

EFFECTO DEL CONTENIDO DE HUMEDAD EN LA FLUENCIA BAJO CARGAS ELEVADAS DE LA POLIAMIDA 6 REFORZADA CON FIBRA DE VIDRIO

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

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. Los materiales viscoelásticos, como la Poliamida 6 reforzada con fibra de vidrio, cuando son sometidos a un determinado nivel tensional constante, incluso por debajo de su límite elástico, experimentan una deformación creciente con el tiempo hasta un determinado valor para el que se producirá el fallo o rotura. La naturaleza higroscópica del material en estudio afecta de modo importante a sus propiedades mecánicas, entre ellas al comportamiento en fluencia. Un cambio en el contenido de humedad en un elemento estructural puede variar las condiciones de diseño originales, por ejemplo, trasladando la zona de trabajo, situada por debajo del límite elástico convencional, a una nueva zona situada por encima del mismo. Se ha realizado un estudio de la evolución de la deformación bajo la aplicación de diferentes estados tensionales constantes, superiores a la carga de plastificación al 0.2%, en función de la humedad contenida por el material y del tiempo transcurrido hasta rotura empleando la metodología de las redes neuronales. Por otra parte, se ha diseñado el diagrama de fallo para la obtención del tiempo de rotura en función de la tensión aplicada y del contenido de humedad. Por último, se realizó un estudio de las superficies de fractura empleando técnicas de microscopía electrónica de barrido.

Abstract. Viscoelastic materials, such as Polyamide 6 reinforced with fibre-glass, when subjected to a specific constant stress level, even one below their elastic limit, undergo a deformation which increases with time up to a certain value at which failure or cracking will result. The hygroscopic nature of the material under study has a great influence on its mechanical properties, including its creep behaviour. A change in the humidity content of a structural element can alter the original design conditions by, for example, shifting the work area, located below the conventional elastic limit, to a new area situated above it. A study has been made of the evolution of the deformation resulting from the application of several constant stress states, greater than the plastification load at 0.2%, as a function of the humidity contained by the material and the time elapsed until cracking, using the neuronal networks methodology. Moreover, the fault diagram has been designed to obtain the crack time as a function of the stress applied and the humidity content. Finally, a study was made of the crack surfaces used scanning electron microscopy techniques.

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVO

El carácter higroscópico de la PA 6 puede provocar la absorción o pérdida de agua en función de las condiciones ambientales afectando a las propiedades mecánicas de componentes inyectados con dicho material [1]. Por tanto, será necesario conocer cuál será la respuesta del material, con el que se inyectan elementos estructurales de alta responsabilidad, como pueden ser, entre otros, las piezas aislantes de sujeción de vía de ferrocarril, solicitados por esfuerzos de diferente naturaleza y entre los que se encuentra la aplicación de una tensión o de una deformación constante (fluencia o relajación, respectivamente).

En la Figura 1, se representa la variación de la carga de rotura (CR) y de la carga de plastificación al 0.2% de deformación (CP) con el contenido de humedad. También se puede observar en la misma figura como pueden desplazarse las condiciones de diseño de un componente estructural al variar en el mismo el contenido de agua. Por ejemplo, un componente que soporta una tensión constante de 70 MPa estaría por debajo de su límite elástico siempre que no se sobrepase

el 2% de humedad (equilibrio), mas si por cualquier circunstancia el componente absorbe agua pasaría a trabajar en condiciones totalmente diferentes a las de diseño.

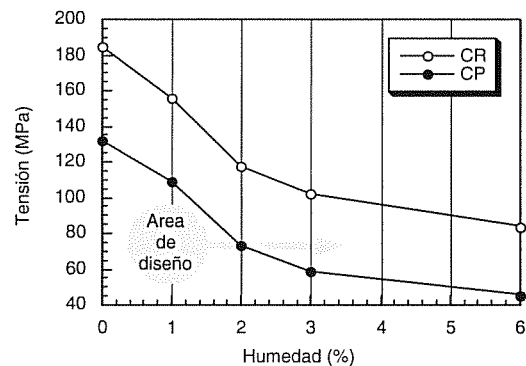


Fig 1.- Variación de las condiciones de diseño

La caracterización del comportamiento de materiales poliméricos y compuestos en fluencia por debajo de su límite elástico se encuentra descrita ampliamente en la bibliografía, empleando los modelos simplificados a

base de deformaciones elásticas (muelles) y/o deformaciones viscosas (amortiguadores) [2-6].

