

**ESTUDIO DEL FENOMENO DE DESLAMINACION EN LAMINADOS DE USO AERONAUTICO TIPO AS4/3501-6**

F. J. Belzunce

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

**Resumen.** Se ha realizado el estudio experimental del comportamiento a deslaminación del material compuesto epoxi-carbono AS4/3501-6, para lo que se han preparado paneles unidireccionales, en los que se ha variado la orientación de una de las láminas entre las que se hace crecer la deslaminación desde un inserto artificial colocado durante la fabricación del panel. Se ha modificado igualmente la situación del plano del inserto en la dirección del espesor (centrado y descentrado) y también se han ensayado laminados multilaminares, tanto simétricos como asimétricos. Se ha determinado la influencia de todas las variables citadas en la energía necesaria para iniciar el crecimiento de la deslaminación  $G_c$  y en las curvas de resistencia o curvas R ( $G-\Delta a$ ), tanto en Modo I (probetas DCB) como en Modo II (Probetas ENF), valorándose igualmente los micromecanismos de fractura operativos, para lo que se ha utilizado la microscopía electrónica de barrido.

**Abstract.** The experimental determination of the energy required to the initiation and growth of an artificial delamination in a carbon/epoxi composite AS4/3501-6 has been calculated. Different panels where the orientation of the layers adyacent to the delamination plane have been prepared. The situation of the delamination plane along the thickness of the panel has also been modified. Finally, simetric and asimetric multilaminar laminates have also been tested. The influence of all these factors on the energy required to initiate the delamination growth  $G_c$  and on the resistance curves, R-curves ( $G-\Delta a$ ), under Mode I and Mode II, have been determined using respectively DCB and ENF specimens. Fracture micromechanisms have been evaluated using scanning electric microscopy.

**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 laminados 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 sollicitaciones de servicio (cargas de compresión, fatiga, impactos, etc.). Estos defectos 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 su fallo estructural [2].

En este trabajo se ha procedido a la determinación experimental de los parámetros críticos de fractura (energía de inicio del crecimiento de la deslaminación,  $G_c$  y curvas de resistencia  $G-\Delta a$ ) en un material compuesto epoxi-carbono unidireccional comercial, en el que se ha introducido, ya en la fase de fabricación del panel, una deslaminación artificial (inserto),

valorándose la influencia de la orientación y situación de las láminas entre las que crece la deslaminación, bajo Modos de carga I y II. Para la determinación de los citados parámetros se han utilizado probetas tipo DCB para aplicar un Modo I de carga, haciendo uso para ello de la reciente norma ASTM [3], y probetas ENF en el caso de aplicar un Modo II de carga, de acuerdo con el Protocolo de Norma que está desarrollando el Grupo de Trabajo de Plásticos y Composites de la European Structural Integrity Society [4].

## 2. MATERIAL

El material que se ha utilizado en la experimentación realizada ha sido un material compuesto carbono/epoxi de amplia tradición aeronáutica, que ha sido fabricado por apilamiento de preimpregnados del tipo Hércules AS4/3501-6. Se trata de una resina epoxi 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.

La preparación de todos los materiales se realizó en la Zona Limpia del Área 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. En primer lugar se fabricaron las secuencias de apilamiento  $[0_{16}/0_{16}]$ ,  $[0_{16}/45/0_{15}]$  y  $[0_{16}/90/0_{15}]$ . El símbolo // denota la situación de un inserto artificial, que consistió en una lámina de tejido teflonado de 20  $\mu\text{m}$  de espesor y dimensiones adecuadas para introducir en las probetas una deslaminación iniciadora adecuada. La diferencia fundamental entre estos tres materiales reside en la orientación de las capas entre las que se hará crecer la deslaminación, es decir, las intercaras 0//0uc, 0//45uc y 0//90uc respectivamente (u: unidireccional, c: centrado).

