

## 3 MATERIAL Y CARACTERIZACIÓN

*Tell me and I forget, teach me and I may remember, involve me and I learn.*

-Benjamin Franklin-

En esta sección se exponen los materiales que serán objeto de los ensayos, donde se medirán sus propiedades elásticas y de resistencia de manera directa o indirecta. Existen propiedades exigidas por el modelo que debido a la dificultad y coste de dichos ensayos así como a la falta de material, se supondrán que alcanzan el valor dado por la ficha técnica.

### 1.5. Ensayos y propiedades

El conjunto de propiedades requeridas abarca desde la resistencia a tracción del laminado hasta el módulo de cizalladura de una de las láminas que lo conforman, en la siguiente tabla se detallan las propiedades que se medirán y las que no.

Tabla 3-1. Propiedades

Nivel	Propiedad	Nombre	Tipo de medición
Lámina	$E_{11}$	Módulo de elasticidad en dirección de la fibra	Ficha técnica
	$E_{22}$	Módulo de elasticidad en dirección de la matriz	Ficha técnica
	$\nu_{12}$	Coefficiente de Poisson	Ficha técnica
	$G_{12}$	Módulo de cizalladura	Ficha técnica
Laminado	$X_t$	Resistencia a tracción	Ensayo de tracción
	$K_{Ic}$	Tenacidad a fractura	Ensayo de fractura

Con el conocimiento de las propiedades elásticas de una lámina y la secuencia de apilado haciendo uso de la teoría general del laminado pueden calcularse las del laminado. Las propiedades de resistencia del mismo ya son medidas con ensayos específicos que serán detallados más adelante.

#### 1.1.12. Laminado A

Se comienza la caracterización con un panel de dimensiones 700x650 cm, este primer laminado carecía de ficha técnica por lo que se hace necesario un estudio completo del mismo, tanto de propiedades de lámina como del laminado. Al desconocerse la procedencia del mismo se establecieron las siguientes pautas de análisis:

- **Determinación de la secuencia de apilado:** Para ello se tomó una muestra para calcinación en horno, y una segunda muestra para el estudio por microscopio óptico.
- **Propiedades elásticas del laminado:** Se somete a un ensayo de tracción según la norma AITM 10007, determinando su resistencia a tracción y módulo de elasticidad longitudinal.

### 1.1.12.1. Proceso para la determinación de la secuencia de apilado

Debido a la pérdida de la ficha técnica del material se tuvo que recurrir a este estudio del apilamiento de las láminas, para ello se siguieron dos vías complementarias, por un lado la calcinación en horno y por otro es estudio micrográfico a lo largo del espesor del laminado.

#### 1) Calcinación en horno

El objeto de este ensayo es la eliminación de la matriz de resina epoxy, que como todo polímero termoestable tiene una temperatura de degradación, al alcanzarse niveles superiores a dicha temperatura desaparece la matriz del conjunto y pueden separarse las láminas con facilidad.

Se toma una muestra de panel de dimensiones reducidas en donde se definirá la dirección del cero, ésta es introducida en el horno (Figura 3-1) durante un periodo de 1 hora a 565°C, tiempo suficiente como para eliminar la resina completamente.

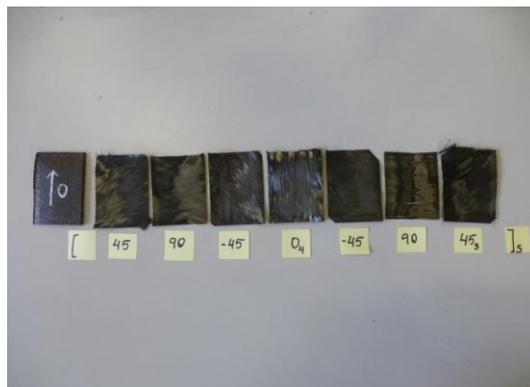


**Figura 3-1.** Horno.



**Figura 3-2.** Laminado calcinado.

Como resultado se obtiene la superposición de láminas (Figura 3-2), con ayuda de unas pinzas pueden separarse cada una de las capas y definir la secuencia de apilado del laminado (Figura 3-3).



**Figura 3-3.** Secuencia de apilado.

Para ello primero ha sido necesario fijar una referencia de 0° y a partir de la misma definir un sentido para los ángulos positivos, tras esto se consiguió determinar la secuencia completa de apilado. Debe denotarse que muchas láminas se encontraban pegadas entre sí por lo que no estaba claro cuantas capas de una misma orientación había juntas, así que se tuvo que complementar con el estudio micrográfico.

## 2) Estudio micrográfico

El siguiente estudio se caracteriza por necesitar nada más que una pequeña cantidad de material, además de poder ver cuan buena ha sido el mojado de la matriz sobre las fibras. Pasa a ser un método complementario al de calcinación anteriormente explicado.