El diagrama clásico de fluencia [7] en el que se representan la tensión (σ), la deformación (ϵ) y el tiempo (t), se ve modificado por la incorporación de una nueva variable, el contenido de humedad (H), según puede observarse en la Figura 2.

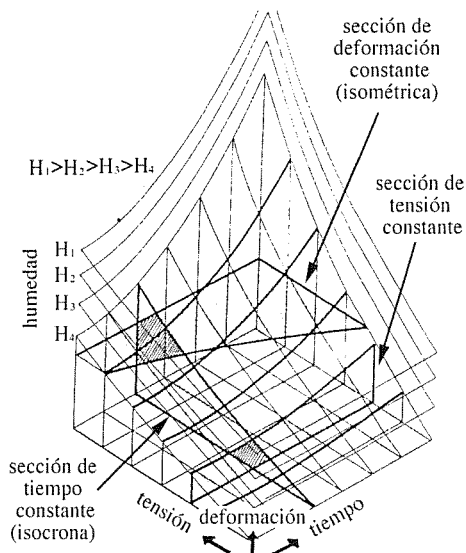


Fig 2.- Relación de la σ , ϵ , t y H en fluencia.

El objetivo de este trabajo es caracterizar el comportamiento de la PA 6 reforzada con fibra de vidrio en fluencia bajo niveles tensionales superiores a su límite elástico, determinando cual será el nivel de deformación en función del resto de variables, incluido el contenido de humedad, así como el tiempo previsto para el fallo del componente.

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, 0, 1, 2, 3 y 6%. 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, de forma que la fibra corta de vidrio se orientó paralelamente al eje longitudinal de las mismas. Para dotar a las probetas del grado de humedad necesario, 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 50°C del que se extrajeron a medida que adquirían el contenido de humedad deseado.

3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES Y ANALÍTICAS

3.1.- Ensayos mecánicos

El principal problema que plantean los ensayos de fluencia es la larga duración de los mismos para poder disponer de datos fiables de tiempos de rotura. En este

trabajo este problema se ha evitado al trabajar en todos los casos con cargas elevadas, superiores al límite elástico.

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.

3.2. Redes Neuronales

Ante la imposibilidad de poder modelizar el comportamiento del material trabajando con cargas constantes elevadas e introduciendo una nueva variable, H , por los medios tradicionales, se optó por el empleo de la metodología de las redes neuronales artificiales (ANN, Artificial Neuronal Network).

Desde la aparición de las ANN todas las ciencias y tecnologías han hecho uso de ellas obteniendo ventajas sorprendentes. Entre ellas la Ciencia y Tecnología de Materiales [9] se ha aprovechado de la potencia y flexibilidad que ofrecen en un amplio conjunto de problemas. Concretamente en este trabajo se han aplicado al modelizado del comportamiento mecánico.

Las ANN se basan en la organización de muchos elementos de proceso de una forma semejante a la anatomía del cerebro. Además de estas semejanzas estructurales muestran unas propiedades funcionales muy interesantes como son la capacidad de aprender de la experiencia, capacidad de generalización a partir de determinados ejemplos, permitiendo discernir entre características, aun cuando existan datos equívocos o irrelevantes [10].

Su ventaja más importante está en solucionar problemas que son demasiado complejos para las técnicas convencionales: problemas que no tienen un algoritmo específico para su solución, o cuyo algoritmo es demasiado complejo para ser encontrado. En cambio, existen tareas para las que las ANN no son adecuadas, como pueden ser las tareas de cálculo y en general tareas repetitivas. Otro punto negativo es que las ANN son incapaces de explicar el razonamiento que ha conducido a la resolución de determinado problema, la red se comporta como una caja negra.