Posteriormente se fabricaron otras series de paneles como los anteriores, con la única diferencia de que ahora se colocó el inserto entre la lámina octava y novena de un total de 32, es decir a 1/4 del espesor total, con lo que la deslaminación se hará crecer ahora por las intercaras que denominaremos 0//0ud, 0//45ud y 0//90ud respectivamente (d:descentrado). Se fabricó también una última tanda de paneles multidireccionales con las configuraciones  $[(0/90)_8/(90/0)_8]$  y  $[(45_2/-45_2/0_4)_2/(0_4/-45_2/45_2)_2]$ , en los que se aprecia que la deslaminación se hará crecer por las intercaras 90//90mc y 0//0mc (m: multidireccional). Finalmente, igual que en las series anteriores, se pretendió determinar la influencia de la situación del plano de

deslaminación en relación con el espesor del panel, para lo que se fabricaron otros paneles multidireccionales como los que se acaban de describir, con la salvedad de que ahora se colocó la lámina de tejido teflonado entre la capa octava y novena: configuraciones 0//90md y 0//45md.

El curado de todos los paneles descritos 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  $159\pm 1$  mm de longitud y  $25\pm 0.5$  mm de ancho, con el espesor nominal del panel.

## 3. ENSAYOS DE DESLAMINACION

### 3.1. Ensayos en Modo I

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 comprendida entre 1 y 2 mm/min y durante todo el transcurso del ensayo, aparte de registrar gráficamente la fuerza frente al desplazamiento ( $P-\delta$ ), 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,  $\delta$  el desplazamiento del punto de carga,  $a$  es el tamaño de la deslaminación y  $B$  el espesor de la probeta.  $\Delta$  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.

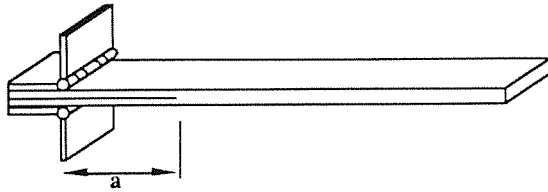


Fig. 1. Geometría de la probeta DCB

**3.2. Ensayos en Modo II**

La geometría de las probetas utilizadas eran del tipo ENF (Figura 2). Las probetas se cargaron tal y como se observa en la misma figura, a flexión en tres puntos, manteniendo una longitud entre apoyos, 2L, igual a 100 mm.

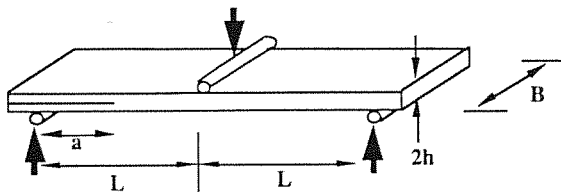


Fig. 2. Geometría de la probeta ENF (crecimiento de la deslaminación en Modo II)

Previamente a la ejecución del ensayo propiamente dicho se realizó una calibración experimental de cada una de las probetas [4,7]. Para ello se procedió a la carga y descarga de la probeta dentro del régimen elástico, una vez situada en los apoyos del útil de ensayo, de tal manera que el tamaño de la grieta, a, fuera igual a 0, 15, 20, 25, 30, 35 y 40 mm (para ello se desplazaba lateralmente la probeta ente los dos apoyos). De esta manera se obtiene la relación entre la flexibilidad, C y el tamaño de grieta, a, que se ajustará a una ley del tipo:

$$C = C_0 + ma^3 \tag{2}$$

Conocida de este modo la flexibilidad de la probeta, el valor de la tasa de liberación de energía elástica,  $G_{II}$ , se obtiene entonces a partir de la expresión general [8] como:

$$G_{II} = \frac{3mP^2a^2}{2B} \tag{3}$$

Los ensayos en Modo II se hicieron exclusivamente sobre las probetas unidireccionales centradas [0//0], y dado que estos ensayos son bastante dependientes de la geometría del defecto iniciador, todas estas probetas fueron previamente agrietadas en Modo I, generándose de este modo desde el inserto una grieta real de unos pocos milímetros.