Se toma una pequeña muestra de panel (Figura 3-4), para un manejo cómodo de la misma, ésta es empastillada o embutida. Para ello se utiliza un preparado de resina acrílica (Figura 3-5), con proporciones doble de polvo por cada cazo de líquido, es removida y mezclada convenientemente y se deja en reposo durante 15min hasta que la mezcla cuaje.



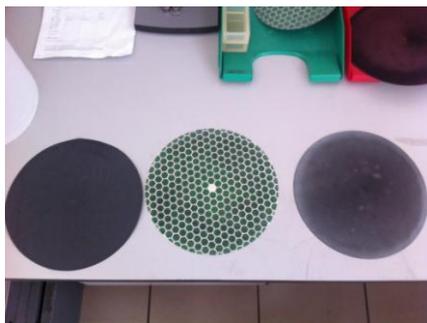
**Figura 3-4.** Material a empastillar.



**Figura 3-5.** Resina acrílica.

Una vez empastillada la muestra se procede a la preparación de la superficie para ello utilizaran diferentes paños de desbaste (Figura 3-6) y una pulidora (Figura 3-7), se siguen los siguientes pasos:

1. Desbaste con lija #320 SiC, lubricante de agua durante 1 min.
2. Paño de lijado MD-Largo, lubricante de agua con suspensión de diamante 3 $\mu$ m durante 6min.
3. Paño de pulido MD-Dac, lubricante de agua con suspensión de diamante 3 $\mu$ m durante 5min.
4. Paño de pulido fino MD-Nap, lubricante MD-Nap B1 1 $\mu$ m durante aproximadamente 1min.

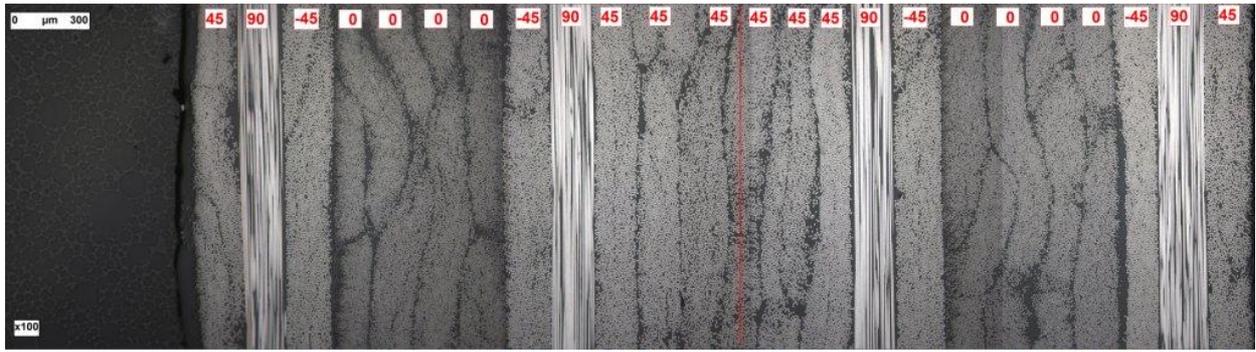


**Figura 3-6.** Paños de desbaste.



**Figura 3-7.** Equipo de pulido.

Finalmente la muestra está preparada para ser observada mediante el microscopio óptico, gracias a la adquisición de imágenes por ordenador se obtiene la siguiente macrografía del laminado (Figura 3-8):



**Figura 3-8.** Micrografía de la secuencia de apilado del laminado A.

Aquellas láminas en dirección de  $0^\circ$  aparecerán con fibras formando circunferencias, en las de  $\pm 45^\circ$  las fibras definirán elipses, y finalmente las de  $90^\circ$  serán fibras cortadas longitudinalmente. Con ello puede corroborarse la secuencia obtenida mediante la calcinación, y estudiar el espesor real de cada una de las láminas. En este caso no existe una gran cantidad de matriz entre láminas por lo que el espesor real y nominal son prácticamente iguales.

### 1.1.12.2. Determinación de las propiedades elásticas – Ensayo de tracción

Una vez en conocimiento del apilado del laminado, se somete a un ensayo de tracción según la norma AITM 10007, determinando su resistencia a tracción y módulo de elasticidad longitudinal. También se realizó un ensayo adicional para ver el orden de magnitud del módulo en dirección transversal.

Dadas las amplias dimensiones del panel se decide disminuir su tamaño para mejorar su traslado y posterior corte. Para el corte del material se emplea una sierra de disco refrigerada mediante agua, las medidas se toman con cinta métrica, para delimitar los cortes de mayor rango, regla y calibre, para el ajuste final.



**Figura 3-9.** Material de trabajo.



**Figura 3-10.** Mecanizado.

Se cortan 5 probetas de tamaño normalizado en la dirección del  $0^\circ$ , dichas probetas requerirán tablets o tacos de fibra de vidrio para mejorar la transmisión de la carga en la máquina de ensayos. Así que también se cortará fibra de vidrio, una vez todo el material esté preparado se añadirá adhesivo (polímero tal) que será curado en la prensa de platos calientes.



