

APLICACIÓN DEL ANÁLISIS DINAMO-MECÁNICO A LA DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES CRÍTICAS EN FATIGA DE MATERIALES POLIMÉRICOS

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

Dpto. de Ciencia e Ingeniería del Terreno y los Materiales. E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos
Universidad de Cantabria. Avda. Los Castros s/n. 39005. Santander. España
E-mail: carrasci@unican.es

RESUMEN

La técnica de análisis dinamo-mecánica (DMA), incluida en el grupo de las técnicas de análisis térmico, es una de las herramientas más potentes para el estudio de la influencia de la estructura molecular sobre las propiedades físicas de los polímeros, ya que tiene una gran sensibilidad para detectar cambios de movilidad interna de las moléculas. Una de las aplicaciones más extendidas es la determinación de la temperatura de transición vítrea de este grupo de materiales.

Ante un proceso de fatiga que provoca deformaciones mecánicas macroscópicas repetidas, en los materiales poliméricos se produce un reajuste molecular interno, que se puede hacer más evidente debido al incremento de temperatura ocasionado por el calentamiento generado internamente debido a la fatiga. Estos cambios internos se pueden manifestar al exterior por medio de magnitudes dinamo-mecánicas.

En este trabajo se propone un modelo para la identificación de las condiciones críticas en un proceso de fatiga a través de un estudio de la evolución del ángulo de desfase entre la señal de tensión aplicada y la deformación medida. Este desfase se obtiene a través de una monitorización directa de las dos señales durante el ensayo o bien de forma indirecta a través de la medida de parámetros energéticos.

El estudio se realiza con probetas de tracción normalizadas de Poliamida 6 sometidas a un proceso de fatiga monótona a diferentes niveles de tensión. Durante el ensayo se monitorizan la tensión, la deformación y el ángulo de desfase entre ellas. Otro parámetro fundamental en el proceso, como es la temperatura, será medido por medio de una cámara termográfica por infrarrojos, la cual permitirá, además de conocer la temperatura de la superficie de la probeta en todo momento, localizar la zona de fallo previamente a su rotura, identificada por ser la de mayor temperatura.

ABSTRACT

The dynamo-mechanic technique (DMA), which is included in the group of thermal analysis techniques, is one of most powerful tests to study the influence of molecular structure on polymer physical properties, since it has a great sensibility to detect internal mobility changes in the molecules. One of the most widespread applications is the glass transition temperature determination for this group of materials.

As a consequence of a fatigue process that promotes mechanical macroscopic repeated deformations, a molecular internal readjustment takes place in polymers, which can become more evident due to the temperature increase caused by the warming internally generated due to fatigue. These internal changes can be detected externally by the detection of dynamo-mechanic changes.

In this paper a model is proposed for the identification of the critical conditions in a fatigue process by a study of the evolution of the phase-difference angle between the sign of applied stress and the measured deformation. This phase-difference angle is obtained by a direct recording of both signs during the test or by measuring the energetic parameters, an indirect way.

The study is performed polyamide 6 tensile test specimens subject to a monotonous fatigue process at different stress levels. During this test the stress, the deformation and the phase difference angle between both of them are recorded. Another key parameter in the process, the temperature, will be measured by means of a thermographic camera, which will inform about the surface temperature of the specimen at all time, and about the location of the crack initiation point before the failure. This failure point is identified by its higher temperature.

PALABRAS CLAVE: Análisis dinamo-mecánico, ángulo de desfase, fatiga, poliamida.

1. INTRODUCCIÓN

La técnica de análisis dinamo-mecánico (DMA), incluida en el grupo de las técnicas de análisis térmico, es una de las herramientas más potentes para el estudio de la influencia de la estructura molecular sobre las propiedades físicas de los polímeros, ya que tiene una gran sensibilidad para detectar cambios de movilidad interna de las moléculas. Una de las aplicaciones más extendidas es la determinación de la temperatura de transición vítrea de este grupo de materiales.

