

# DETERMINACIÓN DE LA ENERGÍA DE FRACTURA ADHESIVA DE UNIONES DISIMILARES EN MATERIALES HÍBRIDOS ESTRUCTURALES

F. López\*, I. Diez de Ulzurrun\*\* y J. C. Suárez\*\*

\* Departamento de Ingeniería de Materiales. ETS Ingenieros de Minas. Universidad Politécnica de Madrid. C/ Ríos Rosas 21, 28003 Madrid.

\*\* Departamento de Arquitectura y Construcción Navales. ETS Ingenieros Navales. Universidad Politécnica de Madrid. Ciudad Universitaria s/n, 28040 Madrid.

**Resumen.** El Protocolo para la determinación de la Energía de Fractura Adhesiva en modo I,  $G_{IC}$ , de uniones adhesivas estructurales usando la probeta de doble viga en voladizo (DCB) ha sido desarrollado por B. R. K. Blackman y A. J. Kinloch. Sin embargo, sólo se considera el caso en que los dos adherentes unidos por el adhesivo sean del mismo material. En el caso que se trate de una unión adhesiva establecida entre dos adherentes de distinta naturaleza el Protocolo no es de aplicación directa. Se presentan en este trabajo una serie de consideraciones para adecuar el Protocolo de ensayo al caso de uniones entre materiales disimilares.

**Abstract.** The Protocol for the determination of the mode I Adhesive Fracture Energy,  $G_{IC}$ , of structural adhesive joints using the double cantilever beam (DCB) specimen has been developed by B. R. K. Blackman and A. J. Kinloch. However, this standard specifies a method only valid when adherends are the same material. When adherends are dissimilar materials this Protocol has not direct application. This paper presents necessary considerations to make ready the method in order to the determination of  $G_{IC}$  of dissimilar materials adhesive joints.

## 1. INTRODUCCIÓN

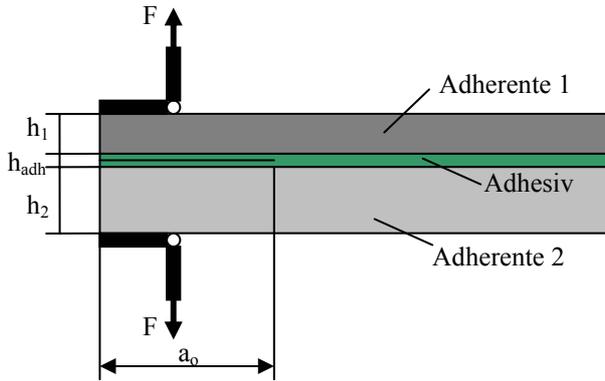
El Protocolo para la determinación de la Energía de Fractura Adhesiva en modo I,  $G_{IC}$ , de adhesivos estructurales usando la probeta de doble viga en voladizo (DCB) ha sido desarrollado por B. R. K. Blackman y A. J. Kinloch bajo los auspicios de la Sociedad Europea de Integridad Estructural (Comité TC4 de Polímeros, Adhesivos y Materiales Compuestos) [1]. Sin embargo, sólo se considera el caso en que los dos adherentes unidos por el adhesivo sean del mismo material. En el caso que se trate de una unión adhesiva establecida entre dos adherentes de distinta naturaleza el Protocolo no es de aplicación directa. Esta situación se da en los denominados Materiales Híbridos: materiales donde se combinan laminados con refuerzo de fibras y matriz polimérica alternando con chapas metálicas delgadas. Su empleo estructural permite una combinación de prestaciones no igualadas por cada uno de los materiales constituyentes por separado. Su empleo en aeronáutica, automoción y construcción naval se encuentra actualmente en fase de investigación. No obstante, las prestaciones alcanzables están fuertemente condicionadas por el comportamiento de la unión adhesiva entre los dos materiales de distinta naturaleza que constituyen el material híbrido: polímero y metal. Es, pues, de la máxima importancia la determinación precisa de la Energía de Fractura Adhesiva en modo I,  $G_{IC}$ , para este tipo de uniones adhesivas disimilares. Se presentan en este trabajo una serie de consideraciones para adecuar el Protocolo de ensayo al caso de uniones