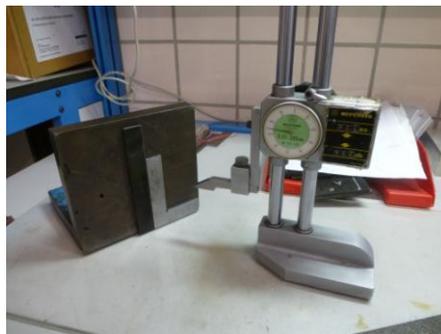
**Figura 3-11.** Fibra de vidrio.



**Figura 3-12.** Pegado de tacos.

Para la medida del módulo de elasticidad se requiere poner una banda extensométrica en dirección longitudinal para cada una de las probetas. El proceso a seguir es el siguiente:

1. Lijar la superficie donde se va a pegar.
2. Limpiar la superficie con alcohol.
3. Marcar la superficie con el calibre de altura.
4. Coger la banda con unas pinzas y pegarla con fiso para mejorar su correcta colocación.
5. Añadir el pegamento Z-30 sobre la superficie a pegar y presionar durante al menos 10s.
6. Soldar con estaño los cables a los contactos de la banda.

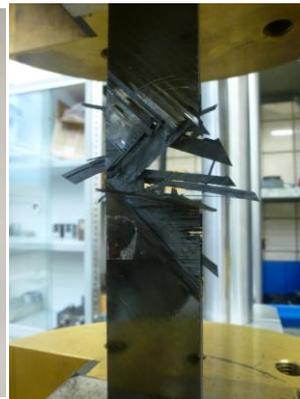


**Figura 3-13.** Calibre de altura.

Preparadas las probetas, éstas se cargan en la máquina de tracción, usando control en desplazamientos a una velocidad de 0.5mm/min, como es de esperar se produce una rotura explosiva propia de este tipo de materiales.

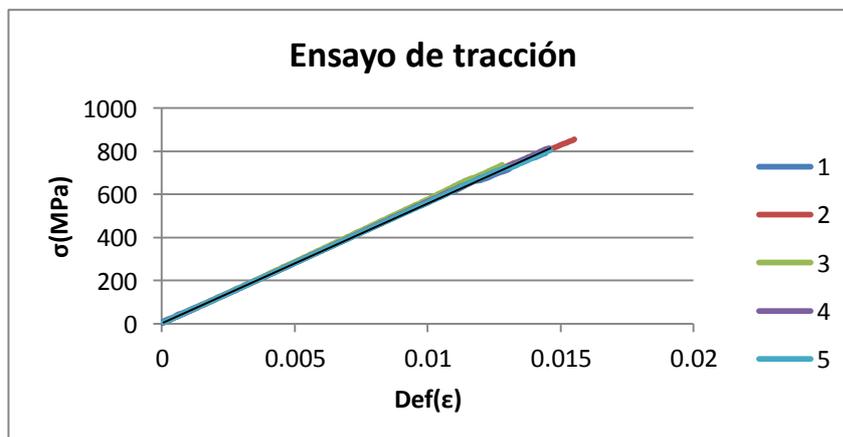


**Figura 3-14.** Probetas de tracción.



**Figura 3-15.** Rotura.

Los resultados de los ensayos se observan en las siguientes figuras 3-16 y 3-17, con la evolución del ensayo y los valores de las cargas críticas de fallo de cada probeta con la desviación estándar.



**Figura 3-16.** Curvas de ensayo del laminado A.

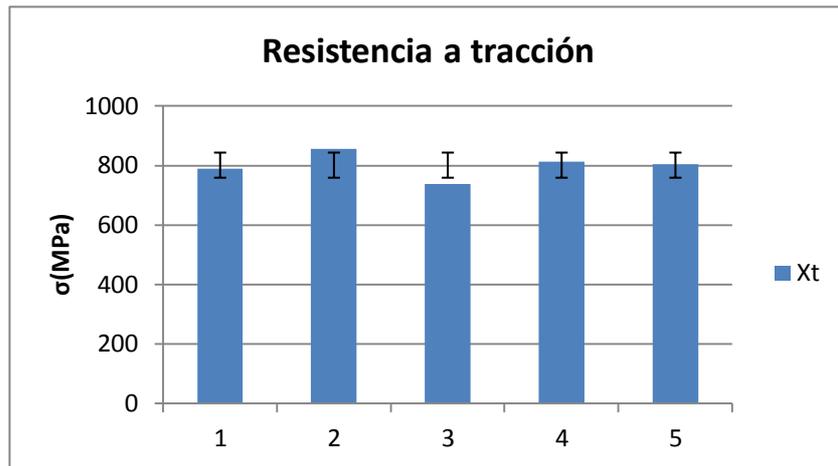


Figura 3-17. Barras de resistencia a tracción del laminado A.

La figura 3-17 muestra los valores de resistencia del laminado, es interesante hacer notar que el número 2 fue el único que rompió por la mitad de la probeta alcanzando el valor más alto de todos. El resto obtuvo valores menores con roturas en sus extremos.