Ante un proceso de fatiga que provoca deformaciones mecánicas macroscópicas repetidas, en los materiales poliméricos se produce un reajuste molecular interno, que se puede hacer más evidente debido al incremento de temperatura ocasionado por el calentamiento generado internamente debido a la fatiga. Estos cambios internos se pueden manifestar al exterior por medio de magnitudes dinamo-mecánicas.

Para este trabajo se ha seleccionado un material con una temperatura de transición relativamente baja para que durante el proceso de fatiga sea fácil poder superar esta barrera y así poder comprobar cuales son los cambios que se producen.

El principal parámetro a analizar será el ángulo de desfase entre las señales de esfuerzo y de deformación. La obtención del mismo será directa a través de un software específico que permitirá su monitorización en tiempo real. En análisis posteriores se tratará de obtener este ángulo a partir de la medición de las energías disipadas y almacenadas por ciclo, como ya se ha realizado en trabajos anteriores.

Para la registrar las temperaturas se empleará una cámara termográfica de infrarrojos, que permitirá la medida sin contacto, evitando posibles errores por fricción entre sonda y material.

2. MATERIAL EMPLEADO

Para el desarrollo de este trabajo se ha empleado Poliamida 6 (PA6) inyectada en probetas con forma de halterio tipo 1B según UNE-EN ISO 527-2 [1], cuya geometría y dimensiones se reflejan en la figura 1.

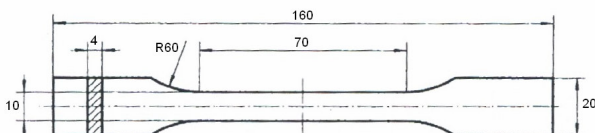


Figura 1.- Dimensiones de las probetas empleadas

La PA 6 es un material altamente higroscópico y la absorción de humedad puede alterar significativamente sus propiedades mecánicas, especialmente las dinámicas. Por esta razón, previamente, se determinó el contenido de humedad y comportamiento estático, para

poder acotar el rango de trabajo en fatiga dentro del campo elástico. La humedad se situó en torno al 2.8 %. El comportamiento mecánico estático de una PA6 con un contenido de agua similar (3 %), se muestra en la figura 2.

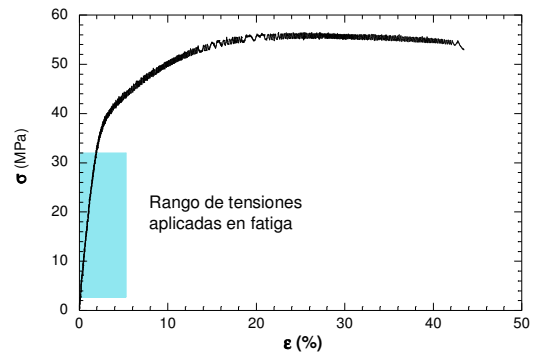


Figura 2.- Comportamiento de la PA6 con H=3%

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Se realizaron ensayos de fatiga monótona a temperatura ambiente, empleando una máquina servohidráulica de 5 kN de capacidad. Para todos los ensayos se mantuvo constante el nivel mínimo y se fue variando el valor máximo según se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Parámetros de carga empleados en fatiga

Ensayo	F _{max} (kN)	F _{min} (kN)	σ _{max} (MPa)	σ _{min} (MPa)	Δσ (MPa)
1	1400	100	32.5	2.3	30.2
2	1300	100	30.2	2.3	27.9
3	1200	100	27.9	2.3	25.6
4	1150	100	26.7	2.3	24.4
5	1100	100	25.6	2.3	23.3
6	1000	100	23.3	2.3	21.0

Durante los ensayos de fatiga se monitorizan la carga aplicada y la deformación de la probeta en base a la medida del desplazamiento del actuador de la máquina de ensayo.

