

Capítulo 2

ANTECEDENTES

2.1 Introducción

Es conocido que prácticamente todos los materiales sufren degradación de sus propiedades mecánicas a los largo del tiempo debido a la aplicación de cargas cíclicas. La mayoría de elementos de materiales compuestos también son sensibles a la fatiga por cargas cíclicas lo que puede conducir al fallo del elemento estructural en cuestión. Por lo tanto, es generalmente aceptado que los polímeros reforzados con fibras sufren fatiga. En un laminado de material compuesto sometido a una sucesión de cargas cíclicas se observan principalmente dos fenómenos desde un punto de vista estructural: la degradación de su rigidez a lo largo de la aplicación de los ciclos de carga; y la rotura de la pieza, al cabo de un número de ciclos de aplicación de la carga, a niveles inferiores a los de rotura estática. Este comportamiento es consecuencia de la conjunción de varios mecanismos de daño que van apareciendo en distintos puntos del material. La coalescencia de estos daños o roturas locales provoca la degradación de las propiedades globales. La participación relativa de cada mecanismo de fallo depende tanto de las propiedades de los materiales constituyentes y de la configuración del laminado, como de las características de la carga aplicada.

A diferencia de los materiales metálicos, cuyo comportamiento a fatiga ha sido ampliamente estudiado debido a la gran cantidad de aplicaciones industriales desarrolladas y al amplio conocimiento de su estructura interna, los materiales compuestos fibrosos, y en particular los compuestos de fibra de carbono, presentan todavía carencias en cuanto al conocimiento de su comportamiento ante cargas cíclicas. Esto es debido al reciente desarrollo de este tipo de materiales y a la gran variedad de laminados diferentes, en composición y estructura, que pueden ser desarrollados.

Es por tanto necesario un profundo conocimiento sobre los materiales compuestos fibrosos para poder desarrollar estudios de fatiga sobre ellos. En el siguiente apartado se hará un breve repaso sobre los materiales compuestos, su clasificación, se analizarán las posibles fibras y matrices y los distintos procedimientos empleados para su obtención.

2.2 Materiales Compuestos

Según la definición aportada por París y otros [9] los materiales compuestos son aquellos formados por la combinación a escala macroscópica de dos o más materiales con interfases de separación entre ellos para formar un nuevo material. Dicha combinación produce unas propiedades distintas que no pueden ser alcanzadas por ninguno de los constituyentes actuando aisladamente, o bien unifica las propiedades individuales de dichos constituyentes en un solo material.

Los materiales compuestos considerados son artificiales, es decir, productos fabricados, aunque es posible encontrar en la naturaleza ejemplos de asociaciones de diferentes elementos que funcionan como un conjunto, tales como los huesos y músculos o la madera.

2.2.1 Clasificación de los materiales compuestos

La mejora de las propiedades del material compuesto depende en gran medida de la geometría del refuerzo que se introduce dentro de un material base llamado matriz. Este tipo de refuerzo puede clasificarse, principalmente, en partículas o fibras. Las fibras se distinguen porque su longitud es mucho mayor que las otras dos dimensiones; mientras que el resto de refuerzos están agrupados como partículas, pudiendo ser esféricos, cúbicos, laminares o irregulares. Las fibras, debido principalmente a las pequeñas dimensiones de la sección transversal, no son directamente usables en aplicaciones ingenieriles. Son por ello embebidas en matrices para formar los materiales compuestos reforzados con fibras. De aquí en adelante nos centraremos en los materiales compuestos fibrosos por ser estos el objeto de estudio del presente proyecto.

Los materiales compuestos fibrosos pueden clasificarse en compuestos de una sola capa o multicapa. En realidad los compuestos de una sola capa están generalmente formados por varias capas, llamadas láminas, pero teniendo todas ellas las mismas propiedades y orientación por lo que el laminado resultante se suele llamar de una capa, dado que sus propiedades y su modelo de análisis es similar al caso de una sola lámina. Cuando todas las láminas son del mismo material (misma fibra y matriz y volumen relativo de ambos), si bien con orientaciones diferentes debido a las necesidades de diseño, el material compuesto recibe el nombre de laminado. En el caso que las láminas sean de diferentes materiales constituyentes, el resultado se denomina laminado híbrido.

En función de la longitud de la fibra podemos clasificar los materiales compuestos fibrosos en materiales reforzados con fibra continua o discontinua. La distinción se hace de forma cualitativa. Hablamos de compuestos de fibra discontinua o corta cuando la longitud de la fibra afecta a las propiedades del material. En el material de fibra continua la carga es

soportada fundamentalmente por las fibras, siendo la principal función de la matriz mantener unidas las fibras y protegerlas.

Dentro de las láminas de fibra continua podemos hacer otra distinción en función de la orientación de la fibra. Es posible que el refuerzo se produzca en una sola dirección o bien en dos direcciones. Las láminas con refuerzo en una sola dirección suelen aparecer comercialmente en cintas enrolladas de fibras pre-impregnadas de matriz, recibiendo el nombre de pre-preg. La cinta se encuentra adherida a un material de desecho, que se elimina en el instante de utilizarla para formar un laminado, que sirve como protección para la cinta a la hora de almacenarla. Los compuestos con refuerzo unidireccional son muy resistentes y rígidos en la dirección de la fibra, pero muy débiles en la dirección perpendicular. Si la aplicación estructural requiere cierta resistencia en varias direcciones se emplean láminas con orientaciones diferentes para lograr un laminado con las propiedades deseadas.

Por otro lado, las fibras pueden aparecer entrelazadas en direcciones perpendiculares, formando lo que se denomina un tejido. De igual forma que en el caso de las cintas unidireccionales, también pueden aparecer comercialmente en forma de pre-preg.

2.2.2 Matrices

El objetivo principal de la matriz es fijar el refuerzo fibroso dándole forma al conjunto y transmitir los esfuerzos hacia las fibras y repartirlos entre ellas, manteniéndolas con la orientación correcta. Asimismo la matriz también protege a las fibras de la exposición ambiental y corrosión química y oxidación. Por otro lado la matriz generalmente determina la temperatura máxima de servicio del laminado.

Las matrices orgánicas empleadas en los materiales compuestos fibrosos utilizados en la industria aeronáutica pueden ser clasificadas en un sentido amplio entre termoestables y termoplásticas. Las matrices termoestables, en general, ofrecen menores viscosidades en estado fundido y a temperatura ambiente, menores temperaturas y presiones de curado, son más fácilmente impregnadas y son más baratas. Por otro lado, las matrices termoplásticas ofrecen ciclos de curado más rápidos y generalmente no requieren un control ambiental para su almacenado ni tras el curado. Sin embargo, los polímeros termoplásticos experimentan un fenómeno, la fluencia (que no debe confundirse con la capacidad de fluir en caliente), que es una degradación de mayor o menor importancia relacionada con el tiempo de exposición a los factores ambientales. Son por tanto polímeros remoldeables y soldables mediante calor, y al enfriarlos por debajo de una temperatura crítica T_g (temperatura de transición vítrea, o *glass transition*) se endurecen y fragilizan comportándose como un cristal. Por otro lado, un punto a favor de este tipo de matrices es que presentan un mejor comportamiento ante impactos. Ejemplos de este tipo de polímeros son el polietileno, el poliestireno, el nilón, el polipropileno, o el teflón.