En conclusión, por un lado se obtiene la secuencia de apilado y por otro la resistencia a tracción  $X_t=800.37$  MPa ( $SD=42.22$ MPa) y el módulo de elasticidad longitudinal  $E_x=56.08$  GPa ( $SD=1.16$  GPa) y transversal. Utilizando la teoría general del laminado se pueden calcular las propiedades de un laminado a partir de las de una lámina. Como se desconoce el tipo de material se ajusta buscando en la base de datos de láminas aquella que mejor se ajuste a los valores del ensayo de tracción, finalmente se obtiene que el material es AS4/8552 Grado B carbono-epoxy.

Se presenta pues un laminado simétrico de 24 capas, constituido por láminas de AS4/8552 Grado B carbono-epoxy unidireccionales con 0.184 mm de espesor nominal. La secuencia de apilado es  $[-45/90/45/0_4/45/90/-45_3]_s$  teniendo un espesor nominal de 4.7 mm. La particular forma del apilado hace que el material tenga un comportamiento anisótropo sobre los ejes del problema.

Tabla 3-2. Propiedades material A

Nivel	Propiedad	Valor
Lámina	$E_{11}$ (MPa)	135.0+/-15.0
	$E_{22}$ (MPa)	10.0+/-1.2
	$\nu_{12}$	0.3
	$G_{12}$ (GPa)	5.0+/-1.5
Laminado	$X_t$ (MPa)	804.80
	$K_{Ic}$ (MPa√m)	45.71

Por otro lado, para la tenacidad a fractura del laminado, a día de hoy no existe una norma que defina un ensayo específico para medirla, así que tuvo que ser diseñado (apartado 1.6).

### 1.1.13. Laminado B

En este caso, se conocen las propiedades elásticas de las láminas y el apilado, por lo que no se requiere más que un ensayo de tracción para medir la resistencia a tracción y el ensayo para la tenacidad a fractura. Se ensayaron 3 probetas siguiendo la norma AITM 10007 y como resultado se obtuvo:

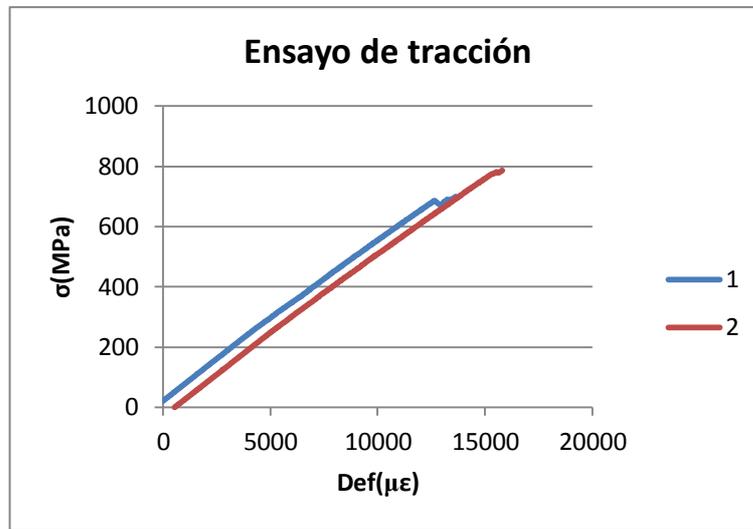


Figura 3-18. Curvas de ensayo del laminado B.

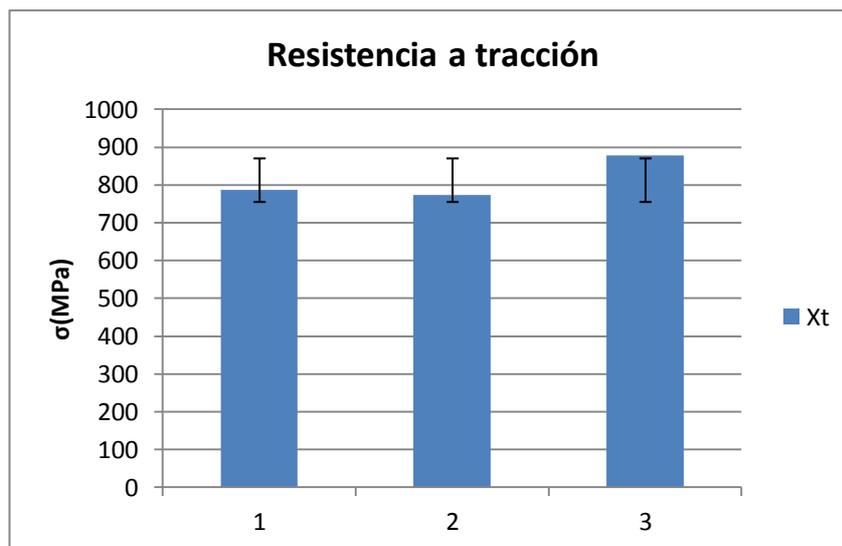


Figura 3-19. Barras de resistencia a tracción del laminado B.

