

CARACTERIZACIÓN DE UN COMPOSITE TERMOPLÁSTICO REFORZADO CON TEJIDO DE FIBRA DE VIDRIO MEDIANTE EL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONAMIENTO

M. A. García¹, J. Viña¹, A. Argüelles², I. Viña²

¹ Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Escuela Politécnica Superior de Ingeniería. Campus de Viesques. Edificio Este s/n, 33204 Gijón
E-mail: magarc@uniovi.es

² Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación, Escuela Politécnica Superior de Ingeniería. Campus de Viesques. Edificio Oeste s/n, 33204 Gijón

RESUMEN

En esta comunicación se presenta la aplicación del ensayo miniatura de punzonamiento (SPT: Small Punch Test) en la caracterización de un material compuesto de matriz termoplástica y refuerzo de fibra de vidrio E dispuesto en forma de tejido 2/2 Twill.

Se han realizado ensayos tanto a temperatura ambiente (aproximadamente 20°C) como a temperaturas de 100, 120 y 150°C con objeto de evaluar las posibles modificaciones producidas en el comportamiento del material por causa de la temperatura e intentar correlacionar los datos obtenidos en la curva experimental del ensayo con propiedades mecánicas fundamentales del material como el límite elástico y la resistencia mecánica. Las probetas utilizadas son cuadradas y tienen unas dimensiones de 10x10 mm² de sección y espesor 1,6 mm. Asimismo y para la temperatura ambiente ha sido analizada la evolución del proceso de daño realizando un seguimiento fractográfico paralelamente a la realización del ensayo.

PALABRAS CLAVE: Ensayo miniatura de punzonamiento. Composites. Propiedades Mecánicas

ABSTRACT

This paper presents the application of the small punch test (SPT) for the characterization of composites with thermoplastic matrix and reinforced with E-glass fiber fabric (2/2 Twill).

The tests have been carried out as ambient temperature ($\cong 20^{\circ}\text{C}$) as 100, 120 and 150°C. The objectives were to evaluate the variations in the behaviour of the material because of temperature and to look for a relation between the values obtained from the experimental curve of the test and the mechanical properties of the material, this is, the yield strength and the ultimate strength. The specimen shape is square with dimensions of 10x10 mm² and a thickness of 1.6 mm. Also, in ambient temperature, the evolution of the damage process has been analysed with a fractographic study.

KEYWORDS: Small punch test. Composites. Mechanical properties.

1. INTRODUCCIÓN

En el campo de los materiales diversos factores impulsan la mejora de los productos existentes o el desarrollo de nuevos materiales: reducción de peso, respuesta en cuanto a propiedades mecánicas en ambientes agresivos, resistencia a la corrosión y banda de precios. En la fabricación de elementos estructurales se ha notado un incremento importante en los últimos años en la utilización de materiales compuestos avanzados. Así materiales tradicionales como el acero, aluminio, madera van cediendo campo de aplicación a los compuestos avanzados, con los que se consiguen mejores propiedades específicas. En particular, los materiales compuestos de matriz polimérica, como por ejemplo, los composites reforzados con fibra de vidrio o

con fibra de carbono presentan excelentes relaciones resistencia/peso y rigidez/peso que los hace idóneos en determinados sectores productivos.

Las características especiales que tiene el proceso de diseño estructural de piezas en materiales compuestos es un factor adicional que ha limitado su generalización. El diseño de un elemento de material compuesto pasa por diseñar la geometría del elemento y la configuración del propio material. Dado que las posibilidades de conseguir composites que presenten diferentes configuraciones son ilimitadas, la caracterización con ensayos sobre el propio material es muy costosa y difícilmente generalizable a otras configuraciones.

Ya centrándose en el ensayo SPT se puede decir que comenzó a desarrollarse a principio de los años 80 con aplicaciones en la industria energética para caracterizar la resistencia a la fractura y la ductilidad de materiales metálicos. En la última década el SPT se ha aplicado en la caracterización de materiales poliméricos [1] [2]. En el caso de materiales compuestos el desarrollo de técnicas para determinar las propiedades mecánicas puede resultar particularmente ventajosa debido a la pequeña geometría y volumen de la muestra.