disimilares. El diseño de la probeta de ensayo, la toma de datos durante el mismo, el análisis de dichos datos y los factores de corrección necesarios son analizados, proponiéndose las modificaciones necesarias para mantener la coherencia en los resultados en el caso de las uniones adhesivas entre materiales de distinta naturaleza. Asimismo, se han realizado ensayos con probetas de un material híbrido para la Construcción Naval, **Material Laminado Estructural para la Construcción Naval (MaLECoN)** que está siendo desarrollado en la ETS de Ingenieros Navales de la Universidad Politécnica de Madrid, con láminas de resina viniléster reforzadas con fibra de vidrio E intercaladas entre chapas de acero de 1,5 mm de espesor. Los valores de  $G_{IC}$  así obtenidos son empleados en otra ponencia presentada en esta misma Reunión del Grupo Español de Fractura para dar razón de las propiedades globales del material híbrido objeto de estudio. No se entrará en detalles relativos al ensayo que estén especificados en el Protocolo citado cuando sean indiferentes al hecho de que los dos adherentes sean o no de la misma naturaleza.

## 2. PROBETAS

La probeta de doble viga en voladizo es adecuada para determinar la energía de fractura adhesiva  $G_{IC}$ , de uniones adhesivas estructurales tanto cuando los adherentes sean láminas delgadas de materiales compuestos reforzados con fibras como cuando sean

de naturaleza metálica con relativamente alto módulo elástico, ver Fig. 1.



**Fig. 1.** Geometría de la probeta DCB para uniones adhesivas disimilares.

Cuando los dos adherentes sean de distinta naturaleza su espesor ha de ser diferente de forma que ambos tengan la misma rigidez a flexión ( $E \times I$ ). La Tabla 1 recoge las propiedades mecánicas de los tipos de materiales que se han empleado. Para placas de acero  $h_a=1,5$  mm de espesor (como las utilizadas), el espesor del adherente de matriz viniléster y fibra de vidrio,  $h_c$ , que tiene una rigidez equivalente es:

$$E_a I_a = E_c I_c \quad (1)$$

$$\frac{h_a^3}{h_c^3} = \frac{E_c}{E_a} \quad (2)$$

de donde se obtiene un valor de  $h_c=3,47$  mm.

**Tabla 1.** Propiedades mecánicas de las adherentes utilizados.

MATERIAL	E, GPa	v
Acero	210	0.3
Viniléster / fibra de vidrio	17	0.2

### 3. SOBRE EL PROCEDIMIENTO DE ENSAYO

#### 3.1 Registro de datos

Las cargas y los desplazamiento medidos en la máquina de ensayos deben ser registrados, bien sobre papel o electrónicamente durante todo el ensayo, incluyendo el ciclo de descarga. Si se utiliza una máquina de ensayos con registro en papel, se recomienda utilizar las siguientes relaciones entre la velocidad de desplazamiento de mordazas y la velocidad del papel. Cuando se ensayen uniones con adherentes metálicos, se recomienda un valor aproximado para la relación mencionada de 1:100. Cuando los adherentes sean de material compuesto se recomienda un valor aproximado de 1:10. Esto está

relacionado con la velocidad de carga que se recomienda para cada tipo de material. En los epígrafes 3.2 y 3.3 se considera cual ha de ser la velocidad a emplear en el caso de uniones disimilares.

#### 3.2. Etapa de carga inicial

Para iniciar el ensayo desde la grieta introducida como película insertada, se recomienda cargar la probeta a velocidad de desplazamiento de las mordazas constante de 0.1 mm/min para uniones con adherentes metálicos ó 1.0 mm/min para uniones con adherentes de material compuesto de matriz polimérica reforzada con fibras.