A lo largo del ensayo de fatiga se realizará un análisis dinamo-mecánico con una diferencia respecto al método tradicional, la temperatura de la probeta será generada internamente por el componente por efecto de la carga cíclica, en lugar de recurrir a una fuente externa.

Por tanto la temperatura de la probeta es otra magnitud fundamental a determinar. La medida se realiza sin contacto, para evitar rozamientos con la sonda en el proceso de fatiga. Se emplea una cámara termográfica de infrarrojos equipada con un software que permite monitorizar la temperatura en ocho puntos de la probeta repartidos a lo largo del fuste de la misma.

Debido al contenido de humedad presente en el material, es complicado obtener la T_g del material a partir de la bibliografía por lo que se recurre a la técnica

de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para poder obtenerla con precisión.

Los ensayos de fatiga se realizaron en control de carga aplicando un esfuerzo sinusoidal de amplitud F_0 en torno a un nivel medio F_m , obteniéndose una respuesta similar para el desplazamiento pero desfasada un ángulo δ y con amplitud Δ_0 y nivel medio Δ_m , ecuaciones (1) y (2) y Figura 3.

$$F = F_m + F_0 \text{sen} \omega t \tag{1}$$

$$\Delta = \Delta_m + \Delta_0 \text{sen}(\omega t - \delta) \tag{2}$$

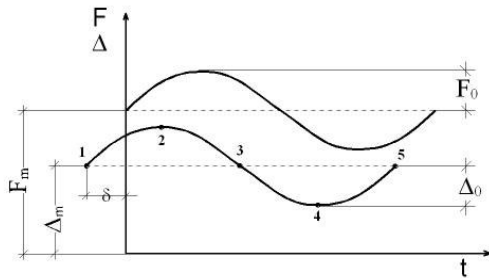


Figura 3.- Desfase entre carga y desplazamiento

El valor del ángulo de desfase se puede obtener a partir de un análisis energético por ciclo [2, 3 y 4]

La energía disponible dentro de un ciclo entre dos instantes de tiempo t_i y t_{i+1} se obtiene a partir de:

$$E_{t_i/t_{i+1}} = \int_{t_i}^{t_{i+1}} dE = \int_{t_i}^{t_{i+1}} F \cdot d\Delta \tag{3}$$

Esta energía total puede descomponerse, tal como se ve en la Figura 4, en energía disipada, representada por el bucle de histéresis y energía almacenada recuperada por la placa tras finalizar el ciclo.

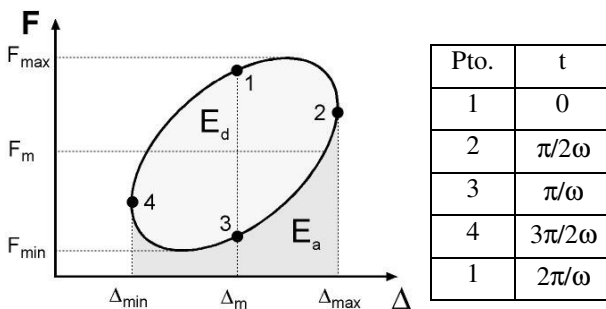


Figura 4.- Energía almacenada y disipada

La energía disipada por ciclo se puede obtener como el área encerrada por el bucle:

$$E_d = \oint dE = \int_0^{2\pi} dE = \pi F_0 \Delta_0 \text{sen} \delta \tag{4}$$

Mientras que la energía almacenada correspondería al área encerrada bajo el bucle, o lo que es lo mismo, la integral cambiada de signo entre los puntos 2 y 4.

$$E_a = (-1) \int_{\frac{2\pi}{\omega}}^{\frac{3\pi}{\omega}} dE = 2F_m \Delta_0 \cos \delta - \frac{\pi}{2} F_0 \Delta_0 \text{sen} \delta \tag{5}$$

Dividiendo la ecuación (4) por la (5) se llega a una expresión que correlaciona el ángulo de desfase con el cociente entre la energía disipada y la almacenada (6).

$$\text{tg} \delta = \frac{4F_m \frac{E_d}{E_a}}{\pi F_0 \left(2 + \frac{E_d}{E_a} \right)} \tag{6}$$

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Los resultados globales obtenidos se reflejan en el clásico diagrama de Wholer de la figura 5 donde también se indica el tipo de rotura sufrido por la probeta.