**4. RESULTADOS**

**4.1. Influencia del modo de carga**

A diferencia de lo que ocurre en los ensayos en Modo I, donde la deslaminación crece continuamente a lo largo del ensayo de manera estable, bajo modo II el comportamiento de la probeta es bastante más inestable, aún cuando a pesar de todo se ha podido determinar una curva R, aunque con un crecimiento estable de solo unos pocos milímetros (véase curva R en Modo II).

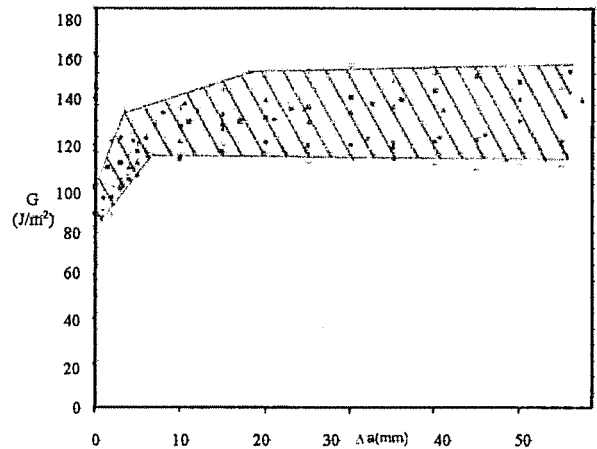


Fig. 3. Curva R bajo Modo I. Configuración 0//0uc

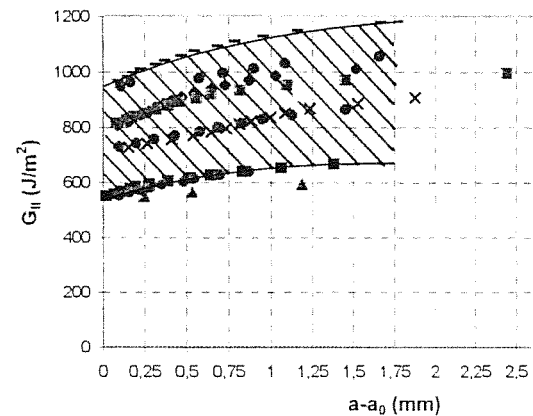


Fig. 4. Curva R bajo modo II. Configuración 0//0uc

Las Figuras 3 y 4 muestran las curvas R obtenidas respectivamente bajo Modos de carga I y II. En ambos casos se observa un ligero incremento de G con el crecimiento de la deslaminación, aunque destacamos, sobre todo, los valores de energía muy superiores que se necesitan para hacer avanzar la grieta en modo II y la mayor dispersión de resultados.

#### 4.2. Influencia de la orientación de las láminas

La Tabla 1 muestra los valores de la energía para el inicio del crecimiento de la deslaminación obtenidos en los ensayos en Modo I realizados con las probetas con inserto centrado en las que se ha modificado la orientación de las láminas entre las que se ha hecho crecer la deslaminación. Los valores mostrados corresponden a la extrapolación de los datos de las curvas R para un crecimiento  $\Delta a = 0$ . A título de comparación, se presenta igualmente el valor de  $G_{IIc}$ .

Por otro lado, es preciso destacar que los valores de la energía  $G_I$  aumentan con el avance de la grieta mucho más, curva R más ascendente, cuando una de las láminas adyacentes a la deslaminación no está orientada a  $0^\circ$  [6].

Tabla 1. Energías de deslaminación en Modo I en función de la orientación de las láminas.