Para uniones adhesivas entre adherentes de distinta naturaleza, uno metálico y otro de material compuesto de matriz polimérica reforzada con fibras, se debe cargar la probeta a velocidad de desplazamiento de mordazas constante de 1.0 mm/min (la más alta), porque si se utilizara la velocidad más baja se podrían inducir efectos viscoelasto-plásticos en el material compuesto y la energía no se estaría empleando solamente en la creación de nueva superficie de fractura. Tras el primer inicio de propagación, la probeta ha de ser descargada por completo para volver a reiniciar el ensayo desde la pregrieta recién creada.

#### 3.3. Etapa de recarga: ensayo de pregrieta en modo I

Para ensayar desde la pregrieta en modo I, que ha sido formada como resultado de la etapa anterior, se recomienda cargar la probeta a velocidad constante de desplazamiento de mordazas de 0.1 mm/min para uniones con adherentes metálicos ó 1.0 mm/min para uniones con adherentes de material compuesto de matriz polimérica reforzada con fibras.

Para uniones adhesivas entre adherentes de distinta naturaleza, uno metálico y otro de material compuesto de matriz polimérica reforzada con fibras, se debe cargar la probeta a velocidad constante de desplazamiento de mordazas de 1.0 mm/min (la más alta), porque si se utiliza la velocidad más baja se podrían introducir efectos viscoelastoplásticos en el material compuesto y la energía no se estaría empleando solamente en la creación de nueva superficie de fractura.

### 4. DISTRIBUCIÓN DE TENSIONES EN EL VÉRTICE DE GRIETA

La distribución de tensiones en el vértice de grieta será asimétrica aunque la flexibilidad de las dos partes de la probeta sea la misma y, por tanto, la zona de proceso frente al vértice de grieta será también asimétrica, Fig. 2. En consecuencia, probablemente se desvíe el plano de propagación de la grieta con lo que no mediríamos la  $G_{IC}$  adhesiva. La fisura no se propagará a través del adhesivo sino que tenderá a propagarse por la interfase

adhesivo-adherente con una mayor densidad de energía de deformación. Si no medimos el valor de  $G_{IC}$  correctamente, el valor medido será un valor muy similar siempre que la preparación superficial de los adherentes se haya realizado correctamente, y el desvío producido en el plano de propagación de la grieta sea debido a la asimetría de la distribución de tensiones y no a una deficiente preparación superficial. Sería poco probable que la grieta se propagara a través del adherente y entonces sí que el valor obtenido de la  $G_{IC}$  no tendría nada que ver con lo que se pretende medir.

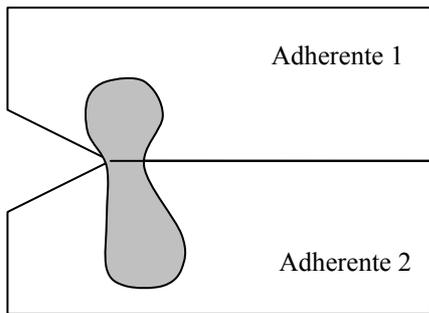


Fig. 2. Zona de procesamiento asimétrica.

## 5. PLASTIFICACIÓN DEL ADHERENTE

La Fig. 3 muestra la curva fuerza-desplazamiento para un ciclo completo de carga, propagación y descarga obtenida durante el ensayo en modo I de la pregrieta introducida.