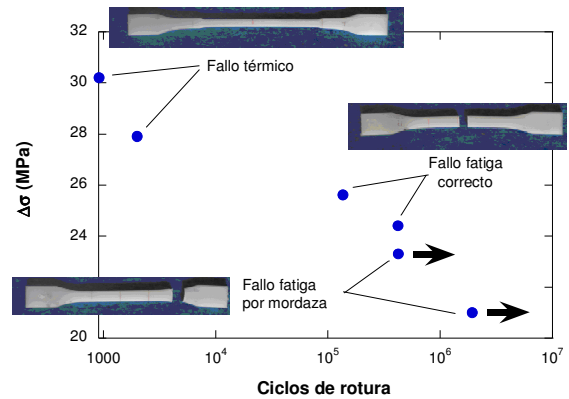


Figura 5.- Diagrama de Wholer y tipo de rotura

Los dos esfuerzos más elevados provocan un fallo térmico que se traduce en la aparición de un cuello de estrangulación en la probeta. Los dos niveles intermedios presentan una rotura correcta, mientras que en los dos más bajas la rotura tuvo lugar en la mordaza.

La figura 6 se representa la evolución de la temperatura de la superficie de la probeta en los diferentes puntos monitorizados. Se puede apreciar una diferencia cercana a los 10 °C entre la parte superior e inferior de la probeta. Esta diferencia térmica ayuda a predecir la zona de rotura, que tendrá lugar en la zona de temperatura más elevada, para este caso concreto.

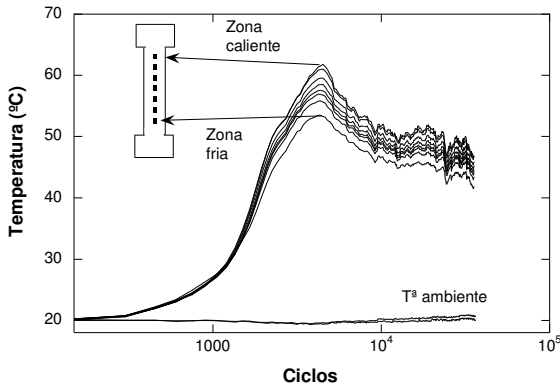


Figura 6.- Evolución de la T^a en uno de los ensayos

A partir de este momento se utilizará en todos los análisis la temperatura más elevada obtenida sobre la probeta.

En la figura 7 se muestra el resultado del DSC, donde se obtuvo una temperatura de transición vítrea, T_g , de 33 °. Para la PA seca la T_g se sitúa en torno a 78 °C, mientras que para PA saturada ($H = 8\%$) puede descender hasta 8 °C [5].

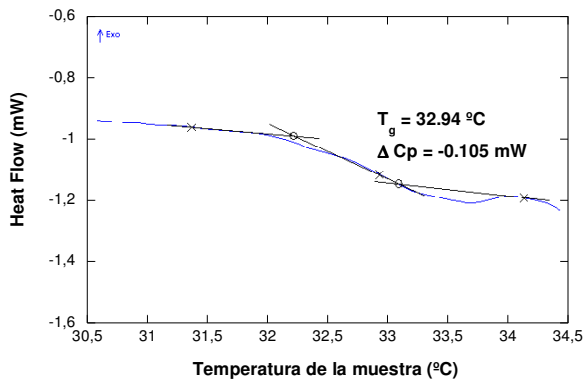


Figura 7.- DSC

En la figura 8 se puede observar la evolución de la temperatura a lo largo de todos los ensayos. Por un error de ejecución no se disponen de datos de temperatura de la probeta más solicitada.