Los puntos claves de las ANN se encuentran en sus componentes estructurales así como en sus propiedades funcionales. El conjunto de modelo de estructura y funcionamiento de una ANN se denomina paradigma. El paradigma consiste en la especificación de:

- los elementos de proceso: neuronas, función de activación, tipo de normalización, etc

- la arquitectura de la red: n° de capas, forma de conexiones, número de neuronas por capa, etc.
- y el método de aprendizaje.

El desarrollo de una ANN consistirá básicamente en seleccionar el paradigma o paradigmas a utilizar, ajustar los parámetros de la red y conseguir efectuar un entrenamiento con el conjunto de datos adecuado.

El elemento básico que forma una ANN es la neurona, cuyo esquema se representa en la Figura 3.

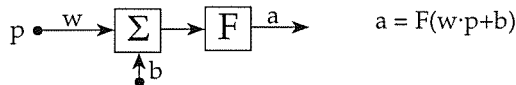


Fig 3.- Esquema de una neurona

La neurona está formada por una entrada, p (que puede ser múltiple), dos parámetros ajustables como son el peso, w, y el sesgo, b, la función de activación, F, y la salida, a. En el problema que se plantea las entradas serán tres, H, σ y t y la salida será única: ϵ .

La función de activación puede tomar diferentes formas: lineal, escalón, rampa, tangente o sigmoide, ésta última es la empleada en este trabajo y su ecuación viene dada por la expresión (1):

$$f(x) = \frac{1}{1 + e^{-\lambda x}} \quad (1)$$

La arquitectura se refiere a la configuración de las neuronas, es decir a la distribución de las mismas, así como a la forma de realizar la interconexión entre ellas. Las neuronas se distribuyen en capas (en serie) y dentro de cada capa las neuronas se colocan en paralelo. En este trabajo se ha empleado una red de 2 capas con 12 neuronas en la capa de entrada y una en la de salida según se indica en la Figura 4.

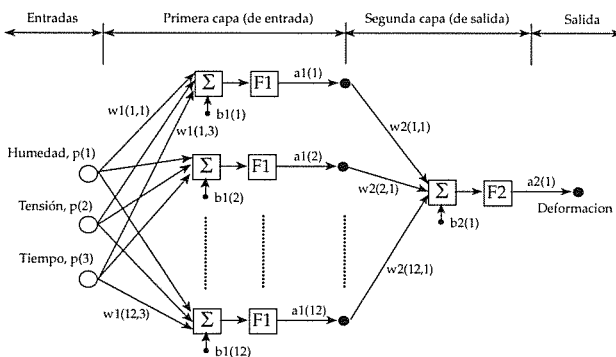


Fig 4.- Arquitectura de la red empleada en este trabajo

Usando los datos disponibles, una ANN “aprende” las relaciones esenciales entre entradas y salidas dadas por el almacenamiento de la información en una distribución de pesos de conexión. Un algoritmo de aprendizaje proporciona las reglas o ecuaciones dinámicas que cambian la distribución de los pesos. Una vez aprendida la relación fundamental entre entradas y salidas, la red neuronal debe entonces ser capaz de producir salidas razonables para entradas

desconocidas. Este proceso se denomina *generalización*.

El algoritmo de *backpropagation* es el más importante que emplean las ANN. La base del aprendizaje que emplea el *backpropagation* es bastante simple. Puesto que en cada presentación de un conjunto de entrenamiento se conoce la diferencia entre la salida deseada y la realmente conseguida, se puede calcular el valor del error cuadrático cometido. El objetivo es minimizar dicho error. Para ello se ha de modificar los pesos de cada uno de los elementos de dicha capa en el sentido de disminución de éste, lo cual se consigue modificándolos en la dirección de su derivada (gradiente).

El problema que existe para las capas que no son de salida, donde no se conoce la salida deseada de los elementos de dicha capa, se resuelve estimando el valor que hubiera tenido la salida deseada en función de los errores cometidos en la capa posterior, es decir el ajuste de los pesos de una capa se realiza en función de la variación del error de la capa posterior (propagación del gradiente del error). Esto se realiza de forma iterativa para cada una de las capas empezando por el final.