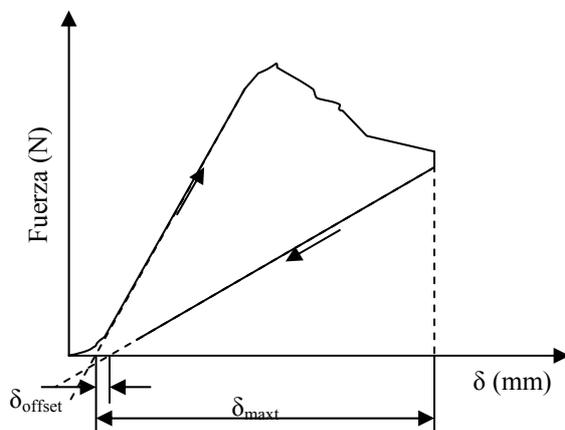


Fig. 3. Curva fuerza-desplazamiento típica para las etapas de carga, propagación y descarga

Tanto para el tramo de carga como para el de descarga, una vez concluido el ensayo deben dibujarse las líneas rectas que mejor se ajusten a los datos registrados, ignorando cualquier no linealidad inicial debida a los ajustes del sistema de carga. Estas líneas han de ser extrapoladas hasta su intersección con el eje de desplazamientos, es decir, para fuerza cero.

La distancia entre los puntos de intersección de estas dos líneas con el eje de desplazamientos se denomina

$\delta_{offset}$ . El valor máximo de desplazamiento obtenido durante el ensayo se denomina  $\delta_{max}$ . El valor de  $\delta_{offset}/\delta_{max}$  debe ser determinado al final de cada ensayo, y está relacionado con la deformación plástica experimentada por los adherentes. Si no existe ninguna deformación plástica se cumple que  $\delta_{offset}=0$ .

Cuando tiene lugar deformación plástica de los adherentes durante el ensayo de fractura es posible observarla visualmente cuando la deformación es grande: tras retirar la carga al final del ensayo los sustratos permanecen doblados, siendo aparente la separación entre ambos.

La experiencia muestra que podemos sospechar que los sustratos se han deformado plásticamente cuando:

$$\delta_{offset}/\delta_{max} \geq 0.05 \quad (1)$$

lo que obliga a desechar el ensayo.

Para no desechar ensayos después de haber sido completada su realización, es interesante disponer de un criterio de plastificación del sustrato metálico que nos permita detener el ensayo antes de que tenga lugar la deformación irreversible.

Para ello debemos calcular la flecha para la cual se alcanzarán las condiciones de plastificación de una viga en voladizo (sustrato metálico) de longitud  $a$  (longitud de grieta). Podemos obtener de esta manera una curva que relacionará los valores de  $\delta$  por encima de los cuales se producirá la plastificación con los valores de longitud de zona despegada, que denominaremos *curva de plastificación*.

El anterior planteamiento nos conduce a la siguiente expresión:

$$\delta_p = \frac{4}{3} \frac{\sigma_y}{Eh} a^2 \quad (2)$$

Por otra parte, durante el ensayo, iremos midiendo los valores de  $\delta$  y los tamaños de longitud de grieta correspondientes, obteniéndose así otra curva,  $a=f(\delta)$ , que denominaremos *curva de ensayo*. Cuando la curva de ensayo corte a la de plastificación será necesario detener el ensayo y proceder a la descarga completa de la probeta; de otra manera, si seguimos aumentando el desplazamiento habremos empezado la plastificación del sustrato metálico y el ensayo no será válido.

## 6. DETERMINACIÓN DE VALORES DE $G_{IC}$

Aplicando la teoría simple de vigas, la energía de fractura adhesiva,  $G_{IC}$  puede ser calculada mediante la expresión:

$$G_{IC} = \frac{P^2}{2B} \frac{\partial C}{\partial a} \quad (3)$$

Donde C es la flexibilidad y está dada por el desplazamiento dividido por la carga,  $\delta/P$ . Para capas delgadas de adhesivo se ha demostrado, [2, 3], por teoría simple de vigas que  $\partial C/\partial a$  se puede expresar de la forma:

$$\frac{\partial C}{\partial a} = \frac{8}{EB} \left( \frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h} \right) \quad (4)$$

Donde E es el módulo de Young del adherente. Este valor del módulo debe ser medido con un ensayo independiente específico para la medida de este módulo.