Por los motivos esbozados anteriormente, las matrices más utilizadas en los materiales compuestos fibrosos empleados en la Industria Aeronáutica son los polímeros termoestables.

Dentro de los polímeros termoestables, los más usados como matrices son las resinas epoxi y el poliéster. En la tabla 2.1 (tomada de [10]) se recogen las principales propiedades de las resinas epoxi y el poliéster. Podemos observar que, en general, las propiedades de las resinas epoxi son superiores a las resinas de poliéster, pero más caras. Por tanto el epoxi se emplea en aplicaciones con superiores solicitaciones mientras que el poliéster se usa en aplicaciones de menor nivel de exigencia en cuanto a resistencia estructural, generalmente con fibra de vidrio.

Propiedad	Unidades	Resinas Epoxi	Resinas Poliéster
Densidad	Mg m ⁻³	1,1 – 1,4	1,2 – 1,5
Módulo de Young	GPa	3 – 6	2 – 4,5
Coef. Poisson		0,38 – 0,4	0,37 – 0,39
Resist. Tracción	MPa	35 – 100	40 – 90
Resist. Compresión	MPa	100 – 200	90 – 250
Alarg. Rotura (Tracción)	%	1 – 6	2
Conduct. Térmica	Wm ⁻¹ °C ⁻¹	0,1	0,2
Coef. Dilatación	10 ⁻⁶ °C ⁻¹	60	100 – 200
Temp. Distorsión	°C	50 – 300	50 – 110
Contracción Curado	%	1 – 2	4 – 8
Absorción de Agua (24h a 20°C)	%	0,1 – 0,4	0,1 – 0,3

Tabla 2.1: Propiedades típicas de las resinas epoxi y poliéster usadas en *composites*.

Las resinas termoestables son materiales dúctiles como puede apreciarse en sus curvas tensión-deformación (figura 2.1, tomada de [10]). Esta característica de ductilidad de las resinas junto a su comportamiento isótropo justifica comportamientos no lineales de los materiales compuestos ante solicitaciones en las que la matriz juegue un papel importante en el mecanismo de resistencia del material compuesto.

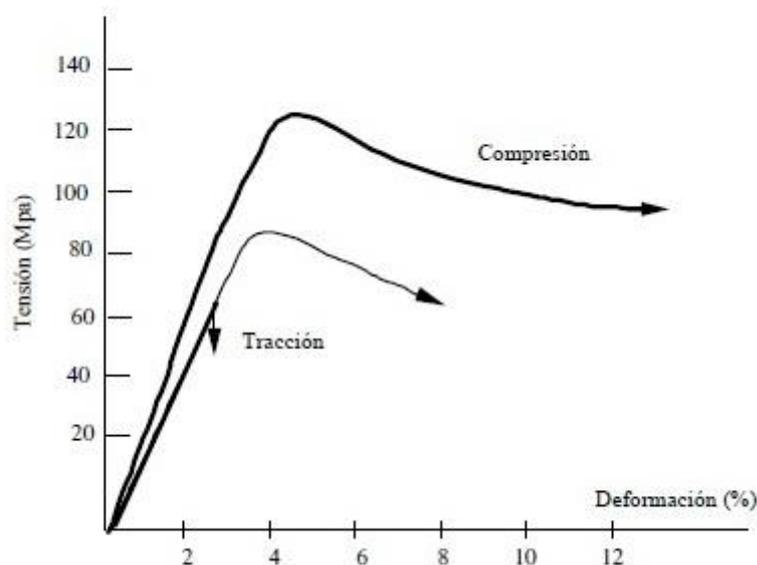


Figura 2.1: Diagrama de tensión deformación de resinas termoestables.

2.2.2.1 Resina Epoxi

La mayoría de las resinas epoxi están basadas en dos estructuras químicas: TGMDA (dianilina tetraglicidil metileno) y DGEBA (diglicil éter de bisfenol A). La principal diferencia es que las moléculas de TGMDA curan a una densidad de entrecruzamiento mayor que la epoxi bisfenol A, la cual presenta altos valores de módulo de Young y temperatura de transición vítrea pero bajos valores de deformación a la rotura. Las resinas epoxi basadas en TGMDA son empleadas normalmente en pre-pregs, mientras que las que son producto de bisfenol A se utilizan para infusión

Las propiedades generales que presenta la resina epoxi se recogen a continuación:

- Excelentes propiedades mecánicas.
- Temperatura de uso entre 130° y 240°.
- Buen aislamiento eléctrico.
- Resistente ante fluidos corrosivos (agua, ácidos, soluciones salinas, alcoholes, grasas...)
- Excelente estabilidad dimensional (poca contracción al curar).
- Excelentes propiedades adhesivas.

Proceso de Curado

Las resinas termoestables se caracterizan por establecer enlaces cruzados de carácter covalente entre cadenas. Al proceso reactivo de entrecruzamiento mediante enlaces covalentes se le llama curado.

El ciclo de curado permite que la resina evolucione de un material fusible y soluble a otro no fusible e insoluble, formado por retículos tridimensionales covalentes. Esta estructura espacial es la que imprime al material unas muy buenas propiedades en términos de resistencia en comparación con otros plásticos.

La polimerización de la resina puede comenzar en el pre-preg a temperatura ambiente, pero este proceso sería muy lento (varios meses), porque se deben romper enlaces ya creados en la premezcla que anclan el proceso de crecimiento de cadenas. Es por ello que el material debe conservarse en congeladores a la temperatura adecuada marcada por el distribuidor hasta el momento de su uso, cuando se debe trabajar en una sala limpia con la temperatura y presión controladas para que se alargue la vida del material en la medida de lo posible.

La forma idónea de polimerizar es mediante la aplicación de calor y presión que eleve la temperatura de la premezcla sólida por encima de la temperatura de transición vítrea hasta convertirla en líquida en un proceso que facilita la formación de los enlaces covalentes.

Transformaciones de fase

Las resinas termoestables pueden adoptar varias formas físicas o fases, dependiendo de la temperatura y el tiempo, durante el proceso de polimerización. Este hecho queda

recogido de forma clara en los diagramas TTT (Tiempo-Temperatura-Transformación) como el representado en la figura 2.2. En ellos se muestran temperaturas que determinan ciertas características de la resina, así como las líneas que delimitan la transición entre estados.

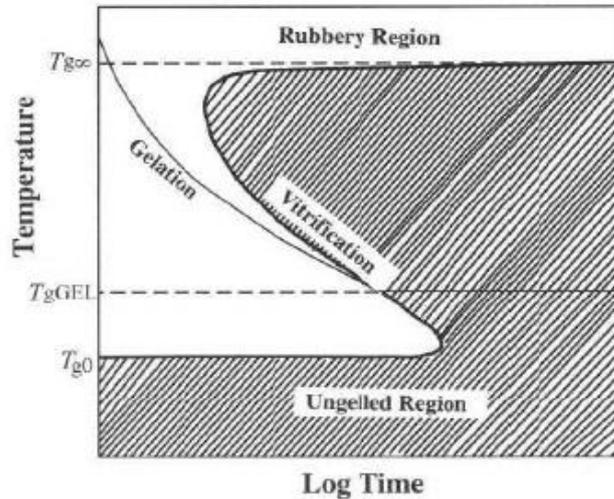


Figura 2.2: Diagrama TTT característico de las resinas.