Respecto del ensayo de tracción, la probeta 1 parece haberse resbalado justo cuando iba a llegar a la rotura, de manera parecida le ocurre a las número dos, esto pudiera deberse a una falta de agarre en las mordazas. Se obtiene por tanto un valor de resistencia media de  $X_T=811.43$  MPa ( $SD=57.67$ MPa) y el módulo de elasticidad longitudinal  $E_x=52.25$  GPa ( $SD=0.16$  GPa). Las características cuasisótropas del laminado hacen innecesario una determinación del módulo transversal pues coincide con el otro. Además, es apreciable una gran diferencia entre los dos primeros laminados y el tercero, lo que provoca una elevada desviación en la medida de la resistencia.

Se presenta un laminado simétrico de 24 capas formado por láminas de IMA/M21E Grado B carbono-epoxy unidireccionales con 0.192 mm de espesor nominal. La secuencia de apilado se define como  $[45/0/-45/90]_{3s}$  generando un laminado cuasisótropo con un espesor total real de 5 mm.

También se llevó a cabo un análisis micrográfico del panel para garantizar que la secuencia de apilado facilitada era la real del propio laminado. Se puede observar una muy buena definición de cada una de las capas de láminas a diferencia que en el laminado anterior donde unas se fundían con otras y hacían más difícil su visualización.



**Figura 3-20.** Micrografía de la secuencia de apilado del laminado B.

En la siguiente tabla 3-3 se resume el conjunto de propiedades medidas durante los ensayos, tanto de tracción como de tenacidad a fractura, que será expuesto en el siguiente apartado.

**Tabla 3-3.** Propiedades material B

Nivel	Propiedad	Valor
<b>Lámina</b>	$E_{11}$ (MPa)	182.0+/-12.0
	$E_{22}$ (MPa)	9.0+/-0.4
	$\nu_{12}$	0.3
	$G_{12}$ (GPa)	5.4+/-0.4
<b>Laminado</b>	$X_t$ (MPa)	811.43
	$K_{Ic}$ (MPa√m)	54.25

## 1.6. Ensayo de tenacidad a fractura $K_{Ic}$

Actualmente no existe una norma que estandarice cómo se realiza la medida de la tenacidad a fractura intralaminar. Por ello se recurre a utilizar la teoría de los metales en conjunto con los enfoques propuestos por la Mecánica de la Fractura Finita y la Elástico-Lineal. Se desarrollan dos tipos de probetas para estudiar cual resulta más cómoda para la medida de la citada propiedad.

### 1.1.14. Middle tensión (MT) panel

Las características geométricas y de tipología de carga de la probeta middle tension (MT) panel se detallan en la figura 3-21, es de notable importancia el proceso de fabricación del laminado y la modelación de la probeta, tal y como se explicará más adelante.

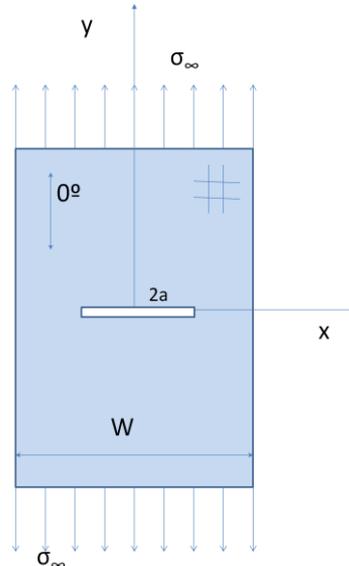


Figura 3-21. Esquema probeta MT.

#### 1.1.14.1. Enfoque de la MFEL

Por un lado se estudia el enfoque clásico planteado por la Mecánica de la Fractura Elastico-Lineal con diversas aproximaciones las cuales llevarán a la medida más precisa, así se definen las siguientes expresiones para el factor de intensidad de tensiones:

- **Placa infinita:** Utilizando la expresión clásica del factor de intensidad de tensiones para una placa isótropa de tamaño finito con una grieta en su interior.

$$K_I = \sigma_\infty \sqrt{\pi a} \quad (1.49)$$

- **Placa finita I:** Se considera ahora un factor de tamaño de factor finito para placa isótropa con una grieta en su interior  $F_w$ .

$$K_I = F_w \sigma_\infty \sqrt{\pi a} \quad (1.50)$$

donde el factor de tamaño finito  $F_w$  viene dado por [5]:

$$F_w = \frac{1 - 0.5(a/W) + 0.37(a/W)^2 - 0.044(a/W)^3}{\sqrt{1 - a/W}} \quad (1.51)$$

- **Placa finita II:** Teniendo en cuenta el tamaño finito de la placa, se añade un segundo factor aludiendo a la ortotropía del material  $f_o$  igualmente dado por [5]:

$$K_I = f_o F_w \sigma_\infty \sqrt{\pi a} \quad (1.52)$$

### 1.1.14.2. Enfoque de la MFF

Por otro lado, merece la pena utilizar la propuesta de la Mecánica de la Fractura Finita para la medida de la tenacidad a fractura, analizando el problema de una placa con una grieta central. Sea pues un problema análogo al básico, simplemente sustituyendo la geometría del concentrador pasando de agujero a grieta, esto lleva a un procedimiento similar de resolución. Una redefinición de la distribución de tensiones y del factor de intensificación.