Para el desarrollo de las redes neuronales se ha utilizado el módulo “*Neural Network Toolbox*” para Matlab [10].

Los datos obtenidos en los ensayos serán normalizados y se dispondrán en dos matrices, la de datos de entrada, [P], de dimensiones (3xm) formada por m vectores de dimensión (3x1), y la de datos de salida, [T], de dimensiones (1xm), siendo “m” el n° de datos.

Una vez definidos los elementos de proceso y la arquitectura, se comienza el proceso de entrenamiento según se indica en el esquema de la Figura 5.

En la misma se ha representado la iteración “i” realizada por el algoritmo, el proceso repetido para todos los datos se denomina “época”. Al final de cada época los parámetros, w(i,j) y b(i) variarán en función de la suma del error cuadrático acumulado a lo largo de la totalidad de las iteraciones (SSE), es decir, tantas como datos se dispone para entrenar la red.

La red desarrollada realizó 4604 épocas hasta conseguir que la suma del error cuadrático estuviese por debajo de 0.1, valor fijado al diseñar la red.

Una vez definidas las matrices de pesos definitivas se podrán generalizar los datos para entradas de las que se desconoce su correspondiente salida. Es decir, se podrá modelizar el comportamiento (obtener la deformación) del material en estudio introduciendo en la red las variables de entrada (H, σ , y t).

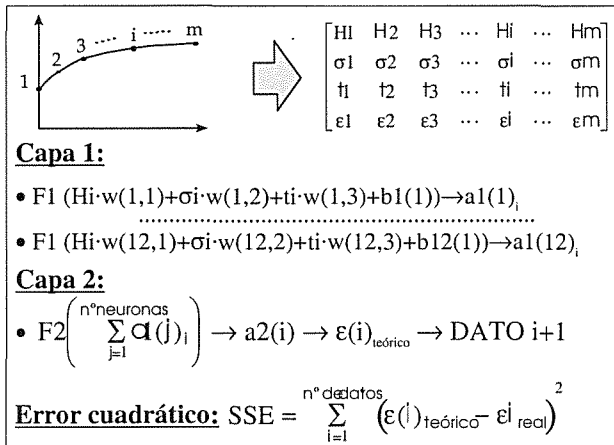


Fig 5.- Proceso de aprendizaje

3.3.- Microscopía Electrónica

Sobre la superficie de rotura de las probetas ensayadas se realizó un análisis fractográfico por medio de técnicas de microscopía electrónica de barrido (MEB) después de haber sufrido éstas un tratamiento de metalizado.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1. Ensayos de Fluencia

En las gráficas de las Figuras 6, 7, 8, 9 y 10 se representan la deformación y el módulo de fluencia obtenidos en los ensayos realizados en función del tiempo, la humedad y la tensión aplicada. El módulo de fluencia, $E(t)$, viene definido por la expresión (2).

$$E(t) = \frac{\sigma_p}{\epsilon(t)} \quad (2)$$

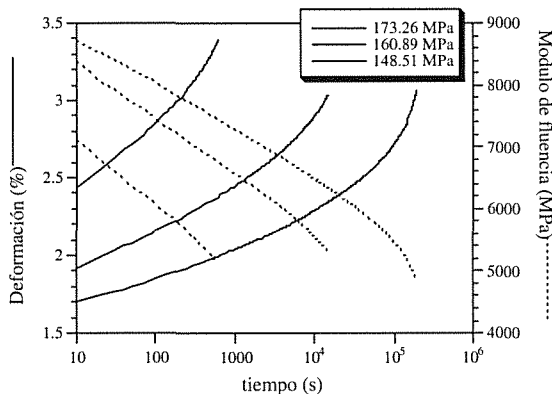


Fig. 6.- Ensayos de fluencia para una humedad del 0%

El análisis de los resultados obtenidos nos permite asegurar la existencia de un fallo por deformación. En todos los casos estudiados, salvo en el caso de saturación y para cargas muy elevadas (superiores a 70 MPa) la rotura se produce en un nivel de deformación situado entre 3 y 3.5%. Sin embargo el módulo de fluencia en rotura es variable, disminuyendo al aumentar el grado de humedad, y se mantiene

prácticamente constante para las probetas con el mismo contenido de humedad.