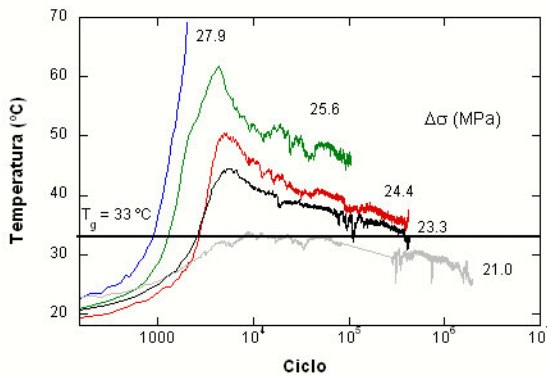


Figura 8.- Evolución de la temperatura

Se comprueba como al principio del ensayo la probeta se calienta rápidamente sin apenas tiempo para intercambiar calor con el ambiente. El calentamiento es creciente con el nivel tensional. Alcanzado el valor máximo del mismo, la disipación de calor supera a la generación interna del mismo, por lo que la temperatura en superficie comienza a disminuir e intenta estabilizarse [6]. Las dos probetas más solicitadas muestran un calentamiento creciente hasta que se produce el fallo (aparición de un cuello de estricción). La probeta menos solicitada no llega a superar la T_g , ni en el tramo inicial de calentamiento.

La figura 9 muestra la evolución de la temperatura máxima y la del momento de rotura comprobándose que la diferencia entre ellas se acorta a medida que disminuye la sollicitación, a pesar de que los tiempos de ensayo aumentan.

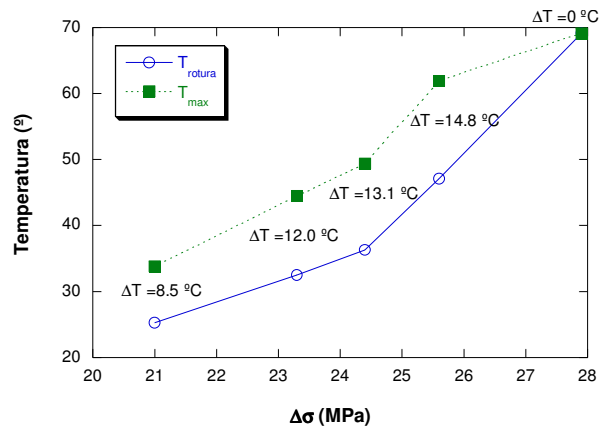


Figura 9.- Temperaturas máximas y de rotura

El desfase se ha obtenido directamente a partir del software empleado y se ha contrastado con el valor obtenido a partir de la expresión (6). Las diferencias obtenidas son mínimas como puede verse, por ejemplo, en la figura 10 que corresponde a la probeta con $\Delta\sigma = 25.5$ MPa. Para las tres probetas ensayadas por debajo de este nivel la diferencia se mantiene en todos los casos por debajo del 5 %. Sin embargo, para las dos probetas con fallo térmico los resultados no coinciden.

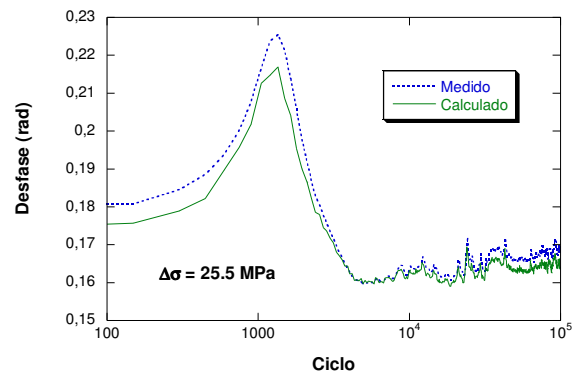


Figura 10.- Desfase medido y calculado

La evolución del ángulo de desfase en todos los casos sigue un patrón similar (Figura 11).