En la actualidad la evaluación de las propiedades mecánicas así como la valoración de datos de propiedades mecánicas por medio de ensayos de resistencia se asocia con elevados costes de fabricación debido a las dificultades de mecanización de este tipo de materiales si se compara con materiales tradicionales como los metales y sus aleaciones. En el caso del SPT estos costes son reducidos.

Por otra parte los ensayos de tracción de materiales compuestos y en general de los materiales frágiles se complica debido a la necesidad de probetas perfectamente alineadas y superficies libres de defectos. Por estos motivos este nuevo ensayo es interesante en investigación y desarrollo de materiales compuestos [3]. Como consecuencia de trabajar con probetas pequeñas la posibilidad de introducir errores aleatorios en los datos obtenidos es considerable de ahí que sean ensayos muy rigurosos en su desarrollo. Entre las técnicas experimentales existentes el SPT es particularmente atractivo por el pequeño tamaño de las probetas sometidas a deformación y su alta sensibilidad microestructural por un lado, y por otro por la facilidad del análisis y correlación de los datos proporcionados con algunas propiedades. La búsqueda de correlaciones entre los datos obtenidos en los ensayos existentes normalizados, y los SPT hacen necesario en un futuro próximo establecer un consenso internacional para la normalización de este tipo de pruebas.

No obstante, los ensayos con probetas miniatura todavía carecen de la normalización necesaria para poder obtener conclusiones de carácter general. Las mismas necesidades que a lo largo de la historia han llevado a la creación de comités técnicos para la elaboración de nuevas normas vuelven a repetirse en la actualidad. El desarrollo de normas para los ensayos con probetas miniatura podría permitir en un futuro poder ampliar el campo de estudio de las propiedades mecánicas de los materiales más allá de hasta donde en estos momentos es posible mediante los ensayos normalizados existentes.

Dentro de la gama de nuevos ensayos, el SPT ha venido consolidándose como un método factible para aplicación en el conocimiento de las propiedades de los materiales, siendo hoy en día uno de los de mayor interés práctico, por la cantidad de información que puede extraerse del mismo y por la relativa sencillez de su implementación.

2. ENSAYO MINIATURA DE PUNZONAMIENTO

Las probetas miniatura han de contener la cantidad de material mínima necesaria que represente las características del material que se ha de examinar. Esto obliga a que haya que tener un especial cuidado con la manipulación de las probetas, utilizando técnicas que minimicen la deformación y provoquen cambios microestructurales del material. El corte de las probetas y los cambios superficiales que se pueden derivar son determinantes para la alteración de la microestructura y tendrían consecuencias fatales en los resultados de los ensayos.

Los punzones con bola consisten en la utilización de un punzón cilíndrico de cabeza plana con una bola en su extremo. La bola ha de tener una dureza tal que no se deforme durante la ejecución del ensayo. Por tal motivo se utilizan bolas de rodamientos con durezas de 55 HRC.

Dispositivos para la medida del desplazamiento.

En el ensayo SPT se obtiene un registro gráfico de la carga frente al desplazamiento. Los valores del desplazamiento producidos durante el ensayo son pequeños. Esto hace que la deformación elástica que experimenta la máquina durante la ejecución del ensayo no se pueda despreciar. Por esta razón el desplazamiento registrado por la máquina durante el descenso de la cruceta no coincide con el experimentado por la probeta. Para corregir el error que se produce y medir con mayor exactitud el desplazamiento se utiliza un extensómetro que mide el desplazamiento relativo del punzón respecto a la matriz inferior fija del equipo de punzonado. El desplazamiento relativo medido incluye el experimentado por la probeta junto con la deformación elástica del punzón, por lo que la medida todavía continúa siendo errónea aunque en menor cuantía que antes. Mediante un ensayo en vacío se puede hacer una estimación de la deformación elástica del punzón en el curso de este ensayo.

3. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 Descripción del material utilizado

Se ha utilizado como material de ensayo un composite de matriz termoplástica PEI reforzado con fibra de vidrio E en forma de tejido 2/2 Twill. Este material ha sido suministrado por "Ten Cate Advanced Composites" en forma de planchas de dimensiones aproximadas de 480x480 mm² y de espesor 1.6 mm. La fracción volumétrica de fibra de vidrio es del 60%.