Temperaturas:

- Temperatura de transición vítrea: punto intermedio de temperatura en el que el material no se encuentra ni en estado sólido (rígido), ni en estado líquido (fundido) sino que se encuentra en un estado gomoso. En este estado el material adquiere cierta elasticidad y capacidad para deformarse plásticamente sin llegar a fracturarse.
- $T_{g\infty}$: temperatura de transición vítrea del sólido totalmente reticulado. También se conoce como la máxima temperatura de transición vítrea del sistema.
- T_{ggel} : temperatura por encima de la cual se produce la gelificación y la resina se encuentra en estado de gel.
- T_{g0} : temperatura de transición vítrea del prepolimero (material sin curar) por debajo de la cual el material no reacciona y la resina puede almacenarse.

Transiciones más relevantes:

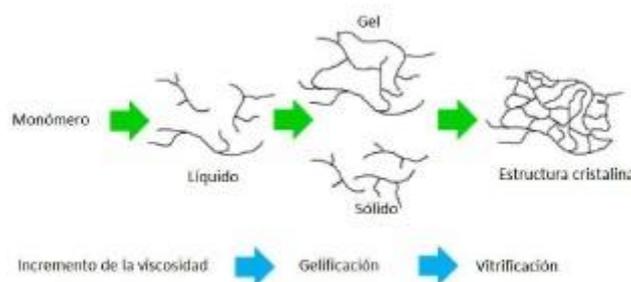


Figura 2.3: Esquema de las transformaciones de fase en la resina

En la figura 2.3 podemos observar un esquema de las transformaciones de fase que ocurren en la resina desde el estado de monómeros hasta la obtención de una estructura cristalina. A continuación se describen dichas transformaciones de fase:

- Gelificación: punto en el cual se comienzan a formar enlaces covalentes entre cadenas lineales colindantes. Esta transformación es característica de los termoestables y tiene una vital importancia en el proceso de curado. A partir de la temperatura de gelificación el material deja de fluir y no puede ser procesado. La resina pasa a un estado gomoso y su viscosidad se ve incrementada en gran medida. Se caracteriza por la coexistencia de zonas en las que se han formado los enlaces cruzados junto con otras zonas en las que la unión no se ha producido.
- Vitrificación: transformación desde un estado de líquido viscoso o gel elástico hacia un estado vítreo. Comienza cuando la temperatura del curado coincide con la temperatura de transición vítrea. A partir de este momento el curado es un proceso muy lento.

2.2.3 Fibras

Mientras que los materiales compuestos deben sus propiedades globales a la combinación de la matriz y el refuerzo, es el refuerzo fibroso el principal responsable de las características resistentes. Casi todas las fibras continuas empleadas en elementos estructurales hoy en día tienen una sección transversal circular o casi circular. En general, cuanto menor sea el diámetro de la fibra más resistente es el conjunto. Otras formas posibles, como poligonales, rectangulares e irregulares, se encuentran bajo desarrollo con posibilidad de mejora de las características resistentes. Las fibras huecas se han desarrollado recientemente y prometen una mejora de las propiedades mecánicas, especialmente en cuanto a la resistencia a compresión.

La función del refuerzo de fibras continuas engloba:

- Principal miembro de soporte de carga del material compuesto.
- Responsable de la resistencia a tracción, a compresión, a flexión y de la rigidez del material compuesto.
- Determina las propiedades eléctricas.
- Determina el coeficiente térmico de expansión

Clasificación general de las fibras de refuerzo

Fibra de vidrio

La fibra más utilizada es sin duda la fibra de vidrio, que ha tenido gran aceptación debido a su bajo coste, peso ligero y buena resistencia específica. Los materiales compuestos de fibra de vidrio han sido ampliamente utilizados para piezas de aviones con baja sollicitación estructural. Se emplean principalmente en partes interiores del fuselaje, tales como ventanas y compartimentos de almacenamiento, así como para los carenados laterales y los paneles de borde de salida de alas fija. Por otro lado los compuestos de fibra de vidrio son ampliamente utilizados en elementos de material deportivo.

Los dos tipos más comunes de fibra de vidrio son: fibra de vidrio E (*E-glass*) para aplicaciones eléctricas, y fibra de vidrio S (*S-glass*) de mayor resistencia para uso estructural. La fibra *E-glass* proporciona una alta relación resistencia - peso, buena resistencia a la fatiga, propiedades dieléctricas excelentes, mantiene el 50% de la resistencia a la tracción a 320° y tiene excelente resistencia química y a la corrosión. Aunque la fibra *E-glass* ha tenido mucho éxito en las estructuras secundarias de aeronaves, algunas aplicaciones requieren propiedades superiores. Para satisfacer estas demandas se desarrolló la fibra de vidrio *S-glass* ofreciendo hasta un 25% más de resistencia a la compresión, 40% más de resistencia a la tracción, un módulo elástico un 20% mayor y una densidad un 4% inferior. Esta fibra tiene también una mayor resistencia a los ácidos fuertes que la *E-glass*, pero es más costosa.

El uso de otros tipos de fibra de vidrio, tales como *A-glass*, *C-glass*, e incluso *D-glass* ha sido más limitado debido a que poseen una menor resistencia y no son adecuadas para los propósitos estructurales.

El diseño de elementos con materiales compuestos con refuerzo de fibra de vidrio es mucho más simple que el diseño con otros *composites* debido a la gran cantidad de datos empíricos recogidos en los últimos años y la disponibilidad de sus propiedades estandarizadas bien documentadas por muchos fabricantes.

Las fibras de vidrio huecas, desarrolladas recientemente, han demostrado una mayor eficiencia estructural en aplicaciones donde la rigidez y la resistencia a la compresión son los criterios que rigen. Sin embargo las fibras huecas son bastante difíciles de manejar, ya que se rompen con facilidad y pueden absorber la humedad.

El vidrio está formado por sílice (SiO_2) y óxidos (Al_2O_3 , MgO , CaO , etc.). La fibra de vidrio se obtiene mediante la fusión de sus componentes en un horno y posterior estiramiento del material a su salida por una serie de hileras. La fibra de vidrio se recubre con un material denominado *ensimaje* que protege la superficie del deterioro por fricción o abrasión y facilita la unión entre la fibra y la matriz.

Kevlar

El *Kevlar* o poliparafenileno tereftalamida es una poliamida, que fue sinterizada por primera vez por la química Stephanie Kwolek en 1965 quien trabajaba para DuPont. Esta poliamida contiene grupos aromáticos (se trata de una aramida), entre los cuales tienen lugar interacciones y además tienen lugar interacciones por puentes de hidrógeno entre los grupos amida. Debido a estas interacciones las fibras obtenidas presentan altas prestaciones. En ellas las macromoléculas tienden a quedar perfectamente orientadas en la misma dirección y muy bien empaquetadas. La fibra de *Kevlar* ha sido utilizada en aplicaciones estructurales desde principios de la década de 1970. La combinación de su alta dureza y su capacidad de absorción de energía han llevado a utilizar la fibra de *Kevlar* como protección balística (chalecos antibalas y otras protecciones). Además ofrece buena resistencia a la tracción y baja densidad (posee una de las mejores resistencias específicas). Por otro lado la baja resistencia a la compresión es una de las debilidades del *Kevlar*. En aplicaciones donde se necesita una mejor respuesta ante la compresión se utilizan generalmente compuestos híbridos de fibra de carbono y *Kevlar*.