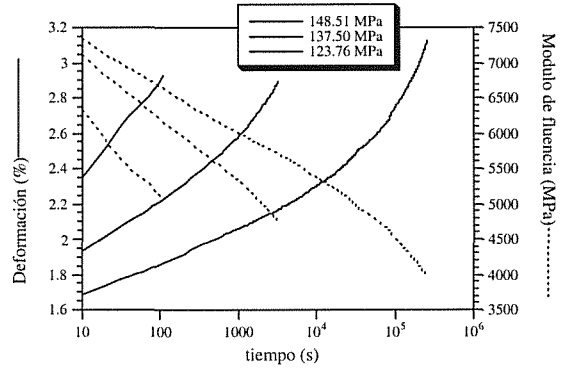


Fig. 7.- Ensayos de fluencia para una humedad del 1%

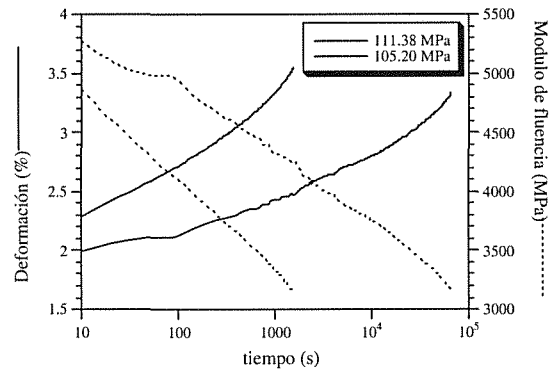


Fig. 8.- Ensayos de fluencia para una humedad del 2%

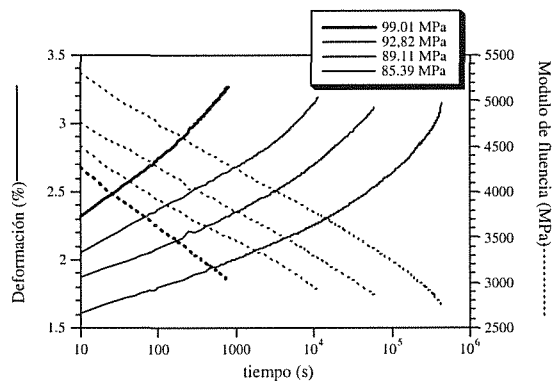


Fig. 9.- Ensayos de fluencia para una humedad del 3%

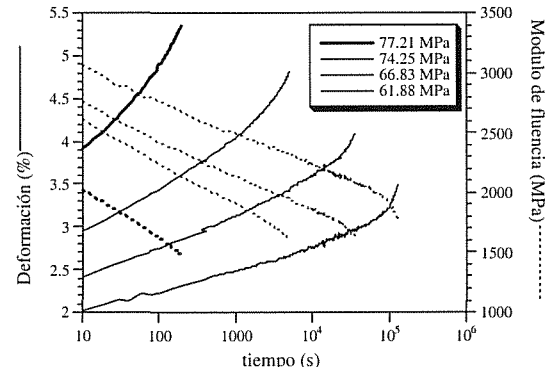


Fig. 10.- Ensayos de fluencia para una humedad del 6%

4.2. Redes Neuronales

Los datos empleados para el entrenamiento de la ANN son los que se reflejan en la tabla 1.

Tabla 1.- Datos empleados en el entrenamiento

Humedad (%)	Tensión (MPa)		
	0	173.26	160.89
1	148.51	137.50	123.76
2	111.38	105.20	---
3	99.01	89.11	85.39
6	77.21	66.83	61.88

Una vez diseñada la red se trató de modelar dos situaciones no utilizadas en el entrenamiento:

- humedad = 3 % y carga = 92.82 MPa.
- humedad = 6 % y carga = 74.25 MPa.

Los resultados se representan en la Figura 11.