3.2 Procedimiento experimental

En la actualidad no existe ningún método estandarizado que defina con exactitud las dimensiones del equipo y la forma de desarrollar el ensayo. A pesar de esto pueden exponerse algunas de las principales variantes utilizadas, hasta el momento, en cuanto al procedimiento experimental para la evaluación de materiales mediante el ensayo SPT.

Se pueden utilizar diferentes tamaños y formas diversas de probetas para los ensayos de SPT. De manera general la configuración experimental recomendada para el ensayo SPT consiste en una probeta plana en forma de disco, o cuadrada, que se apoya sobre una cavidad circular y que tras ser sujeta firmemente, es inducida a deformarse en el interior de la cavidad por un penetrador esférico. El resultado de la prueba consiste en un diagrama del tipo carga-desplazamiento que correlaciona la fuerza vertical aplicada al penetrador y la flecha del punto central del disco.

Para el corte de las probetas objeto de ensayo se utilizó una cortadora metalográfica de precisión. Una vez preparadas las probetas se procedió a una caracterización metrológica en profundidad. Para ello se utilizó un micrómetro de caras paralelas con precisión de una micra (0,001mm). En cada una de las probetas se utiliza una de las esquinas para indicar una condición de norte. El criterio seguido para la demarcación de las distintas partes de la probeta se fijó de tal forma que la cara de la probeta que va a estar en contacto con la bola del punzón, la esquina indicada como norte debe quedar del lado superior derecho. Una vez demarcada esta condición toda la probeta puede señalarse mediante orientación cardinal. Se realizaron mediciones del ancho y largo y más minuciosamente del espesor, midiéndose éste en el centro, y en las posiciones Norte, Sur, Este y Oeste de la probeta. Esta operación se repitió dos veces con cada probeta.

Para la realización de los ensayos se utilizó un dispositivo diseñado y fabricado en el laboratorio de Ciencia de Materiales de la Universidad de Oviedo y que ha sido acoplado a una máquina estática Instron dotada de una célula de carga de 5 kN. El ensayo consiste en fijar la periferia de la probeta, empotrándola entre dos matrices, para posteriormente deformar la probeta hasta su rotura utilizando un punzón de cabeza semiesférica con un radio de 3 mm.

La representación gráfica de la curva carga-deflexión obtenida durante el ensayo se utiliza para determinar las propiedades mecánicas de los materiales. Debido a los requerimientos del ensayo se realizó una cuidadosa calibración del extensómetro y posteriormente se determinó la curva de deformación de todo el utillaje empleado en el ensayo cuando es sometido a las cargas propias del ensayo SPT para el tipo de material objeto de estudio. De este modo se estimó la flexibilidad de la máquina, es decir, se valoró la deformación que sufre la propia máquina y el utillaje bajo la aplicación de una

fuerza. Esta deformación debe ser determinada con el fin de corregir los resultados obtenidos, al sumar a la deformación de la probeta la deformación de máquina y utillaje.

Los ensayos en vacío se ejecutaron usando como probeta un bloque de acero rígido de elevada dureza. Con este fin se utilizó un acero con una dureza de 65 Rockwell C. Para la realización de los ensayos EMP se utilizaron valores de precarga y una velocidad para ajuste inicial del punzón de 0.5 mm/min. Tomando en consideración las velocidades de ensayo más utilizadas en la bibliografía [1] [4] se utilizó 0.5 mm/min como velocidad del cabezal una vez cubierta la precarga del ensayo. Diversos artículos hacen referencia a la preocupación constante de evitar trazados inadecuados por aplicación de velocidades excesivas durante el ensayo. Mao et al [5] consideran el SPT un ensayo de carácter estático en el cual es importante la velocidad como parámetro a tomar en consideración durante el desarrollo del mismo.

Para ajustar la probeta en el portaprobetas y sujetarla firmemente durante el ensayo, se procedió, mediante una llave dinamométrica, a dar un par de apriete homogéneo de 2 Nm. La toma de datos se efectuó cada 100 ms. Se utilizó como criterio para detener el ensayo una caída de un 50% de la carga máxima alcanzada en el ensayo. Con esta condición se evita que el punzón se incruste en el asiento inferior generando una información falsa del ensayo en su parte final. Para la realización de los ensayos con temperatura se acopló a la máquina universal de ensayos INSTRON una cámara térmica.

