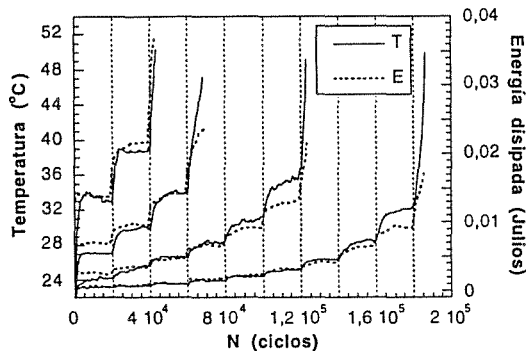


Fig. 9. Equivalencia entre T y energía disipada

4.3. Ensayos de fatiga sobre probeta entallada

En la figura 10 se representa la evolución de la deformación en el material con el número de ciclos aplicado en función de su grado de humedad. Los resultados indican una disminución de la vida en fatiga del material al aumentar su contenido de humedad, como previamente se observó en los ensayos Locati realizados sobre probetas no entalladas.

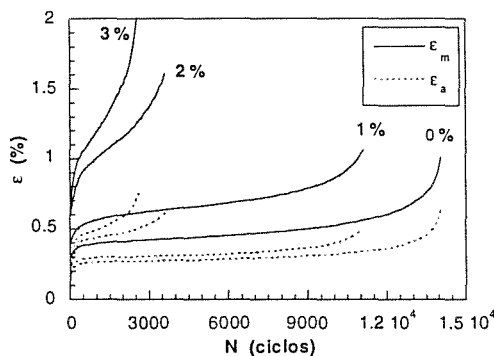


Fig. 10. Fatiga sobre probeta entallada

4.4. Propagación

La macrografía de la figura 11 muestra las superficies de fractura de cuatro probetas entalladas con diferentes contenidos de humedad y el nº de ciclos de rotura (N_R) de cada una de ellas.

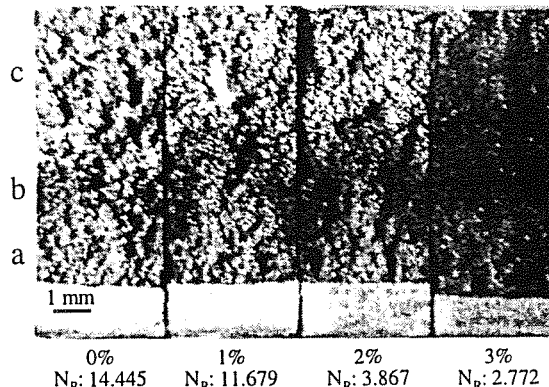


Fig. 11. Macrografía de las superficies de rotura

Como se puede apreciar aparecen tres zonas claramente diferenciadas a simple vista por su tonalidad. Estas zonas serán denominadas "a", "b" y "c" empezando por la contigua a la entalla.

Para comprender mejor la morfología de cada una de estas zonas se seguirá el esquema de las figuras 12 y 13 en las que se muestra una evolución de las superficies en función de la curva de comportamiento ϵ - N y el aspecto final de dichas zonas tras la rotura.