El comportamiento de los compuestos de *Kevlar* bajo compresión es bastante diferente a la respuesta bajo tracción. Bajo una carga de compresión de alrededor del 20% de la carga máxima a tracción se produce una desviación de la linealidad. Esta es una característica inherente a la fibra de *Kevlar* y representa un pandeo interno del filamento.

Otra área en la que el *Kevlar* tiene un muy buen comportamiento es en la amortiguación de las vibraciones. La fibra de *Kevlar* es menos propensa a problemas de aleteo y de fatiga sónica que la mayoría de otros materiales. Por otro lado la fibra de *Kevlar* también ofrece una buena resistencia química y retiene sus excelentes propiedades de tracción a temperaturas relativamente altas. Debido a sus altas propiedades específicas y menos problemas de manejo, estas fibras han sustituido a las fibras de vidrio en muchas aplicaciones. Sin embargo, la relativamente baja resistencia a la compresión ha mantenido la fibra de *Kevlar* fuera de muchas de las estructuras primarias de aeronaves. También se necesitan nuevos métodos para el mecanizado de compuestos de *Kevlar* debido a la dificultad para el corte de las fibras con herramientas convencionales.

Fibra de boro

Las fibras de boro, con un diámetro de entre 50 y 200 micras, se forman por deposición química (ECV) del gas procedente de un filamento de tungsteno. Se trata de fibras más resistentes que las de carbono, con una resistencia a la tracción de 3,4 GPa. Su módulo elástico es de aproximadamente 400 GPa, mayor que el de la fibra de carbono y hasta cinco veces el del vidrio. Se puede emplear con matrices de un material orgánico para formar materiales ligeros. Su uso es todavía limitado en la industria aeronáutica debido al coste relativamente alto y el elevado diámetro de la fibra.

Un inconveniente importante de las fibras de boro es la dificultad en la manipulación del material. Las fibras son extremadamente rígidas y quebradizas por lo que el radio mínimo para ser enrolladas es limitado. Otro inconveniente es el espesor de capa, que se determina

por el diámetro del filamento y la fracción de volumen de fibra deseado. La mayoría de las estructuras de célula requieren piel fina y se necesitan capas delgadas. Sin embargo el tamaño de los filamentos de boro es de un orden de magnitud mayor que el diámetro de las fibras de carbono en laminados unidireccionales a menos que la fracción de volumen de fibra es suficientemente baja para permitir anidación.

Fibra de carbono (Grafito)

Aunque los nombres de carbono y grafito se utilizan indistintamente al describir las fibras, las fibras de carbono contienen un 93-95% de carbono, y las fibras de grafito contienen más del 95% de carbono. El uso de los términos grafito o carbono es aceptable desde un punto de vista de la ingeniería. Los materiales compuestos de fibra de carbono se encuentran entre los materiales compuestos más fuertes y más rígidos con excelentes propiedades específicas debido a su bajo peso. Mediante una correcta selección de fibra y matriz, así como una adecuada orientación del refuerzo y un correcto apilado se pueden conseguir elementos más rígidos y resistentes que las piezas de acero con menos de la mitad de su peso.

Las propiedades de la fibra de carbono se pueden resumir como sigue:

- Muy rígida y con densidades relativamente bajas.
- Muy buenas propiedades específicas.
- Coste intermedio (mayor que la fibra de vidrio)
- Mal aislante eléctrico.
- Diámetro de la fibra 5- 8 μm
- Frágil. Prácticamente no presenta plasticidad, el límite elástico es similar a la resistencia a tracción.
- Rigidez variable desde la misma del acero hasta cuatro veces superior. Sus propiedades dependen del proceso de fabricación y del material de su obtención: poliacrilonitrilo (menor rigidez) o asfalto de petróleo (mayor rigidez).

Las fibras de carbono se obtienen a partir de una mezcla de polímeros (denominada precursor), el más utilizado es el PAN (poliacrilonitrilo) y normalmente se combina con otros polímeros: metil acrilato, metil metacrilato, vinil acetato y cloruro de vinilo, todos derivados del petróleo, que es carbono concentrado, proveniente de restos de materia orgánica (fósiles). En particular, el PAN es una fibra de plástico formada por largas cadenas de moléculas de carbono, oxígeno, nitrógeno e hidrógeno en forma de escalera. Cuando se calienta el PAN en las adecuadas condiciones de temperatura, las cadenas de moléculas de carbono se juntan mientras los demás elementos se separan, los átomos de carbono del polímero cambian de distribución y forma una estructura estable de anillos fuertemente unidos que se soportan los unos a los otros. Mediante un nuevo calentamiento, los anillos se juntan en 'listones' de hexágonos de átomos de carbono muy flexibles, a diferencia del grafito, cuya estructura permanece plana. La unión flexible de los listones evita que se deslicen, como pasa en la estructura plana del grafito, lo que resulta en un notable incremento en la resistencia del material. Los hilos de PAN son trefilados en filamentos cinco veces más delgados que un cabello humano y están compuestos entre 92 y 100 por ciento de átomos de carbono, según

sean las propiedades deseadas. En síntesis, la fibra de carbono se produce por la quema controlada del oxígeno, nitrógeno y otros elementos diferentes al carbono de la fibra precursora, dejando solo el carbono en el material. Algunos fabricantes también utilizan precursores de rayón, proveniente de la celulosa y precursores de alquitrán, relativamente más baratos que el PAN pero menos efectivos. Cada tipo de precursor tiene su técnica de procesado pero, en general, todos siguen una misma secuencia.

La forma más económica es la obtención a partir de brea, sin embargo, es más frecuente obtener la fibra de carbono a partir del PAN. El proceso de fabricación se detalla a continuación, pudiéndose observar un esquema con los subprocesos en la figura 2.4.

1. Termoestabilización. A partir de la bobina de poliacrilonitrilo comenzamos a estirar el hilo y lo hacemos pasar por un horno.
2. Carbonización. Calentamos el material base a más de 900°C. A los 450°C se produce la pirólisis, el material se rompe pero no se quema debido a la ausencia de oxígeno. Se separan los elementos de la cadena (nitrógeno, azufre...) y queda carbono puro. Las cadenas se unen por enlaces cruzados.
3. Grafitización. De nuevo hacemos pasar el hilo de carbono puro por un horno a 500°C. A la salida los enlaces son sp² en su mayoría obteniendo grafito.
4. Al hilo obtenido se le hace un tratamiento superficial.
5. En el caso de tejidos, la fibra se hace pasar por un baño de resina que protege las fibras durante el entrecruzamiento de éstas para la obtención del tejido.