Una vez realizados los ensayos, se evaluó la rotura y el cambio de espesor sufrido durante el ensayo. Para ello se procedió al corte de algunas probetas por su sección transversal. El corte se realizó de tal forma que la sección pasase por el centro de la probeta deformada, con el fin de poder determinar la variación de espesor desde los extremos hasta el centro de la probeta, pasando por la zona de mínimo espesor. Una vez realizados los cortes, cada sección cortada fue observada en una lupa estereoscópica modelo NIKON ZMZ800 y luego fotografiada mediante un equipo de procesamiento de imágenes OMNIMET, con el cual se pudieron realizar medidas a lo largo de toda la sección de la probeta ensayada.

4. RESULTADOS

El SPT consiste en hacer indentar probetas pequeñas, mediante un pistón de gran rigidez, y medir la deflexión de la probeta en función de la carga aplicada. Con un equipo de registros conectado a la máquina de ensayo se obtienen las gráficas de aspecto similar al de la curva de la figura 1.

Según varios investigadores [6,7,8] la curva obtenida en este ensayo presenta en el caso de materiales metálicos

entre tres y cinco zonas características, según la deformación elástica o plástica del material. En ningún caso las zonas reseñadas por éstos son comparables a las aquí presentadas pues desde la zona 1 ya se aprecia el agrietamiento y rotura del material. En todos los casos, las probetas ensayadas en idénticas condiciones presentan curvas prácticamente idénticas lo que es un identificativo de la repetitividad de este ensayo.

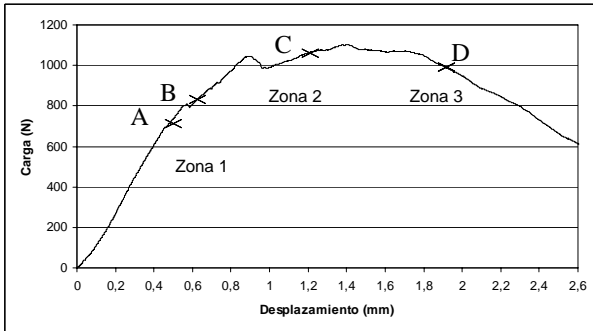


Fig. 1 - Gráfico carga-desplazamiento para ensayos de punzamiento realizados a temperatura ambiente.

En el caso de materiales compuestos parece que la curva como puede observarse en la figura 1 presenta tres zonas características. Al comienzo del ensayo la relación carga/área de contacto adquiere valores muy elevados. En la condición ideal inicial la bola se aproxima a un punto de la probeta, es decir a un área con superficie cero lo que genera elevadas tensiones. En la primera parte de la curva la carga crece rápidamente, indicando que la velocidad de crecimiento de la carga es muy superior que el área de contacto, observándose una zona lineal donde la carga se incrementa linealmente con la deflexión en la probeta, para ralentizarse en su crecimiento en valores cercanos a los 800 N donde se ralentiza cambiando la pendiente, para inmediatamente continuar con un crecimiento no lineal de carga-desplazamiento hasta llegar a valores máximos de carga superiores a los 1100 N en el caso de este material y a partir de este punto la carga comienza un descenso gradual terminando con una caída abrupta hasta el punto de fallo una vez superada la carga máxima. Por otra parte para valores de carga bajos se observa una curva con forma sigmoidal que precede a la zona lineal. A partir del estudio de esta curva se ha procedido a programar ensayos de parada justo antes y después del cambio de zona. Los valores de carga seleccionados para realizar las paradas son los siguientes: 710, 900 N (para el tránsito entre la zona 1 y 2 anteriormente mencionadas) y 1110 y 1010 N (para la frontera entre las zonas 2 y 3). La aparición de una meseta para valores de carga pequeños (~ 50 N) que aparecen en todos los ensayos realizados y que se observan de una forma más clara en la figura 3 se relacionan con la carga necesaria para guiar el punzón en la superficie de la probeta.

Se han realizado seis ensayos para cada condición observándose una similitud en los recorridos que permite deducir el alto grado de repetitividad del ensayo cuando las probetas tienen espesores similares siendo atribuibles esas pequeñas diferencias a defectos del material, a la apreciación de los equipos de medición y errores experimentales.

La figura 2 muestra las curvas carga-desplazamiento obtenidas a diferentes temperaturas desde temperatura ambiente hasta 150°C donde se observa como al disminuir la temperatura es preciso una carga menor para conseguir una misma deformación.