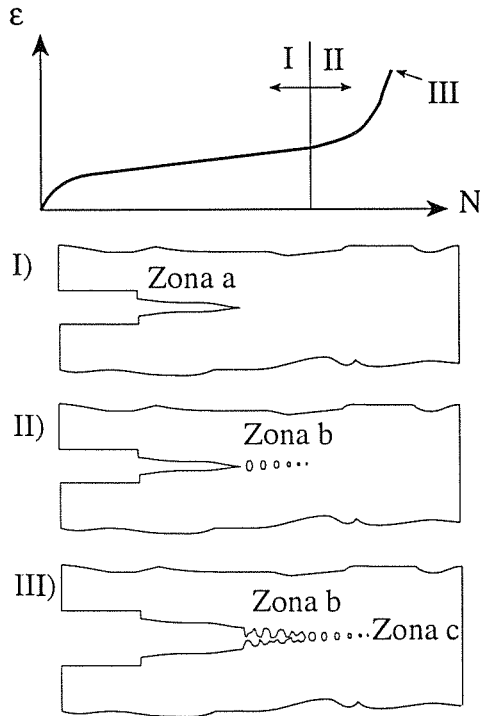


Fig. 12. Esquema de formación de las diferentes zonas

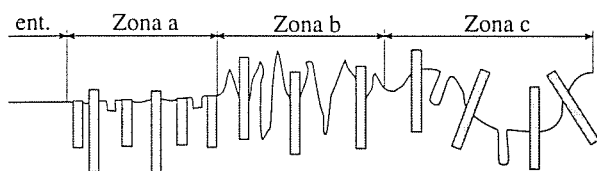


Fig. 13. Esquema de las diferentes zonas de rotura

La morfología de la **zona a** corresponde a la primera parte de la curva de la figura 12, es decir, al tramo donde la pendiente de la misma se mantiene constante (I). Se trata de un crecimiento de fisura lento que poco a poco va agotando la sección recta de la probeta. Como puede observarse en las figuras 13 y 14, esta zona se corresponde con una superficie de rotura más bien lisa, con poco relieve, en la que la matriz está muy poco deformada y las fibras aparecen rotas en el plano de la fisura o arrancadas, presentando una escasa longitud al descubierto. En la probeta con $H = 3\%$ esta zona es prácticamente inapreciable, aumentando su tamaño conforme disminuye H , alcanzando el máximo en la probeta seca.

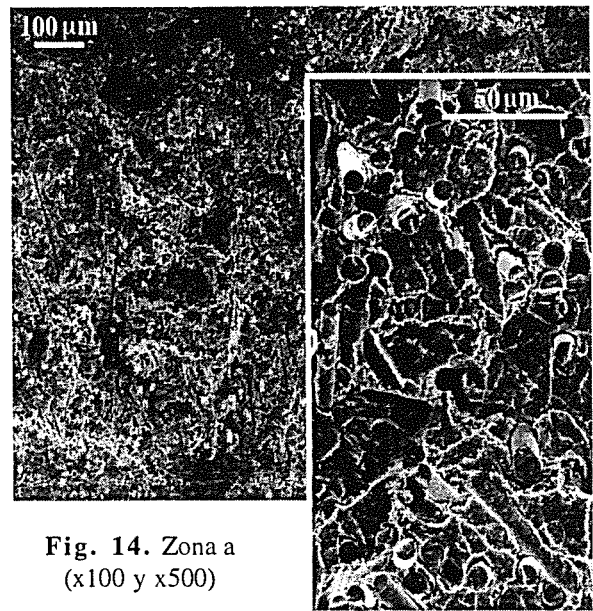


Fig. 14. Zona a (x100 y x500)

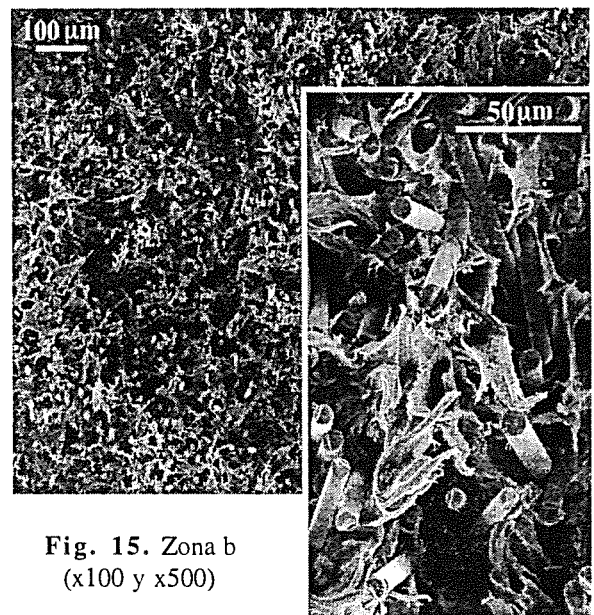


Fig. 15. Zona b (x100 y x500)

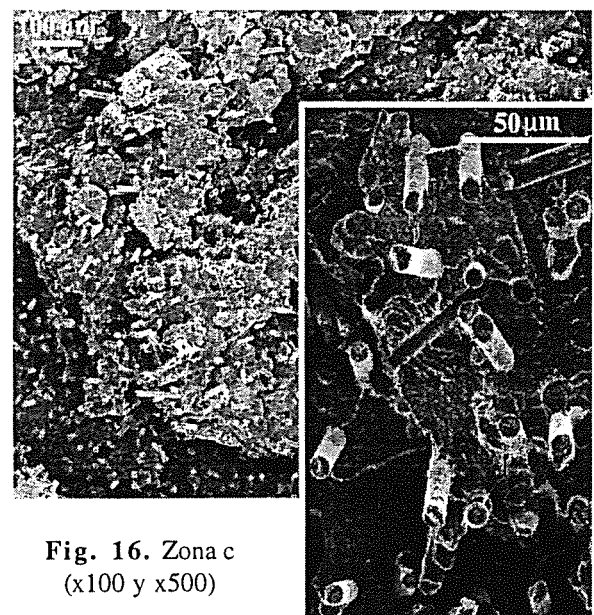


Fig. 16. Zona c (x100 y x500)