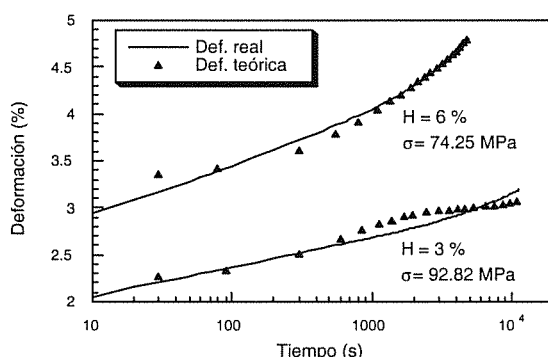


Fig. 11.- Resultados obtenidos por la red neuronal.

Como se puede observar los resultados obtenidos por la red en todos los casos difieren menos de un 5% del valor real obtenido en los ensayos.

4.3. Diagrama de Fallo

Al aplicar cargas altas se han podido obtener tiempos de rotura relativamente pequeños, inferiores en todos los casos a 500.000 segundos, es decir, 6 días aproximadamente, lo que permitirá relacionarlos con la tensión aplicada y con la humedad contenida en las probetas y así poder definir los diagramas de fallo a cargas elevadas.

En el gráfico de la Figura 12 se representa cada uno de los ensayos llevados hasta rotura en función de la tensión aplicada y del tiempo medido en la rotura (t_r).

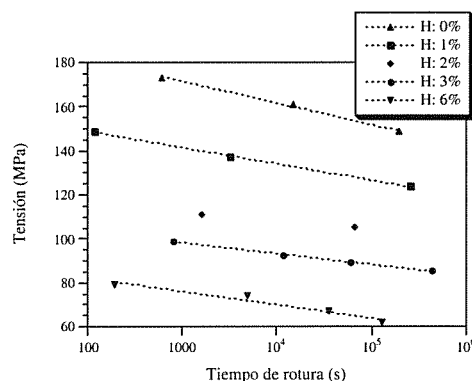


Fig 12.- Ajuste logarítmico sobre las curvas $\sigma-t_r$

Como puede observarse en el gráfico es posible realizar un ajuste de tipo logarítmico sobre los ensayos realizados con el mismo contenido de humedad. No se incluye en el ajuste los ensayos realizados para el 2% por no disponer más que de dos ensayos válidos, pero servirán los ensayos realizados con esta humedad para contrastar la bondad del modelo obtenido.

$$\begin{aligned}
 H = 0\% &\rightarrow \sigma = 201.05 - 9.8343 \cdot \log(t); & R = 0.998 \\
 H = 1\% &\rightarrow \sigma = 163.78 - 7.4162 \cdot \log(t); & R = 0.999 \\
 H = 3\% &\rightarrow \sigma = 113.36 - 5.0114 \cdot \log(t); & R = 0.999 \\
 H = 6\% &\rightarrow \sigma = 91.95 - 5.2787 \cdot \log(t); & R = 0.968
 \end{aligned}$$

Es decir se pueden relacionar la tensión y el tiempo de rotura mediante una expresión de la forma:

$$\sigma = A - B \cdot \log(t) \quad (3)$$

Si se consigue incluir la humedad en la anterior expresión se tendrían las tres variables en estudio relacionadas entre sí. Para ello se busca relacionar los coeficientes A y B con el contenido de humedad y se observa que ambos disminuyen logarítmicamente con el aumento de la humedad. Para buscar la relación que ligue los coeficientes a la humedad, ésta se expresará como H' , siendo:

$$H' = \frac{H(\%) + 1}{100} \quad (4)$$

Así se evita el problema que se plantea en el caso de que el contenido de humedad sea 0%. En el gráfico de la Figura 13 se muestra la evolución de ambos coeficientes con la variación del contenido de la variable H' , (4)