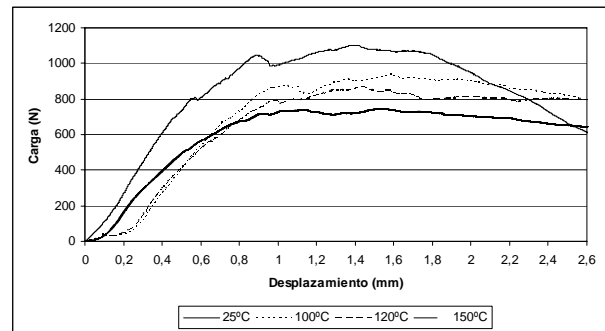


Fig. 2 - Gráfico carga-desplazamiento para ensayos de punzamiento realizados a varias temperaturas

En la figura 3 se muestran las micrográficas SEM obtenidas de los ensayos cuyos resultados se muestran en la figura 2, donde se puede observar que en todos los casos el daño provocado tiene lugar en dos direcciones perpendiculares siendo una de estas direcciones preferencial la cual queda perfectamente delimitada en la transición entre las dos primeras zonas de la curva característica de este ensayo como se comentó en la figura 1. Las cargas a las que se ha parado el ensayo son 710, 900, 1110 y 1010 N todas ellas seleccionadas en función de los datos proporcionados por los ensayos sin parada con el fin de evaluar el comportamiento de la curva a lo largo de su recorrido.

De las cuatro micrográficas presentadas las dos superiores se corresponden con la transición entre la zona 1 y 2 (puntos marcados como A y B en la figura 1), y las dos inferiores con el cambio entre la zona 2 y 3 (puntos marcados como C y D en la misma figura). Como se puede observar en este último caso, el daño provocado en la dirección preferencial llega a ser tan importante al aproximarse a la tercera zona que provoca el colapso del material en la otra dirección y que da lugar a la zona 3 reseñada al describir la curva de la figura 1.

En la figura 4 se muestran las micrográficas obtenidas a la finalización del ensayo de punzamiento (zona 3 de la curva). En la figura izquierda se muestra la micrografía a 250x donde se puede apreciar el daño provocado en el material según los diferentes planos de