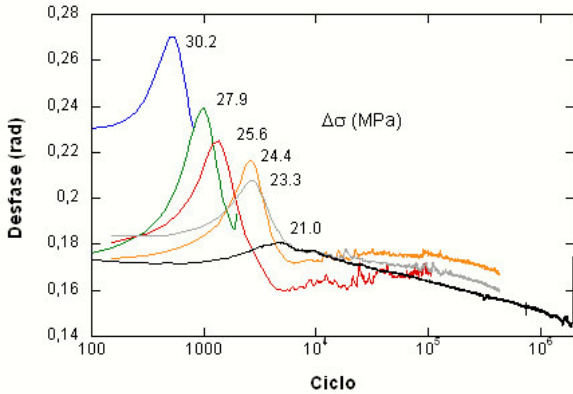


Figura 11.- Evolución del desfase con el nº de ciclos

Inicialmente, la probeta a temperatura ambiente muestra un desfase creciente durante el proceso de calentamiento por fatiga hasta un valor máximo, que como se puede apreciar en la figura 12 mantiene una relación lineal con la tensión aplicada.

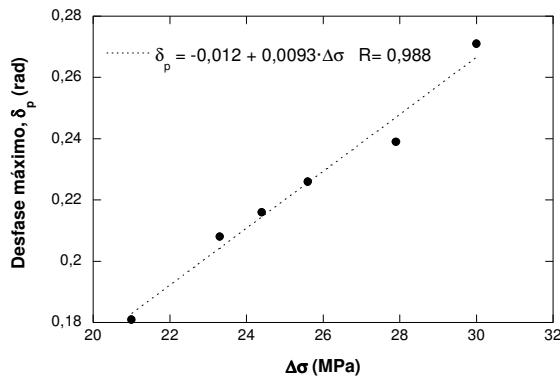


Figura 12.- Relación desfase máximo y esfuerzo

Al realizar una representación típica de un análisis dinamo-mecánico, es decir, ángulo de desfase frente a temperatura (Figura 13), se puede apreciar claramente que el pico del desfase tiene lugar para una temperatura constante que coincide con la T_g medida por DSC.

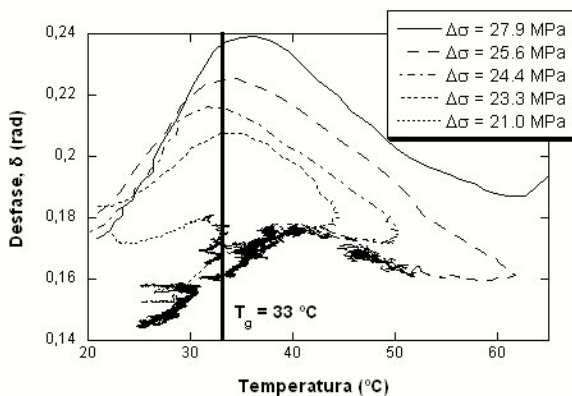


Figura 13.- Análisis dinamo-mecánico ($\delta-T^\alpha$)

El mismo resultado se obtiene representando la relación entre áreas disipadas y almacenadas por ciclo, como se puede observar en la figura 14

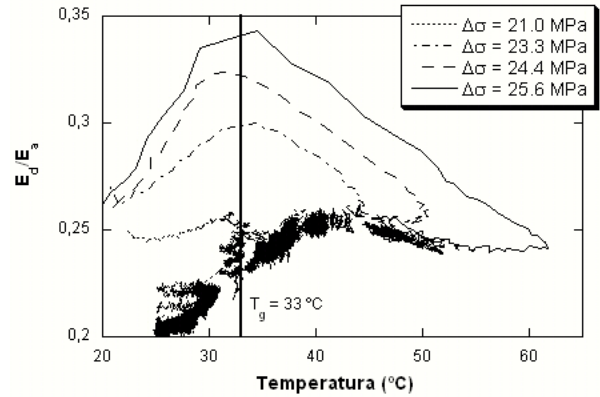


Figura 14.- Evolución de E_d/E_a frente a la T^α

Una vez alcanzada la T_g , el ángulo de desfase desciende mientras la temperatura sigue creciendo hasta alcanzar el valor de temperatura más elevado del ensayo, como se puede apreciar en la Figura 15. La relación de energías muestra un comportamiento similar, como se observa en la misma figura.