Orientación	0//0	0//45	0//90	Modo II
$G_c$ (J/m <sup>2</sup> )	90±10	90±10	90±20	800±200

#### 4.3. Influencia del tipo de laminado

Presentamos en este apartado los resultados obtenidos en los ensayos bajo Modo I de carga realizados utilizando los dos laminados con el inserto centrado, orientaciones 0//0mc y 90//90mc. La Tabla 2 muestra los valores de la energía para el inicio del crecimiento de la deslaminación obtenidos en estos ensayos, que corresponden a la extrapolación de los datos de las curvas R para un crecimiento  $\Delta a = 0$ .

Tabla 2. Valores del inicio del crecimiento de la deslaminación de los laminados bajo Modo I

Laminado	0//0mc	90//90mc
$G_{Ic}$ (J/m <sup>2</sup> )	80±5	190±30

El valor de  $G_{Ic}$  obtenido con el laminado en el que la deslaminación crecía entre láminas a  $0^\circ$  es

prácticamente idéntico al que se había obtenido con el material unidireccional. Sin embargo, con el otro laminado, en el que la deslaminación avanzaba entre láminas a  $90^\circ$ , se han obtenido unos valores apreciablemente mayores.

#### 4.4. Influencia de la situación del inserto

Cuando se realiza el ensayo de la probeta DCB bajo un Modo de carga I con el inserto descentrado en relación con el espesor se introduce una cierta componente en Modo II, de tal manera que el ensayo ya no tiene lugar bajo un modo I puro sino que aparecen Modos mixtos de carga [9,10].

Las Tablas 3 y 4 muestran respectivamente los valores medios del parámetro crítico  $G_{Ic}$  obtenidos de acuerdo con el criterio de iniciación anteriormente descrito para los laminados unidireccionales y multidireccionales descentrados.

Tabla 3. Valores de inicio del crecimiento de la deslaminación en las probetas unidireccionales descentradas

Orientación	0//0ud	0//45ud	0//90ud
$G_{Ic}$ (J/m <sup>2</sup> )	210±20	190±10	250±30

Tal y como se esperaba, se ha observado claramente que los valores críticos de  $G_I$  son mucho mayores en el caso de las probetas descentradas, lo que se justifica en virtud del cierto grado de mixicidad que introduce la asimetría de la probeta de ensayo. Nótese que estos valores se sitúan entre los correspondientes a los Modos I y II puros, ya que se había visto que los valores de  $G_{IIc}$  obtenidos con estos materiales son muy superiores a los correspondientes en Modo I.

Tabla 4. Valores de inicio del crecimiento de la deslaminación en los laminados multidireccionales descentrados

Laminados	0//45md	0//90md
$G_{Ic}$ (J/m <sup>2</sup> )	220±30	180±20

La Tabla 4 pone de manifiesto que la energía de inicio del crecimiento de la deslaminación de los laminados con el inserto descentrado es muy superior a la que se había obtenido con los mismos paneles centrados y, por otro lado, estos valores son bastante similares a los obtenidos con los paneles unidireccionales, igualmente

descentrados, no apreciándose tampoco diferencias significativas entre los dos laminados.

#### 4.5. Fractografía

Presentamos seguidamente las fotografías obtenidas en el microscopio electrónico de barrido de las superficies deslaminadas, con objeto de revelar los micromecanismos de fractura operativos. Las probetas utilizadas en este estudio fueron previamente metalizadas con oro.

La Figuras 5 y 6 muestran los aspectos generales típicos de las fracturas de las probetas unidireccionales 0//0 bajo Modo I y Modo II puros. Es notorio que mientras el aspecto de la fractura de la resina en Modo I es totalmente frágil, con facies muy planas, lisas y uniformes, por el contrario, en Modo II la rotura es mucho más irregular, apareciendo unas lengüetas o desgarros típicos, que justifican el hecho de que la energía requerida para hacer crecer la deslaminación bajo Modo II es casi diez veces mayor que la necesaria para iniciar el crecimiento de la deslaminación en Modo I.