- **Distribución de tensiones:** Solución de Westergaard (Analítica)

Usando la solución de la distribución de tensiones la propuesta por Westergaard para una grieta en una placa infinita, esto es admisible ya que el tamaño de la grieta respecto del ancho de la probeta es suficientemente grande. Además, según demostraron Barnet y Asaro en 1972 en [5], el perfil de tensiones a lo largo del camino de la grieta no depende de las características elásticas del material, por lo que resulta aplicable para cualquier tipo de laminado.

$$\sigma_y(x, y=0) = \frac{\sigma_\infty x}{\sqrt{x^2 - a^2}} \quad (1.53)$$

- **Factor de intensificación:** Solución de Westergaard (Analítica)

Como factor de intensificación se utilizará el dado por la expresión (1.50) y (1.52) para mejorar el valor alcanzado. Conociendo la carga crítica de rotura  $\sigma_\infty$  y la resistencia del laminado  $X_i$ , el problema se soluciona para las incógnitas de longitud de grieta crítica  $l_c$  y tenacidad de fractura  $K_{Ic}$ .

Como resultado para ambos enfoques y aplicado a los dos laminados bajo estudio, se tiene la tabla 3-4 donde se resumen los planteamientos llevados a cabo para la medida de la propiedad:

**Tabla 3-4.** Tenacidad a fractura del laminado A con MT panel

$K_{Ic}$	Placa infinita	Placa finita I	Placa finita II	Placa finita III	Placa finita IV
<b>Enfoque</b>	Elastico-Lineal	Elastico-Lineal	Elastico-Lineal	Finita	Finita
<b>Distribución de tensiones</b>	-	-	-	Weestergard	Weestergard
<b>Factor de intensidad</b>	Isótropo	Isótropo	Ortótropo	Isótropo	Ortótropo
<b>Valor (MPavm)</b>	49.708	49.708	49.791	45.722	45.706

Se observa como era de espera que el enfoque elástico-lineal sobreestimara el valor de la tenacidad en comparación con el de mecánica finita, ya que este último contempla una modelado más a fondo del problema. La diferencia es del entorno del 9% la elástica-lineal respecto de la finita, que en la práctica podría considerarse admisible, donde esta diferencia ya ha sido observada por Camanho en [6].

**Tabla 3-5.** Tenacidad a fractura del laminado B con MT panel

$K_{Ic}$	Placa infinita	Placa finita I
<b>Enfoque</b>	Elastico-Lineal	Elastico-Lineal
<b>Distribución de tensiones</b>	-	-
<b>Factor de intensidad</b>	Isótropo	Isótropo
<b>Valor (MPavm)</b>	54.074	54.249

Para el laminado cuasisótropo sólo se planteó el valor de la MFEL ya que tanto el valor de MFF debe estar muy próximo y por tanto se admite como bueno es calculado así.

### 1.1.14.3. Proceso de fabricación de la probeta MT

Para la creación de una grieta dentro del propio espécimen lo más sencillo sería antes del proceso de curado realizar los cortes sobre el prepreg e introducir otro material que mantenga la forma de la grieta, así durante el curado en el autoclave las probetas adquieren la forma deseada.

Este camino no puede seguirse ya que se tiene un panel curado, por ello se perforó el material con un escariador para carbono de 2.5mm de diámetro el más pequeño posible y a partir de ahí se hizo el recrecimiento de la grieta usando una sierra de marquetería. Se trata de un proceso manual que requiere gran pericia para tener alineadas las dos grietas sobre la misma recta, además de la misma longitud cada una. En las figuras 3-22 y 3-23 se tiene un detalle del agujero practicado sobre el laminado A, donde se logró una longitud de grieta efectiva de  $2a=3.015\text{mm}$  (medida mediante microscopía óptica).

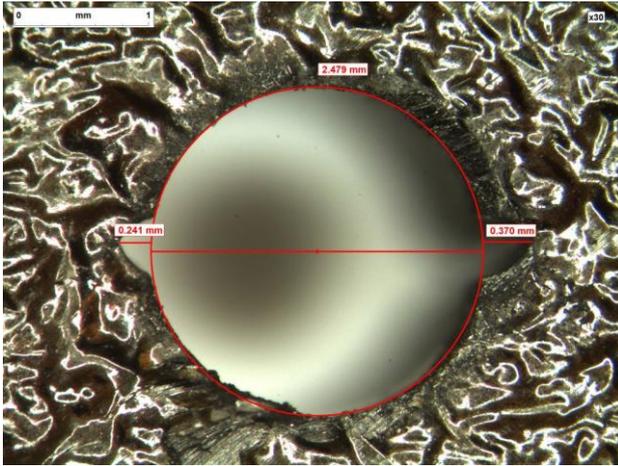


Figura 3-22. Agujero-entalla laminado A.