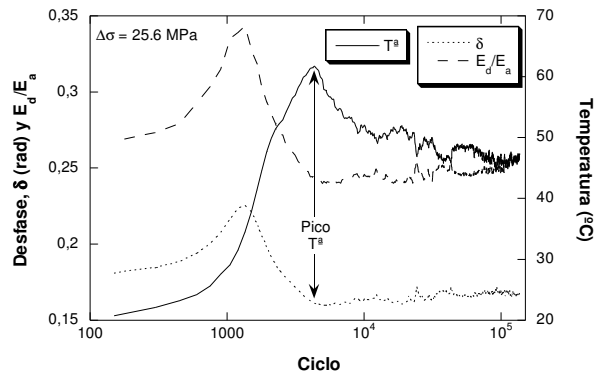


Figura 15.- Influencia de la T^α en el desfase

Una vez superado el pico de temperatura las probetas se han comportado de formas diferentes en función de la tensión aplicada. En las dos probetas más solicitadas (fallo térmico) inmediatamente se produce el fallo apareciendo la estricción. Para el siguiente nivel tensional, el que se recoge en la figura 15, el ángulo de desfase muestra una tendencia creciente hasta que se produce la rotura, que es correcta. Si se sigue disminuyendo la tensión, $\Delta\sigma = 24,4$ MPa (figura 11), el ángulo comienza creciente, pero al disminuir la temperatura de los 40 °C se convierte en decreciente y continúa así hasta la rotura, que también es correcta. Para los dos niveles tensionales inferiores, el ángulo disminuye con pendiente decreciente tendiendo a estabilizarse, pero en ambos casos la rotura tuvo lugar antes de tiempo por tratarse de una rotura incorrecta por mordaza.

En la figura siguiente se puede comprobar la enorme influencia que la temperatura ejerce sobre el ángulo de desfase, incluso fuera de la zona de transición en torno a

T_g . En la zona estacionaria de la probeta menos solicitada se puede apreciar que tanto el desfase como la propia temperatura de la probeta siguen perfectamente los cambios sufridos por la temperatura ambiente. Sobre las curvas de desfase y/o temperatura de la probeta se puede discernir perfectamente entre los períodos de noche y día, correspondiendo la noche a un descenso de ambos parámetros.

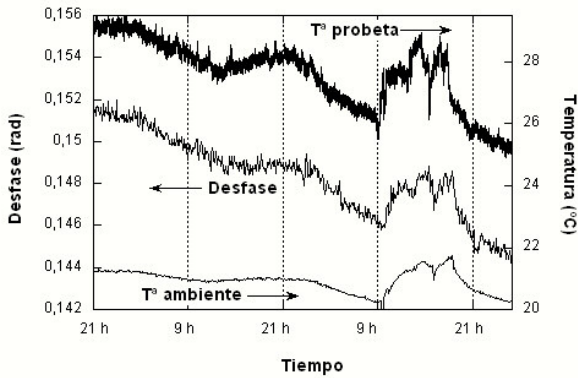


Figura 16.- Influencia de la T^a ambiente sobre el ángulo de desfase y la T^a de la probeta

Por último, una vez constatada la influencia de la tensión aplicada con el desfase máximo alcanzado, δ_p y con el número de ciclos a los que se produce este pico del desfase, N_p , en la figura 17 se comprueba que entre estos parámetros y el número de ciclos a rotura en fatiga, N_R , existe una correlación potencial.