De esta forma, combinando las ecuaciones (3) y (4) se llega a:

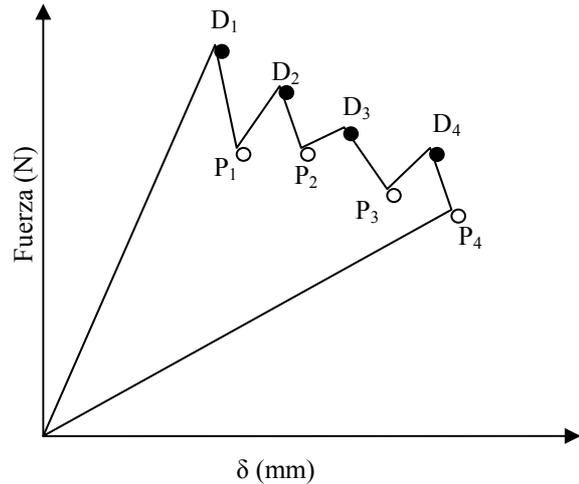
$$G_{IC} = \frac{4P^2}{EB^2} \left( \frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h} \right) = \frac{4P^2}{EB^2} \cdot m \quad (5)$$

Donde h es el espesor del adherente que constituye la viga.

En el caso que los adherentes sean de distinta naturaleza, el valor de  $\partial C/\partial a$  para los dos adherentes deben ser idénticos, y para el cálculo de  $G_{IC}$  mediante (5) se deben emplear los valores de E y h del acero o bien los correspondientes al material compuesto.

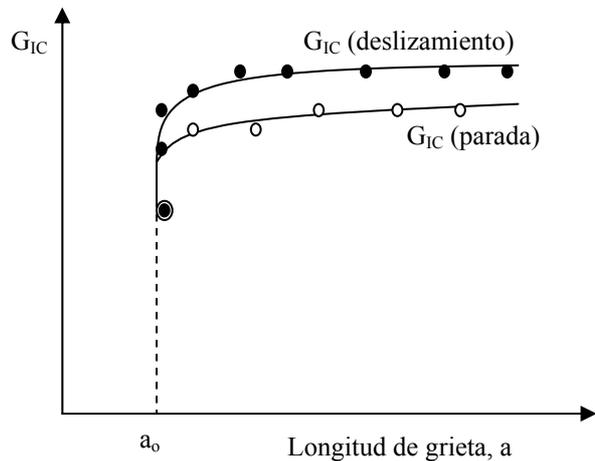
## 7. PROPAGACIÓN INESTABLE DE ZONA DESPEGADA

En el caso de uniones adhesivas entre materiales disimilares es frecuente observar una propagación inestable de la zona despegada durante la realización de ensayos de fractura con la probeta DCB. La propagación tiene lugar mediante episodios de “deslizamiento-parada”, con propagación mediante deslizamientos cortos separados por períodos en los cuales la grieta se detiene. La Fig. 4 muestra un ejemplo esquemático de la curva fuerza-desplazamiento para un ensayo con propagación inestable. Algunas veces la propagación puede ser parcialmente estable y parcialmente inestable. Las razones para este tipo de comportamiento no están aún bien comprendidas.



**Fig. 4.** Curva fuerza-desplazamiento esquemática mostrando un comportamiento inestable durante la propagación.

Cuando se observa la propagación mediante episodios de “deslizamiento-parada” no es posible monitorizar la propagación de la grieta de la manera exigida por el Protocolo de ensayo [1]. En cada caso lo que se conocerá serán las longitudes de grieta para cada punto de parada. Entre un punto de parada y el siguiente inicio de propagación la grieta, obviamente, permanecerá estacionaria. Tras la rotura completa de la probeta se podrán observar directamente sobre la superficie de fractura las líneas de parada, y de esta manera medir de forma más precisa las longitudes de grieta [4].



**Fig. 5.** Curva-R esquemática con banda de valores de  $G_{IC}$  limitada por los eventos de iniciación de la propagación y los de parada.