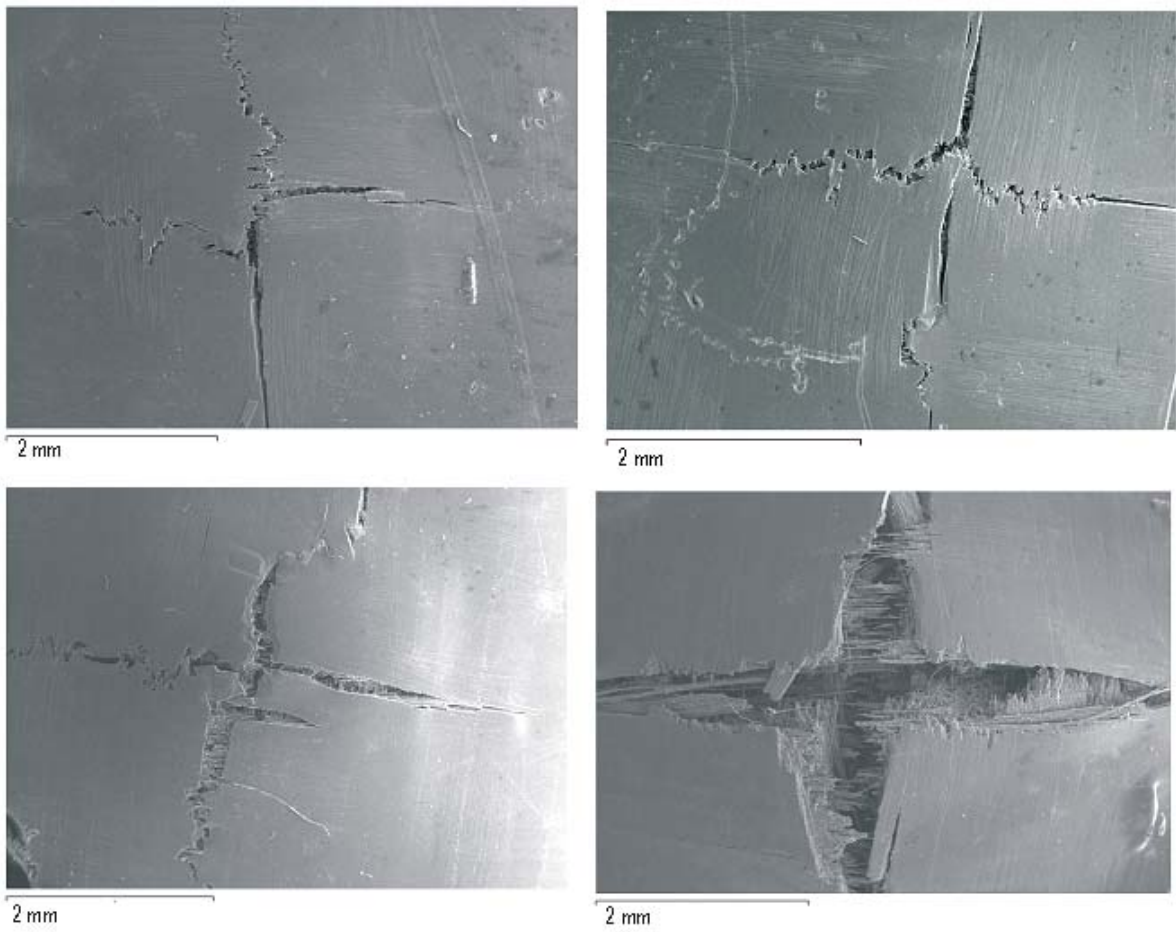


Fig. 3 - Imágenes de SEM x20 para ensayos a cargas máximas de 710, 900, 1100 y 1000 N

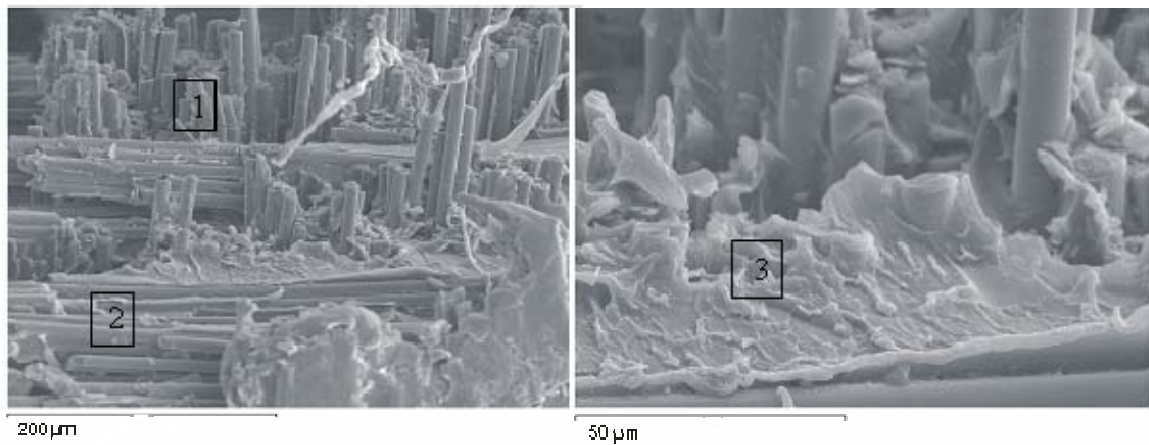
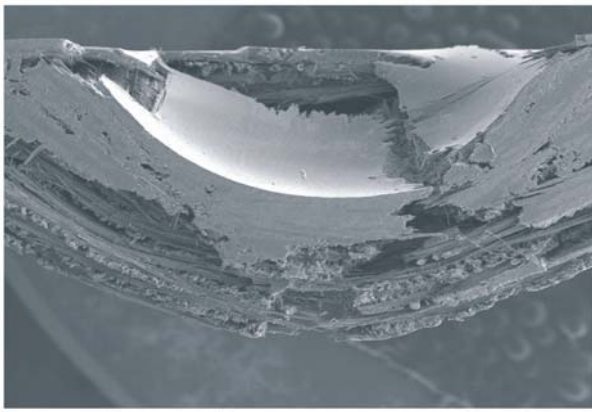


Fig. 4 - Imágenes de SEM x250 (figura izquierda) y x1000 (figura derecha) obtenidas para el material sometido al ensayo de punzonamiento en la zona 3 del ensayo

tejido dispuestos perpendicularmente a la aplicación de la carga. En esta se puede observar la rotura del tejido en ambas direcciones (zonas marcadas en la micrografía como 1 y 2). En la figura 4 derecha tomada a 1000x se puede observar cierta plastificación de la matriz que provoca el despegue fibra-matriz y el colapso del material (zona marcada como 3).