En la Figura 7 se presenta el aspecto general de la superficie deslaminada generada en los ensayos realizados con las probetas unidireccionales en las que el plano del inserto estaba descentrado. Comparando esta morfología con la que se había mostrado en las dos figuras anteriores, se pone claramente de manifiesto la existencia de un cierto Modo mixto y se justifican los valores de energía de fractura intermedios obtenidos en esta serie de ensayos al compararlos con los resultados bajo Modos I y II puros.

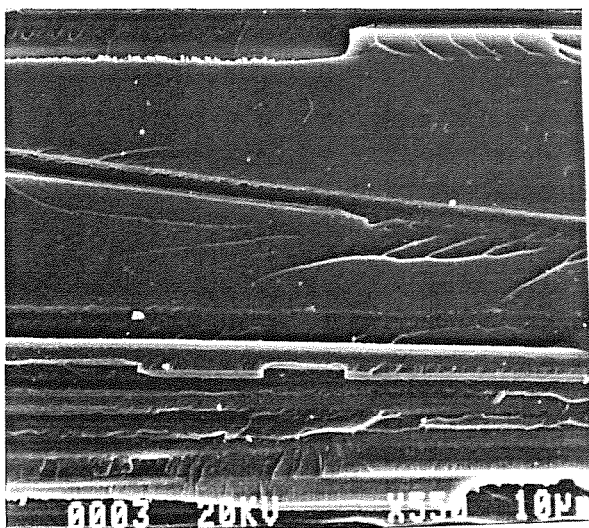


Fig. 5 Aspecto de la fractura en Modo I puro. [0//0]

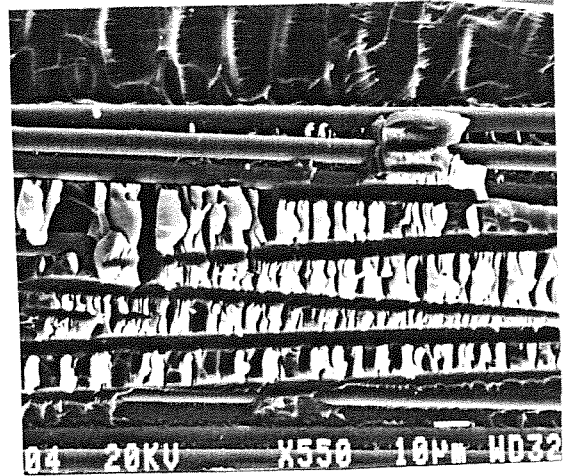


Fig. 6. Aspecto de la fractura en Modo II puro [0//0]

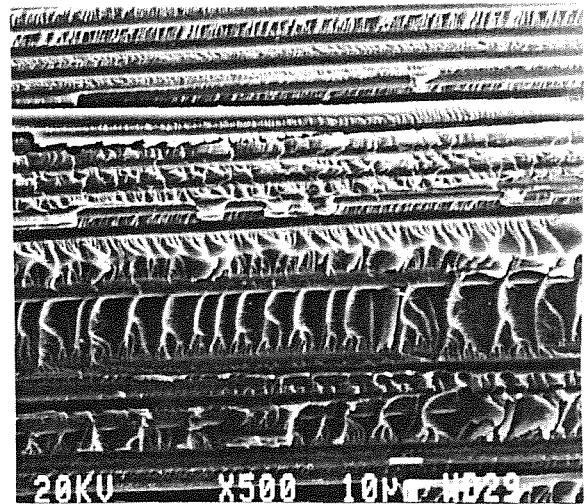


Fig. 7. Aspecto de la superficie de fractura de la serie [0//0]ud



Fig. 8. Cambios del plano de deslaminación en la serie [0//90]uc

La Figura 8 muestra la morfología de la deslaminación en una de las probetas en las que se hacía crecer ésta entre láminas con diferente orientación 0//45 o 0//90. El hecho observado más significativo son los cambios de plano que experimenta la grieta una vez iniciado su crecimiento, lo que a su vez justifica el importante aumento de  $G_I$  o, lo que es lo mismo, el carácter fuertemente ascendente de las curvas R típico de esta serie de probetas [11,12,13].