La **zona b** se corresponde con el tramo II de la curva de la figura 12, donde la pendiente se hace creciente. Su desarrollo se genera a partir de pequeños huecos que aparecen en el fondo de fisura según se esquematiza en dicha figura, dando lugar a la creación de pseudo-fisuras o "crazes". La coalescencia de las mismas debilita el ligamento resistente (fisura cohesiva), provocando deformaciones elevadas acompañadas de aumentos en la temperatura, debido al mayor estiramiento de las cadenas moleculares, que provoca que el material se torne más blando y deformable. Este ciclo termina con la rotura del material. Como se observa en las figuras 13 y 15, el aspecto característico de la superficie de rotura presenta una matriz muy deformada. Por otro lado, las fibras aparecen enteras y sin restos de interfase adherida a su superficie. Esta morfología, por lo general, no aparece en las probetas secas, mientras que en las húmedas ocupa prácticamente la totalidad de la superficie. Este fenómeno puede favorecerse por el efecto dañino que la humedad ejerce sobre la interfase fibra-matriz, reduciendo el efecto reforzante de las fibras al disminuir su adherencia con la matriz [6].

La **zona c** es la zona última o de rotura y sobreviene cuando los huecos generados en la zona b son lo suficientemente grandes como para que la sección neta no resista las cargas aplicadas. Esta zona es muy parecida morfológicamente a la zona a, en cuanto que la matriz se rompe frágilmente. La diferencia radica en que esta rotura se produce en un único ciclo y el relieve de la fractura es un poco más acusado, mostrando varios planos de rotura. Las fibras no aparecen rotas, sino que se han desgarrado de la matriz, apareciendo con mayor longitud visible que en la zona a. Del mismo modo, los huecos se manifiestan con mayor profundidad.

5. CONCLUSIONES

El desarrollo del estudio realizado sobre el material de PA 6 reforzado con fibra de vidrio permite establecer las siguientes consideraciones:

- Su carácter higroscópico provoca variaciones en sus dimensiones y en sus propiedades mecánicas.
- El aumento de humedad provoca que su resistencia a la tracción y al impacto disminuyan, al igual que su rigidez, incrementando su deformación en rotura.
- La presencia de humedad reduce su tiempo de vida en fatiga, de tal modo que su límite de durancia disminuye linealmente con el aumento de dicho parámetro.
- El comportamiento mecánico en fatiga de la PA 6 está biunívocamente relacionado con la variación térmica sufrida por el material, debido al carácter termoplástico del mismo. Cuando el material alcanza valores de temperatura próximos al de la T_g , sufre una variación importante en sus propiedades mecánicas.

- La superficie de fractura del material ensayado a fatiga presenta tres zonas diferentes:

- Zona a: superficie que presenta una morfología de aspecto frágil, cuya extensión aumenta al descender el contenido de humedad.
- Zona b: superficie de aspecto dúctil generada a partir del desarrollo de una fisura cohesiva, cuya extensión disminuye, o no existe, al descender el contenido de humedad.
- Zona c: es la zona de rotura producida en el último ciclo y morfológicamente es similar a la zona a, presentando en este caso un aspecto de desgarro. En probetas con humedad abundante esta zona es muy pequeña.

6. AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo desean expresar su más sincera gratitud a la CICYT (Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología) por la subvención del proyecto MAT 96-0568 "Criterios de selección de polímeros, con y sin refuerzo de fibras, resistentes a fatiga e impacto".

Asimismo, se hace extensivo el agradecimiento a las empresas D.S.M., RENFE y TIFSA.

7. REFERENCIAS

- [1] Ramos, M.A.; De María, M.R. "Ingeniería de los materiales plásticos". Madrid, 1988.
- [2] Charles, R. and Bauer, R.: "Moisture-related failure". Engineering Plastics. Vol 2. Engineered Materials Handbook. ASM International Ohio, 1988.
- [3] UNE 53.280-79. Marzo, 1977. "Determinación de las propiedades en tracción".
- [4] Casado, J.A.; Polanco, J.A.; Carrascal, I. y Gutiérrez-Solana, F. "Application of the Locati method to material selection for reinforced polymeric parts subjected to fatigue". Proceedings of the International Conference on Fatigue of Composites. 454-461. Paris, 1997.
- [5] Aviles, R.: "Fatiga de Materiales en el diseño y análisis mecánico". Bilbao, 1993.
- [6] Hull, D.: "Materiales Compuestos". Barcelona, 1987.