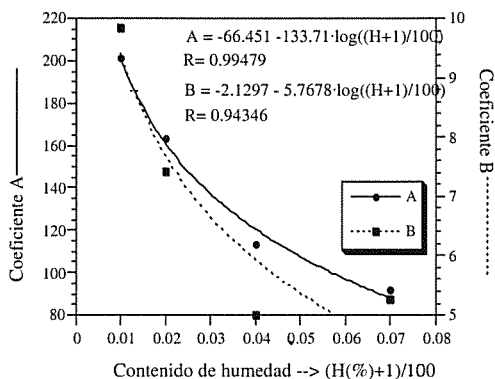


Fig 13.- Coeficientes A y B en función de H'

Sustituyendo los valores hallados para A y B en la expresión (3) se obtiene:

$$\sigma = -66.451 - 133.7 \cdot \log\left(\frac{H+1}{100}\right) + \left(2.1297 + 5.7678 \cdot \log\left(\frac{H+1}{100}\right)\right) \cdot \log(\dot{t}_r) \quad (5)$$

Generalmente lo que interesa es conocer el tiempo de fallo de un componente en función del nivel tensional aplicado y de su contenido de humedad, por lo que invirtiendo la expresión se obtiene:

$$\dot{t}_r = 10^{\frac{A(H)-\sigma}{B(H)}} \quad (6)$$

Si se representan estas curvas teóricas sobre un diagrama σ - $\log(\dot{t}_r)$ para diferentes contenidos de humedad se tienen los diagramas de fallo para cada una de esas humedades. En el gráfico de la Figura 14 aparecen las curvas teóricas que se pueden comparar con los datos reales obtenidos en los ensayos. Se observa una buena correlación entre el modelo planteado y los ensayos reales, incluso para el caso del 2% no empleado en la definición del modelo.

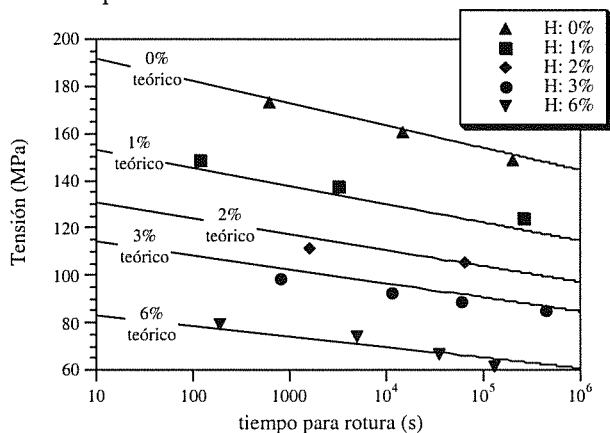


Fig 14.- Comparación entre el diagrama de fallo teórico y los datos experimentales reales

4.4. Fractografía

De la observación de las superficies de fractura se concluye la existencia de dos zonas claramente

diferenciadas: una de aspecto dúctil generada a partir de crazes y otra de aspecto frágil.

Con el incremento en el contenido de humedad se observa una mayor deformación de la matriz polimérica, tanto a nivel macroscópico, aumentando el tamaño de la zona dúctil de rotura, como a nivel microscópico, incrementando el tamaño de los crazes en la zona dúctil, como puede observarse en la Figura 15.

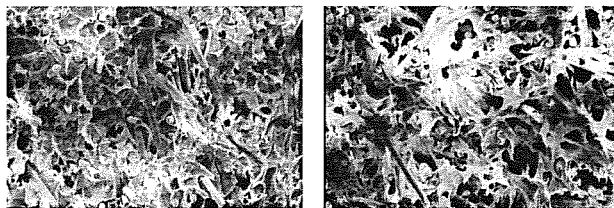


Fig 15.- Detalle de la zona de rotura dúctil

Este aumento de la deformación puede justificarse a partir de dos sucesos que tienen lugar en el seno del material como consecuencia de la absorción de agua, por un lado, el debilitamiento de los enlaces transversales por puentes de hidrógeno de las cadenas de moléculas de la matriz [1], y por otro, el efecto negativo que ejercen las moléculas de agua sobre la interfase fibra-matriz [11]. Estos dos fenómenos provocan un incremento en la flexibilidad y en la velocidad de deformación del material. El crecimiento de la flexibilidad se refleja en la disminución sufrida por el modulo de fluencia en las Figuras 6 a 10 al aumentar la humedad. El crecimiento en la velocidad de deformación puede observarse en la Figura 16, en la que se representan dos ensayos bajo el mismo nivel tensional.