Finalmente, los altos valores de  $G_{Ic}$  que se habían obtenido en los laminados con el inserto centrado, del tipo 90//90mc (véase Tabla 2) se pueden justificar con la ayuda de la Figura 9. En esta figura, que muestra el inicio del crecimiento de la deslaminación en esta serie de probetas, se constata tanto los fuertes cambios de plano que tienen lugar en los primeros milímetros de avance de la grieta, como que éste se inicia directamente con un salto a la lámina de 0° adyacente al inserto.

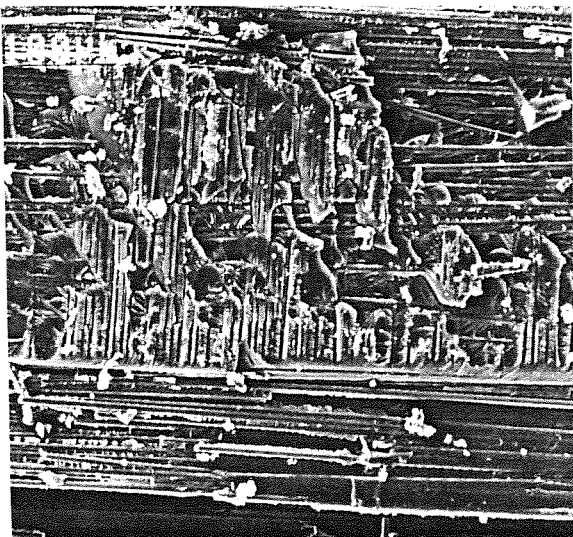


Fig. 9. Aspecto general de la deslaminación [90//90]mc

## 5. CONCLUSIONES

Se destacan finalmente las conclusiones siguientes:

Los valores críticos de la energía de fractura en Modo II del compuesto AS4/3501-6 son muy superiores a los medidos bajo Modo I de carga en virtud de la fuerte deformación a cortadura que experimenta la matriz epoxi antes de su rotura.

Los valores críticos de  $G_{Ic}$  son independientes de la orientación de las láminas y de la secuencia de éstas en la configuración del laminado, mientras que, por otro lado, muestran una fuerte dependencia de la situación del plano de deslaminación en relación con el espesor del panel, al inducirse en este último supuesto modos

mixtos de carga (Modo I + Modo II) que incrementan notablemente estos valores en relación a los que se determinaron en la serie de probetas con el inserto centrado.

Finalmente, la presencia de láminas a 45° y especialmente a 90° adyacentes al plano de deslaminación facilitan el desvío de ésta hacia las láminas orientadas a 0° contiguas, hecho éste que incrementa notablemente la energía requerida para hacer proseguir la deslaminación. Este hecho es especialmente significativo cuando la deslaminación crece entre dos láminas orientadas a 90°.

## 6. 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] Belzunce F.J., "Caracterización de la resistencia a la deslaminación en modos I y II de composites fibrosos", Anales de Mecánica de la Fractura, Vol. 14, 319-324 (1997)
- [8] Elices M., "Mecánica de la Fractura", Universidad Politécnica de Madrid (1995)

[9] Charambides M., Kinloch A.J., Wang Y. y Williams J.G., "On the analysis of mixed-mode failure" Int. J. of Fracture, 54, 269-291 (1992)

[10] Betegón C. y Belzunce F.J., "Estudio de la fractura por deslaminación de laminados compuestos multidireccionales", Anales de Mecánica de la Fractura, Vol. 13, 81-85 (1996)

[11] Laksimi A. y otros, "Mode I interlaminar fracture of symmetrical cross-ply composites", Composites Science and Technology, 41, 147-164 (1991)

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

[13] 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.