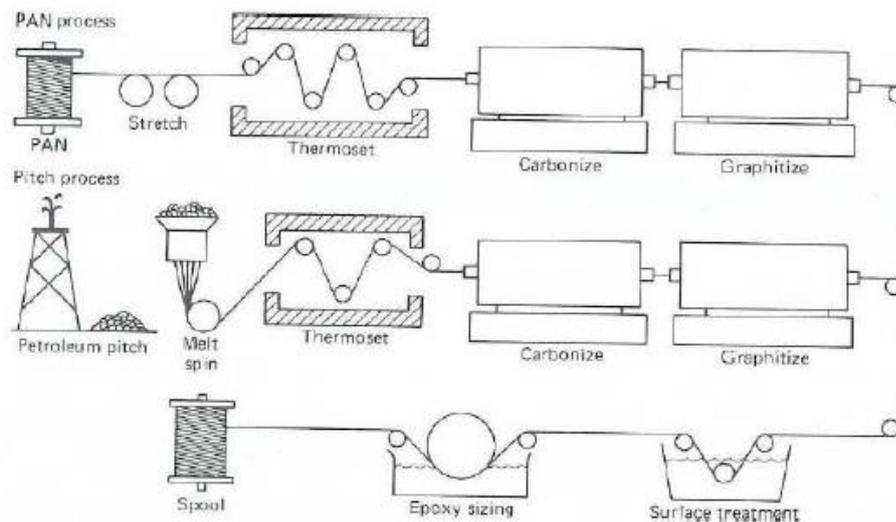


Figura 2.4: Proceso de obtención de la fibra de carbono a partir de PAN.

El proceso a partir de brea es similar añadiéndole un tratado previo por el que se forma el hilo inicial. La fibra obtenida es más rígida pero mucho menos resistente a tracción y más barata.

El resultado es que cada filamento de la fibra está a su vez formado por cintas que reciben el nombre de grafeno. Se trata de planchas monoatómicas en el espesor de carbono en estructura hexagonal unidas por enlaces sp^2 y superpuestas. La dirección en la que se distribuyan estas cintas repercutirá en sus propiedades.

2.2.4 Fabricación de materiales compuestos fibrosos

En cualquiera de los múltiples procesos existentes para la fabricación de materiales compuestos reforzados con fibra se pueden distinguir dos fases: la configuración del laminado y el curado. La primera incluye con carácter general el conjunto de acciones que es preciso realizar hasta obtener la configuración final del material compuesto. Así, podría para algunos materiales, constar de la disposición de fibras en una matriz para obtener una lámina y a continuación la disposición de una serie de láminas para obtener un determinado laminado.

El curado es el proceso de secado o polimerización de la matriz para formar los enlaces permanentes entre la matriz y las fibras de una lámina y a su vez entre las propias láminas. El curado se puede producir de manera natural o puede requerir, para acelerar el proceso de polimerización, la aplicación independiente o combinada de calor y presión en autoclaves, hornos, etc.

A continuación se describen algunos de los métodos más utilizados en la fabricación de materiales compuestos fibrosos [9].

El método de apilado manual (*hand lay-up*) consiste en disponer sobre un molde previamente elaborado las fibras que se impregnan de la resina mediante una brocha o rodillo. Se van sucediendo capas de resina y fibras hasta alcanzar el espesor de diseño. Las fibras, cuando se emplea este procedimiento suelen estar presentadas en rollos pudiendo estar la fibra orientada en una (cintas unidireccionales) o en dos direcciones (tejido). También, aunque más raramente, puede estar la fibra dispuesta en mechales a las que se les aplica la misma técnica. En este método, el curado se realiza al ambiente sin aplicación de calor ni presión. Es usual aplicar este método a materiales compuestos de poliéster y fibra de vidrio con bajos requerimientos estructurales.

El método de enrollado de filamentos (*filament winding*) consiste en pasar hilos de fibras por un baño de resina, enrollándolos a continuación sobre un mandril giratorio que dispone del mecanismo adecuado para orientar la fibra con la orientación deseada con respecto al eje longitudinal. Este procedimiento se emplea con los mismos materiales que en el caso anterior y en geometrías de revolución: tubos, depósitos, etc. Permite un mayor control y fiabilidad del producto final que el método manual.

En el método de bolsa de vacío, presión o autoclave se suele utilizar como material base los pre-pregs, aunque también se puede partir de capas de fibras, generalmente unidireccionales, impregnarlas y curarlas parcialmente. Las láminas se colocan en la superficie del molde en el orden de apilamiento y con las orientaciones adecuadas para formar un

laminado. Se realiza una bolsa de vacío y se introducen en el autoclave a la temperatura y presión adecuadas para llevar a cabo el curado final del conjunto. Esta es la técnica más empleada en materiales compuestos de fibra de carbono / resina epoxi.

El método de proyección (*Spray-up*) se usa en los casos en que el refuerzo no es continuo ni tenga orientación preferente. En este caso se proyectan simultáneamente los hilos cortados y la resina sobre un molde, consolidando el compuesto con un rodillo. Se usa generalmente para compuestos de resina poliéster y fibra corta de vidrio.

Todos los procedimientos indicados se realizan en un molde abierto. Existen también muchos procedimientos basados en la utilización de un molde cerrado, inyectando la resina en el molde, donde previamente se han dispuesto las fibras con la orientación deseada, o mezclando previamente fibra y resina (en caso de fibra corta) e inyectando el conjunto a alta presión en el molde.

Dentro del proceso de fabricación podemos indicar también las operaciones finales de ensamblado, que pueden incluir el pegado después del curado, procesos con máquinas herramientas para configurar zonas difíciles, o simplemente la ejecución de orificios o mecanizado y finalmente el pintado.

Las piezas fabricadas deben pasar un cierto control (inspección visual, rayos X, ultrasonidos y ensayos de resistencia) que permiten detectar los principales defectos que puedan presentarse:

- Discontinuidades entre láminas producidas por la existencia de aire atrapado, falta de resina o delaminaciones durante el curado.
- Curado incompleto de la resina.
- Exceso de resina entre láminas.
- Porosidad o agujeros en la matriz.
- Orientación incorrecta de las láminas.
- Daño en las fibras.
- Inclusiones.
- Variaciones en el espesor.

El material en particular empleado en el desarrollo de este proyecto es un tejido de fibra de carbono / resina epoxi en forma de pre-preg. Sus propiedades, forma de suministro, y proceso de fabricación serán ampliamente comentadas en el tercer capítulo.

2.3 Estudios de fatiga en materiales compuestos

La rotura de un compuesto reforzado con fibras largas causada por cargas cíclicas es un proceso progresivo en el que aparecen y se combinan distintos mecanismos de degradación del laminado. La aparición de pequeñas grietas en la matriz puede traducirse, según las características del laminado, en una propagación de estas grietas de forma que esto conlleve una rotura de fibras en las zonas adyacentes y una delaminación local entre las láminas [11].

El comportamiento a fatiga de cualquier material, y también de un polímero reforzado, no sólo depende del nivel máximo de tensión a que está sometido sino también al tipo de tensión cíclica que recibe. De todos los parámetros que definen la evolución temporal de la tensión cíclica se admite comúnmente que los valores de tensión máxima y mínima (σ_{max} y σ_{min}) y su cociente (denominado índice de reversión $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$) son los valores imprescindibles para su caracterización y, en cambio, otros como la frecuencia o la forma de la evolución temporal del ciclo de tensión puede considerarse que tienen una influencia más bien escasa. Otros parámetros que permiten identificar correctamente la tensión cíclica son la tensión media ($\sigma_m = 1/2 \sigma_{max} + 1/2 \sigma_{min}$) y la tensión alterna ($\sigma_a = 1/2 \sigma_{max} - 1/2 \sigma_{min}$). En la figura 2.5 podemos observar los parámetros definidos para identificar una tensión cíclica.