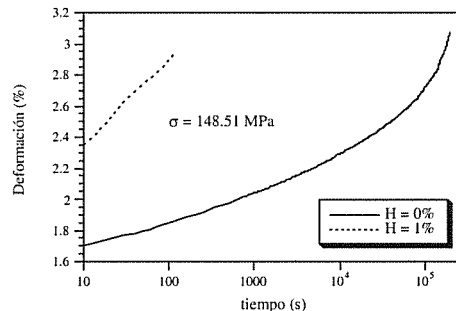


Fig 16.- Ensayos con $\sigma = cte$ y $H = variable$

Un ligero incremento en el contenido de humedad (de 0 a 1%) provocará un aumento de tres ordenes de magnitud en la velocidad de deformación.

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 puede variar las condiciones de diseño trasladando la zona de trabajo segura a otra superior a su límite elástico.
- Un incremento en el contenido de humedad, manteniendo constante la carga aplicada, podría provocar un fallo prematuro del componente ensayado.
- La presencia de una nueva variable, el contenido de humedad, dificulta la posibilidad de modelizar el comportamiento de la PA 6 reforzada en fluencia. Sin embargo, la metodología de las redes neuronales artificiales se ha mostrado como un buen método para modelizar este comportamiento mecánico, como ha sido el caso del comportamiento en fluencia para cargas elevadas.
- Salvo para la humedad de saturación (6%) con cargas superiores a 70 MPa, se produce el fallo para deformaciones en torno al 3%.
- Los diagramas de fallo en fluencia siguen una ley logarítmica que relaciona entre sí la tensión aplicada, el tiempo de rotura y el contenido de humedad.
- La superficie de fractura en fluencia ofrece dos zonas claramente diferenciadas, una de aspecto frágil y otra dúctil. La zona dúctil, es macroscópicamente creciente con el contenido de humedad además de mostrar microscópicamente un incremento en la deformación de la matriz, es decir, unos *crazes* de mayor tamaño.

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] Carrascal, I; Casado, J.A.; Polanco, J.A.; Gutiérrez-Solana, F. y Sanchez, L. "Efecto del contenido de humedad en el comportamiento en fatiga de la poliamida 6 reforzada con fibra de vidrio". *Anales de Mecánica de la Fractura*, Vol 15. 1998, pg. 319-324
- [2] Jansson, J. F.; Sundström, H. . "Creep and fracture initiation in fiber reinforced plastics". *Failure of plastics*. Ed. by Witold Brostow. Hanser publishers. Munich. 1986.
- [3] Ward, Y. M.; Hadley, D. W. "Mechanical properties of solid polymers". John Wiley & Sons Ltd. Chichester, England. 1993.
- [4] Hunter, S.C., "Mechanics of continuous media". Ellis Horwood Limited. 2nd edition, Great Britain. 1983
- [5] Throne, J.L., Progelhof, R.C., "Creep and Stress Relaxation". *Engineering Plastics*. Vol 2. *Engineered Materials Handbook*. ASM International Ohio, 1988.
- [6] Crawford, R.J., "Plastics Engineering". Butterworth-Heinemann. Third Edition. Oxford. 1998
- [7] ASTM Standard. Vol 08.02 "Plastics (II)". D 2990-92 "Standard Test Methods for Tensile, Compressive, and Flexural Creep and Creep-Rupture of Plastics". Philadelphia. 1992
- [8] Sumpter, B. G.; Noid, D. W. "On the design, analysis, and characterization of materials using computational neural networks". *Annu. Rev. Mater. Sci.* 26: pg 223-277. 1996.
- [9] Tuya, J. "Redes Neuronales Artificiales". E.T.S. Ingenieros Industriales. Gijón. 1990
- [10] Denuth, H., Beale, M.; "Neural Network Toolbox User's Guide for use with Matlab". The Math Works Inc. Marde, 1996.
- [11] Hull, D.: "Materiales Compuestos". Barcelona, 1987.