En la figura 5 se muestra una micrografía SEM de una probeta que ha sido ensayada a temperatura ambiente hasta rotura y que ha sido seccionada perpendicularmente a la superficie punzonada para determinar el grado de degradación que ha sufrido el material. En ella se observan tres puntos de inicio de daño, dos laterales debidos al punzón y uno central inferior en la parte traccionada de la probeta. La rotura final se produce cuando el punto de inicio de daño más próximo de los dos superiores se encuentra con el inferior y se produce el daño total.



2 mm

Fig. 5 - Imagen de SEM X20 de una sección transversal de la probeta al final de la zona 3 del ensayo

5. CONCLUSIONES

Del trabajo realizado bajo las condiciones de caracterización efectuadas, los resultados obtenidos permiten concluir lo siguiente:

A partir de los resultados alcanzados tras la puesta a punto de esta nueva técnica de ensayo se podría abrir una nueva vía para la determinación de las propiedades mecánicas de composites de matriz termoplástica.

El ensayo de punzonamiento provoca un daño en el material según dos direcciones perpendiculares que parecen estar en relación con el tipo de armadura del refuerzo utilizado, como ha quedado patente en las investigaciones realizadas [9].

Parece existir cierta relación entre la resistencia última a tracción evaluada a partir del ensayo de tracción uniaxial y el cociente entre carga máxima aplicada en el ensayo de punzonamiento y el espesor del material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ayuntamiento de Gijón así como al Instituto Universitario de Tecnología de Asturias (IUTA) para la realización de esta investigación.

REFERENCIAS

- [1] S.M. Kurtz, J.R. Foulds, Ch. W. Jewett, S. Srivastav and A. Edidin, "Validation of a small punch testing technique to characterize the mechanical behaviour of ultra-high-molecular-weight polyethylene", *Biomaterials* 18, pag. 1659-1663, 1997.
- [2] V.L. Giddings, SM. Kurtz, J.R. Foulds, Ch. W. Jewett, S. Srivastav and A.A. Edidin, "A small punch test technique for characterising the elastic modulus and fracture behaviour of PMMA bone cement used in total joint replacement, *Biomaterials* 22, pag. 1875-1881, 2001.
- [3] P. Wanjara, R.A.L. Drew, S. Yue, "Application of small specimen testing technique for mechanical property assessment of discontinuously reinforced composites, *Mater. Sci. Technol*, 22, pag. 61-71, 2006.
- [4] A.A. Edidin, C.W. Jewett, A Kalinowski, K. Kwarteng, S.M. Kurtz, "Degradation of mechanical behaviour in UHMWPE after natural and accelerated aging", *Biomaterials*, 21, pag. 1451-1460, 2000.
- [5] X. Mao, H. Takahashi, T. Kodaira "Small Punch Test to predict ductile fracture toughness J_{Ic} and brittle fracture toughness K_{Ic} ", *Scripta Metallurgica et Materialia*, 25, pag. 2481-2485, 1991.
- [6] E. Fleury, J.S. Ha, "Small punch test to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant: I." *Mechanical Strength International Journal of Pressure Vessels and Piping* 75, pag. 699-706, 1998.
- [7] M. Eskner, R. Sandtröm, "Mechanical Property Evaluation Using the Small Punch Test" *Journal of Testing and Evaluation*, 32-nº4, pag. 1-8, 2004.
- [8] J. Autillo, M.A. Contreras; C. Betegón, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, "Utilización del ensayo miniatura de punzonamiento (Small Punch Test) en la caracterización mecánica de aceros". *Anales de Mecánica de la Fractura* 1, pag. 77-83, 2006.
- [9] M.A. García, J. Viña, A. Argüelles, I. Viña, M.A. Castrillo, "Aplicación del ensayo miniatura de punzonamiento para la caracterización mecánica de composites de matriz termoplástica", *Actas del XX Congreso Nacional de Materiales Compuestos*, pag. 585-592, 2007.