Utilizando los valores de carga, desplazamiento y longitudes de grieta en los puntos de iniciación y parada, se podrán obtener utilizando la ecuación (4) - obtenida a partir de la teoría simple de vigas- los valores correspondientes de  $G_{IC}$  (deslizamiento) y  $G_{IC}$  (parada). Esto dará lugar a la obtención de una curva-R que muestra una banda de dispersión de los valores de

Energía de Fractura Adhesiva [5] entre un límite superior, marcado por la curva-R correspondiente a los eventos de inicio de propagación, y un límite inferior correspondiente a los eventos de parada de la propagación, ver Fig. 5.

## 8. CONCLUSIONES

La Energía de Fractura Adhesiva juega un papel determinante en las propiedades globales de los materiales híbridos [6]. La determinación de la Energía de Fractura en uniones adhesivas entre adherentes de la misma naturaleza está bien establecida y el procedimiento recogido en protocolos de medida que han sido contrastados mediante ensayos de comparación interlaboratorios. No obstante, en el caso de uniones adhesivas entre adherentes de distinta naturaleza, como es el caso de los materiales compuestos híbridos, los protocolos de ensayo no son de aplicación directa sino que es preciso introducir una serie de correcciones:

1. Es necesario que cada uno de los adherentes tenga un espesor tal que las rigideces a flexión de ambos miembros sean equivalentes.
2. La velocidad de carga, que en principio es diferente para cada tipo de material, ha de ser seleccionada de manera que se eviten fenómenos viscoelastoplásticos en el adherente polimérico.
3. La diferencia de propiedades mecánicas entre ambos adherentes provoca una asimetría en la zona de proceso frente al vértice de grieta. Esto puede traducirse en una desviación del frente de propagación de la superficie despegada.
4. La plastificación del adherente metálico puede conducir a la invalidación del ensayo a posteriori. Un cálculo de las condiciones de plastificación en función de la longitud de zona despegada, y la comparación con los valores reales de avance de grieta en función del desplazamiento de mordazas, puede servir como criterio para detener el ensayo antes de que se produzca la plastificación del sustrato.
5. La propagación inestable de zona despegada, con episodios de avance y parada, da lugar inevitablemente a la definición de dos valores límites de  $G_{IC}$  que en la práctica equivale a una dispersión del valor experimental de la Energía de Fractura Adhesiva.

## REFERENCIAS

- [1] Blackman, B. R. K. y Kinloch, A. J., "Protocol for the Determination of the Mode I Adhesive Fracture Energy,  $G_{IC}$ , of Structural Adhesives using the Double Cantilever Beam (DCB) and Tapered Double Cantilever Beam (TDCB) Specimens", Version 00-08. (2000).
- [2] Mostovoy, S., Crosley, P. B. y Ripling, E. J., "Use of Crack-Line Loaded specimens for Measuring Plane-Strain Fracture Toughness", *J. of Materials*, 2, 661-681 (1967).
- [3] Kinloch, A. J., "Adhesion and Adhesives: Science and Technology", Chapman and Hall, London, 264-296 (1987).
- [4] Blackman, B. R. K., Dear, J.P., Kinloch, A. J. y Osiyemi, S., "The Calculation of Adhesive Fracture Energies from DCB test Specimens", *Journal of Materials Science Letters*, 10, 253-256 (1991).
- [5] Brunner, A. J., Tanner, S., Davies, P. y Wittich, H., "Interlaminar Fracture testing of Unidirectional Fibre-Reinforced Composites: Results from ESIS-Round Robins" in: *Composites Testing and Standardisation ECCM-CTS 2*, (Hogg, P.J., Schulte, H. y Wittich, H., eds.), Woodhead Publishing, 523-532 (1994).
- [6] Suárez, J.C., Miguel, S., Diez de Ulzurrun, I., Pinilla, P., Herreros, M.A. y López, F., "Modos de Fallo en un Material Híbrido Estructural para Construcción Naval: *MaLECoN*", *Anales de Mecánica de la Fractura*, 21, (2004, para ser publicado).