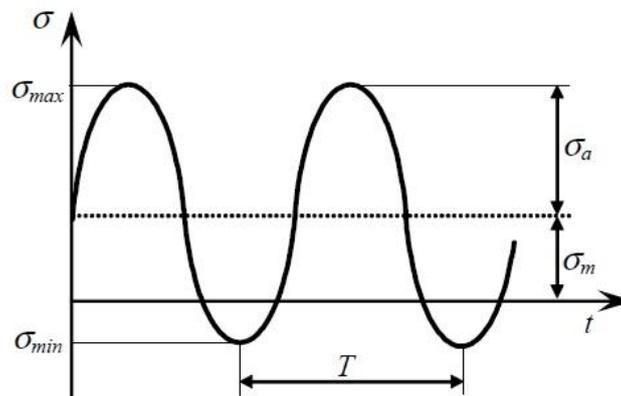


Figura 2.5: Parámetros para definir una carga cíclica.

2.3.1 Curvas S-N

La principal forma de representación de las características de la degradación a fatiga es la curva tensión-vida, o curva S-N. En ella se representa la tensión cíclica de amplitud constante, normalmente en función de la tensión máxima, que causa el fallo en un determinado número de ciclos (N_f). Normalmente representa valores medios de vida de una misma geometría (probeta) sometida a varias pruebas al mismo nivel de tensión cíclica. En las gráficas S-N puede aparecer un límite (S_e), conocido como límite de fatiga, que indica que a

niveles de tensión inferiores el material no falla por fatiga. En materiales compuestos el número de ciclos para llegar a esta zona es muchas veces tan elevado que prácticamente no existe experimentación, por lo tanto se desconoce muchas veces si existe un límite a fatiga. Las curvas S-N normalmente están definidas para la tensión máxima y toman como valor inicial la resistencia cuasi-estática (S_u). Son curvas siempre decrecientes hasta llegar al valor S_e en materiales que presentan límite de fatiga. En la figura 2.6 podemos observar una curva S-N ideal.

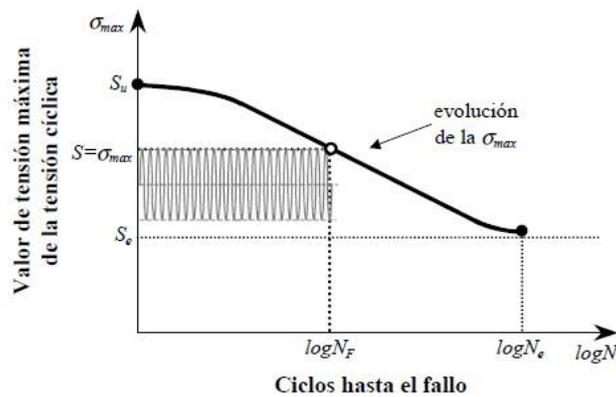


Figura 2.6: Curva S-N característica

La curva S-N nos da una idea experimental de la vida a fatiga del material bajo estudio, pero no proporciona indicaciones sobre la disminución de la rigidez, el mecanismo de daño, la presencia de grietas o de cambio en las características del material debido al proceso de degradación por fatiga. No obstante es un punto de partida bastante útil para el diseño. Para poder tomar la información proporcionada por las curvas S-N como base para el diseño con un determinado material es necesario realizar ensayos a fatiga bajo diferentes índices de reversión (R). Los distintos valores que puede tomar R permiten identificar la naturaleza de la tensión variable. Valores de R comprendidos entre $-\infty$ y 0 indican una tensión tracción-compresión (T-C), un valor de -1 indica una carga simétricamente oscilante. Cuando R está comprendido entre 0 y $+1$ el ensayo es de tracción-tracción (T-T). Los valores comprendidos entre $+\infty$ y $+1$ definen tensiones sólo de compresión (C-C). El valor límite de R igual a $+1$ indica tracción o compresión estacionaria.

Prestando la debida atención a los aspectos estadísticos de la generación de datos, la curva S-N nos permite asociar una probabilidad de fallo a un cierto nivel de tensiones, concepto más realista que un criterio de fallo o no fallo. Disponiendo sólo de la información proporcionada por la familia de curvas S-N ya es posible diseñar una pieza sometida a fatiga, y muchos diseñadores lo prefieren así, sin tener en consideración el mecanismo de daño subyacente. Sin embargo, dado que el mecanismo de daño dominante en los polímeros reforzados con fibra varía en función de la naturaleza del compuesto (la combinación particular de fibras y matriz, la distribución y orientación del refuerzo, etc.) y de las condiciones de carga (tracción, flexión, compresión, etc.) los resultados experimentales no son fácilmente generalizables. Esto justifica los esfuerzos que se han hecho en las últimas décadas para mejorar el conocimiento de la fatiga en los materiales compuestos.

2.3.2 Factores del material que afectan a la vida a fatiga de los laminados

A) Influencia del refuerzo fibroso

Una selección de curvas S-N para GFRP (*Glass Fiber Reinforced Plastics*) y CFRP (*Carbon Fiber Reinforced Plastics*) obtenidas de los trabajos desarrollados por Harris y otros (2001) [12] se muestra en la figura 2.7. Podemos observar que los resultados experimentales difieren de la representación esquemática de la figura 2.6 de la curva tipo S-N.

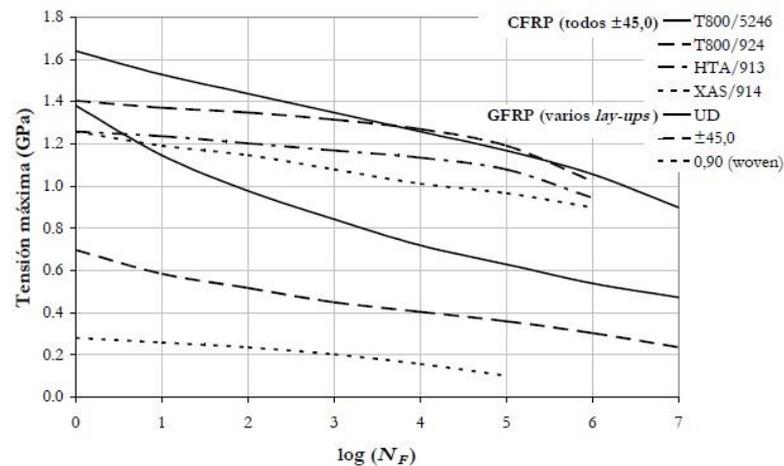


Figura 2.7: Curvas S-N para CFRP y GFRP (R=0,1). [12]

Podemos observar que los compuestos de fibra de vidrio (GFRP) y los compuestos con fibra de carbono (CFRP) tienen un comportamiento marcadamente diferente. La fatiga en los polímeros reforzados con fibra de vidrio presenta una disminución de la resistencia con el número de ciclos de carga más acentuada que en polímeros reforzados con otras fibras. Una posible razón del distinto comportamiento es que la fibra de vidrio presenta una alta deformación antes del fallo, superior a la que presenta la matriz polimérica. En cambio la fibra de carbono presenta una deformación muy inferior a la de la matriz. Otra diferencia sustancial es que las fibras de vidrio se degradan por el efecto de la humedad, mientras que las fibras de carbono son prácticamente inmunes a los fenómenos ambientales.