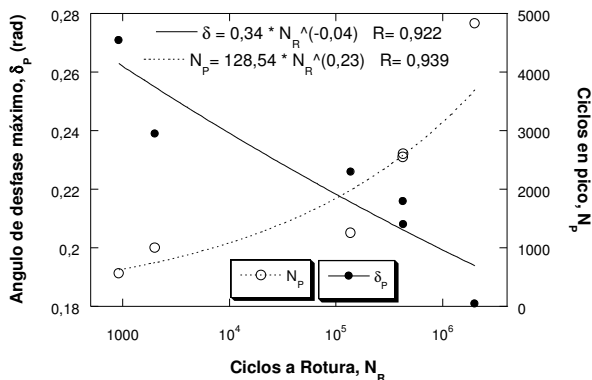


Figura 17.- Relación entre δ_p , N_p y N_R

5. CONCLUSIONES

La termografía infrarroja es un método apropiado para la medida de la temperatura superficial en ensayos de fatiga, ya que se evita la posible fricción entre la sonda de contacto y el material que provocaría un error en la medida. Este método de medida permite, además, localizar la posible zona de fallos del material, por tratarse de la zona que alcanza mayores temperaturas.

El ángulo de desfase entre la señal de carga y deformación en la fatiga de probetas de poliamida, que

no fallen térmicamente, puede obtenerse a partir del coeficiente entre las energías disipadas y almacenadas en cada ciclo.

El ángulo de desfase de la PA durante un proceso de fatiga es creciente hasta alcanzar la T_g . Alcanzado este valor el desfase decae rápidamente mientras la temperatura esté creciendo. Una vez alcanzado el valor máximo de temperatura, pueden ocurrir varias situaciones. La primera sería un crecimiento rápido del desfase, lo cual equivaldría a un fallo de tipo térmico. La segunda, un crecimiento moderado del desfase, originaría un fallo por fatiga más o menos prematuro. Por último, si el desfase es decreciente y la temperatura se mantiene por debajo de la T_g se puede suponer que está por debajo del límite de fatiga del material. Habría otra situación que no ha quedado muy clara en este trabajo y que será objeto de trabajos futuros y es aquella en la que el desfase es decreciente pero por encima de la T_g .

El ángulo de desfase, así como la temperatura del material durante un ensayo de fatiga son fácilmente alterables por pequeños cambios en la temperatura ambiente en periodos estacionarios del ensayo.

Se ha podido correlacionar a partir de una expresión potencial el número de ciclos a rotura tanto con el máximo desfase medido en el pico de la T_g , como con el número de ciclos transcurridos hasta la aparición del pico.

REFERENCIAS

- [1] UNE-EN ISO 527-2:1997. Plásticos. Determinación de las propiedades en tracción. Parte 2: Condiciones de ensayo de plásticos para moldeo y extrusión.
- [2] Carrascal, I., Casado, J.A., Varona, J.M., Polanco, J.A. y Gutiérrez-Solana, F. Determinación del fallo por fatiga en base a consideraciones energéticas de componentes de PA 6.6 reforzada con fibra de vidrio. Anales de Mecánica de la Fractura. Vol 21. 2004.
- [3] Casado, J.A., Carrascal, I., Polanco, J.A. y Gutiérrez-Solana. Fatigue failure of short glass fibre reinforced PA 6.6 structural pieces for railway track fasteners. Engineering Failure Analysis. 13. 2006
- [4] Carrascal, I. Optimización y análisis de comportamiento de sistemas de sujeción para vías de ferrocarril de alta velocidad española. Tesis doctoral. Santander. 2006.
- [5] Ehrenstein, G. W., Polymeric materials, Hanser Publishers, Munich, 2001.
- [6] Crawford, R. J., Plastics Engineering, Butterworth-Heinemann. Oxford. Third edition. 1998.