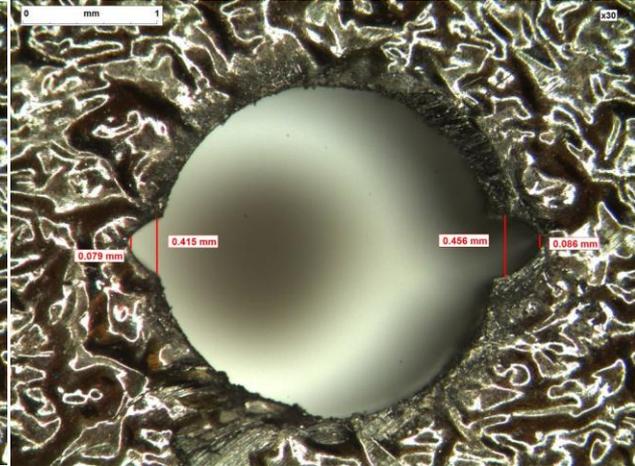


Figura 3-23. Agujero-entalla laminado A.(II)

Las características reales del acabado de la probeta hacen que lo modelado en la formulación como una grieta sea más parecido a un concentrador por lo que aumenta el valor de la carga necesaria para producir la rotura y por tanto también aumenta el de la tenacidad a fractura, sobreestimándose su valor. Además del la forma del fondo de la grieta también habría que tener en cuenta la presencia del agujero y su efecto sobre el perfil de tensiones puesto que ya no sería el propuesto por Weestergard.

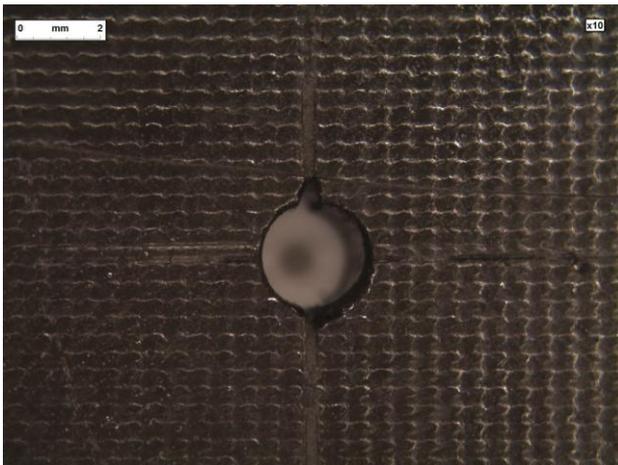


Figura 3-24. Agujero-entalla laminado B.



Figura 3-25. Agujero-entalla laminado B.(II)

Por otra parte, debe a su vez garantizarse un frente plano de la grieta, esto se ve las micrografías de la figura 3-24 y 3-25, donde el corte se ve que ha sido claramente realizado a lo largo del espesor, éstas han sido realizadas sobre la probeta del laminado B. En este caso la longitud efectiva de grieta es de  $2a=4.002\text{mm}$ . Una muy buena medida de esta propiedad es fundamental para que las predicciones sean lo más precisas posible.

#### 1.1.14.4. Rotura de la probeta MT

También es de interés analizar como se ha producido el fallo en la probeta, en este caso puede admitirse que se produjo a lo largo de la dirección de estudio, por lo que la medida de la tensión última de fallo es buena como se muestra en la figura 3-26. Esto no quiere decir que el posterior tratamiento de dicha información conduzca a una buena medida de la tenacidad a la fractura del material.



Figura 3-26. Rotura de la probeta MT para el laminado B.

#### 1.1.15. Double edge notched tension (DENT) panel

Un segundo tipo de ensayo para la medida de la tenacidad a fractura se ha basado en el uso de una probeta double edge notched tension (DENT) panel, y se utilizará sólo la Mecánica de la Fractura Elástico-lineal para su medida.

Las características geométricas de la probeta de doble entalla son las mostradas en la siguiente figura 3-27, en la que a ambos lados de los extremos del borde se observan indentaciones simétricas.

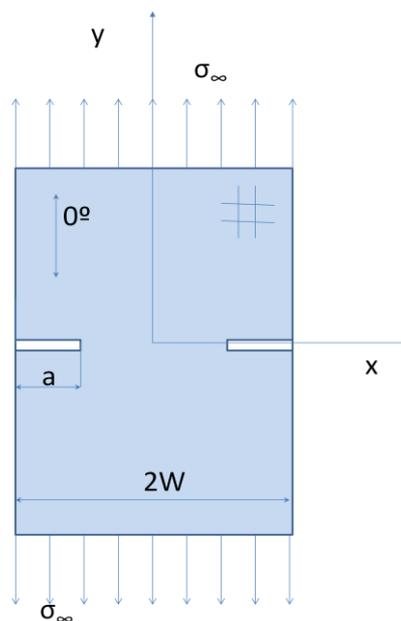


Figura 3-27. Esquema probeta DENT.