B) Influencia de la orientación de las fibras

En la figura 2.8 se muestra la vida a fatiga de laminados con distintos materiales de refuerzo (a $\pm 45^\circ$) y la misma matriz sometidos a cargas de tracción.

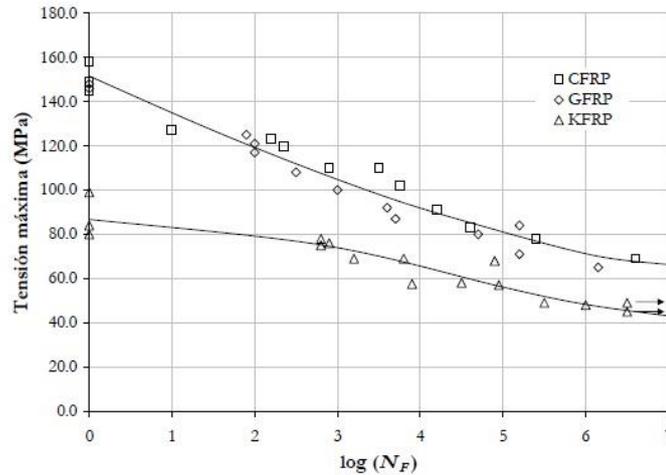


Figura 2.8: Curvas S-N para laminados a $\pm 45^\circ$ de CFRP, GFRP y KFRP. [12]

En estos laminados los esfuerzos no están en dirección de la fibra lo que provoca un estado de tensiones complejas con la aparición de tensiones en la dirección del refuerzo y de esfuerzo cortante entra la matriz y la fibra. Puede observarse como el comportamiento de los GFRP y de los CFRP es similar, ya que en este caso la degradación a fatiga está determinada mayoritariamente por las propiedades de la matriz. El comportamiento de los laminados de KFRP (polímeros reforzados con fibras de *Kevlar*) es ligeramente peor debido a que las fibras de aramida tienen una degradación importante cuando están sometidas a cortante.

C) Influencia de la matriz y de la adherencia fibra-matriz

Teniendo en cuenta los experimentos realizados en plásticos reforzados con fibra de vidrio es evidente que la matriz y la interfase fibra-matriz son los puntos que más influyen en la variación de su resistencia. Las variaciones en el contenido de resina afectan a la resistencia a fatiga mucho más que el efecto que tienen sobre la resistencia a tensión estática [13]. Se considera que el contenido óptimo de resina está entre el 20 y el 30% del volumen. Sin embargo, las propiedades de la matriz en los CFRP tienen una influencia mucho menor. Por otro lado, la mejora de la adherencia fibra-matriz durante el proceso de producción mejora notablemente las propiedades a fatiga.

2.3.3 Efecto de las características de la tensión en la vida a fatiga de los laminados

A) Efecto de la tensión media

Se comprueba experimentalmente que para cargas que provoquen igual tensión máxima y distinta tensión mínima la degradación por el fenómeno de la fatiga es menos acusada en la tensión donde la componente media es más importante y, en consecuencia, donde la componente alterna tiene menor peso. De hecho, cuando la componente de la tensión cíclica alterna es muy pequeña (R tiende a 1), la degradación por fatiga debido a tensiones cíclicas es prácticamente inexistente y la disminución del límite de resistencia es nula. Dado que el valor de la resistencia varía dependiendo del valor medio de la tensión cíclica, para representar el comportamiento global del material se necesita toda una familia de curvas S-N en función de la componente media que tenga cada tensión cíclica. En la figura 2.9 se muestra como para tensiones medias positivas ($\sigma_m > 0$) la vida a fatiga de un material sometido a tensiones cíclicas de características constantes se puede mostrar dependiente de su nivel de tensiones máximas y de su índice de reversión con una familia de curvas S-N.

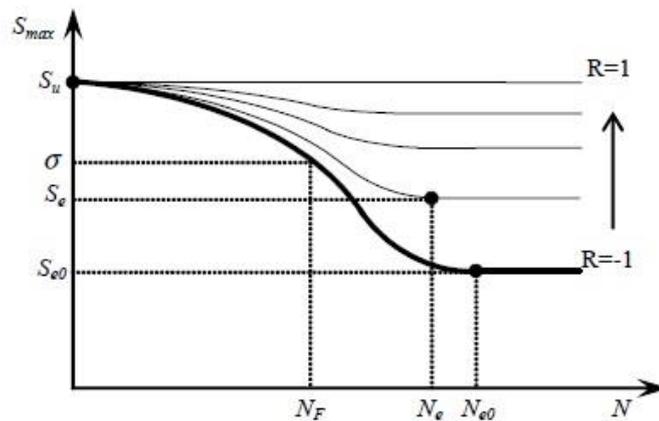


Figura 2.9: Familia de curvas S-N

B) Efecto del límite de resistencia a compresión.

Las curvas S-N del apartado anterior sólo son útiles para comprobar que no se supere la resistencia máxima y se produzca la rotura a tracción. Esto no permite un tratamiento integral de todas las cargas cíclicas ya que estas pueden generar esfuerzos con tensiones a compresión y, por lo tanto, que provoquen la rotura por superación de la resistencia a compresión. Considerando que un material tiene un límite de resistencia a tracción y uno a compresión se observa que la rotura puede aparecer: (i) cuando el nivel de tensión máxima se iguala al límite de resistencia a tracción ($S_T = \sigma_{max}$) o bien, (ii) cuando el nivel de tensión mínima se iguala al límite de resistencia a compresión ($S_C = \sigma_{min}$). Tal y como se muestra en la figura 2.10, para una tensión cíclica tracción-compresión, esto sucederá de un modo u otro

dependiendo de la evolución de los límites de resistencia en función del índice de reversión de la tensión aplicada.

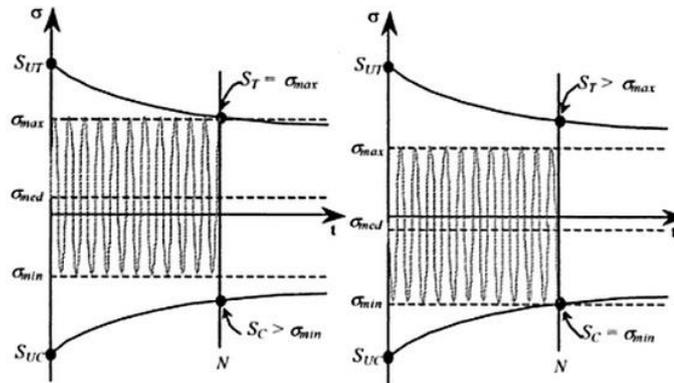


Figura 2.10: Límite de resistencia a tracción y compresión

Un esfuerzo cíclico tracción-tracción superará el límite por tracción. Una tensión compresión-compresión lo hará por compresión. En cuanto a las tensiones cíclicas tracción-compresión lo pueden hacer de las dos formas dependiendo de las características de la tensión cíclica (índice R) y del comportamiento del material.