Para el cálculo de dicha propiedad se utilizará la expresión del factor de intensidad de tensiones propio de los metales para probetas con estas características donde el conocimiento de sus propiedades geométricas y carga

de fallo pueden determinar de manera directa el valor de la tenacidad a fractura del material. De la expresión clásica se tiene:

$$K_I = f\left(\frac{a}{W}\right) \cdot \sigma_\infty \sqrt{\pi a} \tag{1.54}$$

donde el factor de forma  $f$  viene dado por Tada et al. [4]:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{\sqrt{\pi a}}{\sqrt{1 - \frac{a}{W}}} \left[ 1.122 - 0.561\left(\frac{a}{W}\right) - 0.205\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 0.471\left(\frac{a}{W}\right)^3 - 0.190\left(\frac{a}{W}\right)^4 \right] \tag{1.55}$$

Resulta un cálculo sencillo e inmediato del que se obtuvo para una profundidad de grieta  $a=3.5\text{mm}$  y un ancho de probeta  $2W=25\text{mm}$  un valor de la tenacidad a fractura de  $69.375\text{MPavm}$ . Todo para una tensión de fallo determinada por el ensayo a carga última de la probeta de valor  $586.02\text{MPa}$ .

**Tabla 3-6.** Comparación de tenacidad según probeta del laminado B

$K_{Ic}$	Placa finita I	Placa finita I
<b>Probeta</b>	MT	DENT
<b>Enfoque</b>	Elastico-Lineal	Elastico-Lineal
<b>Factor de intensidad</b>	Isótropo	Isótropo
<b>Valor (MPavm)</b>	54.074	69.375

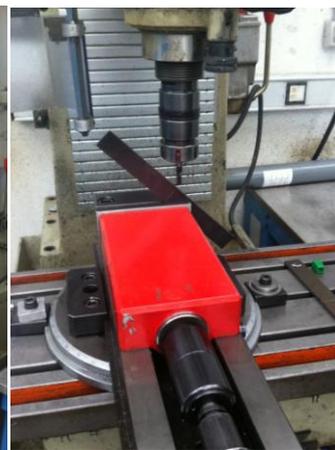
Se admite una elevada discrepancia de valores según el tipo de probeta utilizada para el ensayo, en este caso la probeta no rompió de la manera buscada falseándose la medida, así se decide utilizar el valor de la MT.

**1.1.15.1. Proceso de fabricación de la probeta DENT**

Se toma una probeta de tamaño estandarizado como las utilizadas en las campañas de ensayo, de tal manera que se garanticen la regularización de tensiones. Las medidas deseadas son de  $2W=25\text{ mm}$  y  $a=3.5\text{ mm}$ , una vez en poder de la probeta para iniciar la entalla se utiliza la fresadora, colocando la probeta a  $45^\circ$  y utilizando una broca recta tal y como se ve en la figura 3-29.



**Figura 3-28.** Fresadora.

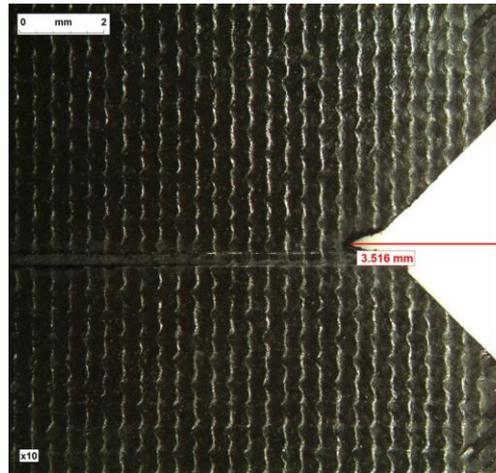


**Figura 3-29.** Indentación.

Con esto se logra crear una primera indentación para posteriormente de manera manual profundizar con una sierra de marquetería intentando garantizar que ambas perforaciones se mantengan dentro de la misma recta. Se puede observar tanto en la figura 3-30 como en la 3-31 con más detalle el acabado final de la probeta.



**Figura 3-30.** *Probeta DENT.*



**Figura 3-31.** *Detalle entalla DENT.*

Como se ha comentado anteriormente, el acabado de la pieza, la forma real de la grieta no se asemeja mucho a la de una real, es por esto que se espera un valor sobrestimado de la medida. Además si a esto se añade que la rotura no se produjo de manera limpia por la indentación, el resultado no es aceptable para su uso.

#### 1.1.15.2. Rotura de la probeta DENT

Para este caso la forma del fallo no ha sido la esperada, no habiéndose producido una propagación de la grieta en la dirección perpendicular a la dirección de la carga. Parece que el material no ha sido consciente de la presencia de este concentrador así lo muestra la figura 3-32.



**Figura 3-32.** *Rotura de la probeta DENT para el laminado A.*