Como hemos visto el comportamiento a fatiga no tiene por qué ser igual cuando los ciclos de tensión cíclica se mantienen siempre a tracción (tracción-tracción) que cuando son a compresión (compresión-compresión), o bien cuando en cada ciclo se pasa de tracción a compresión. Los mecanismos de daño sobre el laminado son diferentes y esto tendrá un efecto sobre la degradación a fatiga.

Es muy común encontrar piezas en servicio donde la carga a fatiga provoca tensiones que pasan de tracción a compresión a lo largo del tiempo. Sin embargo, la mayoría de los datos experimentales han sido obtenidos bajo tensiones cíclicas de tracción-tracción. Esta circunstancia es debida a las dificultades que conlleva realizar experimentos con tensiones a compresión. La ejecución y análisis de experimentos donde aparezca compresión se complica debido a la aparición del fenómeno de pandeo en las probetas bajo ensayo. Esta inestabilidad provoca una pérdida importante del control en el estado de tensiones. En materiales con una microestructura homogénea, como los metales, podemos asumir que las tensiones a compresión no son significativas a fatiga por lo que este problema tiene relativamente poca importancia. En materiales homogéneos las tensiones a tracción tienden a abrir las grietas, producto de la degradación a fatiga. Por lo tanto estas tensiones dominan la propagación de las grietas. En cambio a compresión estas grietas se cierran y su propagación resulta insignificante. Por el contrario en los materiales compuestos, al encontrarse distintas fases con diferentes propiedades elásticas, las microgrietas que aparecen en fatiga pueden propagarse en un estado de tensiones a compresión, especialmente aquellas grietas que están orientadas en la dirección de la carga. Las razones físicas de este efecto sobre los materiales compuestos no están completamente esclarecidas sobre todo a nivel microestructural por lo que son aún necesarios estudios en este campo. De cualquier forma, según los experimentos es evidente en los diagramas S-N la mayor degradación a tracción-compresión, ya que estos representan

una pendiente más acentuada cuando representan tensiones cíclicas con valores a compresión.

2.3.4 Diagramas de vida constante

Debido a la importancia de la proporción entre las componentes media y alterna de la tensión cíclica en el comportamiento a fatiga de un material se han desarrollado representaciones gráficas que muestren esta influencia de una forma más o menos equivalente. Una de las representaciones más usuales es el diagrama de vida constante en el plano $\sigma_m - \sigma_a$ que relaciona la tensión media con la alterna para un determinado número de ciclos.

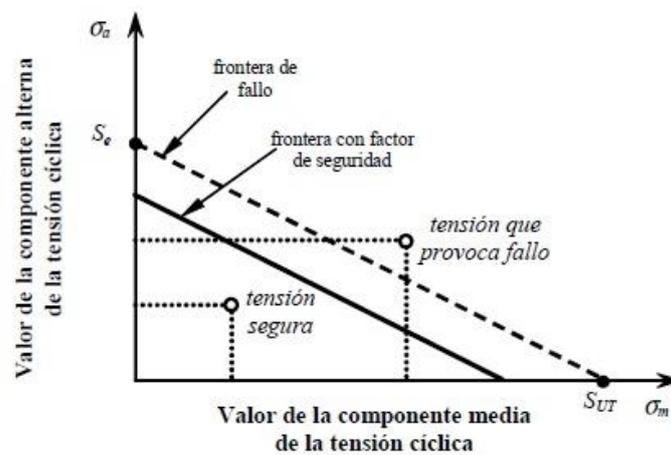


Figura 2.11: Diagrama de vida constante.

Como se puede apreciar en la figura 2.11, el diagrama de vida constante permite representar, incluyendo un factor de seguridad, una frontera entre el fallo y la seguridad para un determinado tiempo de vida del material. Si la frontera corresponde a una línea en el plano $\sigma_m - \sigma_a$ se denomina regla lineal de Goodman (1899) o bien ley de Goodman modificada. Dado que en diseño estructural esta relación lineal es muy utilizada se suele denominar a este tipo de diagrama de vida constante en el plano $\sigma_m - \sigma_a$ diagrama de Goodman.

Este diagrama permite observar la influencia de la tensión media, y en su caso, el efecto de las tensiones a compresión.

Es especialmente significativo el trabajo realizado por Harris y colaboradores (2001) donde se muestra el efecto de la tensión media y de las tensiones a compresión mediante un diagrama de vida constante normalizado según la función:

$$a = f (1 - m)^n (c + m)^v$$

Donde $a = \sigma_a / S_{ut}$, $c = \sigma_m / S_{ut}$ y $m = S_{uc} / S_{ut}$, siendo S_{ut} y S_{uc} las resistencias cuasi-estáticas a tracción y compresión respectivamente. Los parámetros f , u y v son empíricos y deben ser obtenidos a partir de los datos experimentales. Normalmente los exponentes u y v

tienen un valor parecido. El valor f controla principalmente la altura de la curva. Podemos observar un ejemplo de este diagrama normalizado para un CFRP en la figura 2.12:

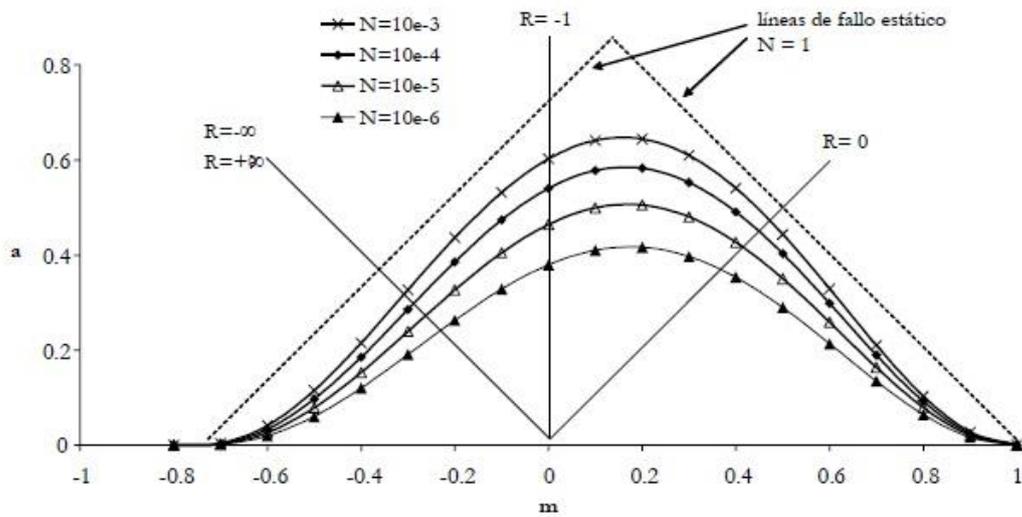


Figura 2.12: Diagrama de vida constante normalizado (Harris).

Esta doble normalización permite comparar las distintas formas que adquiere el diagrama según cuál sea el tipo de laminado. Por ejemplo en la figura 2.13 se muestran las curvas de vida constante para un laminado CFRP (HTA/epoxi) y un laminado GFRP (E-glass/epoxi), ambos con la misma configuración de refuerzo $[(\pm 45, 0_2)_2]_s$, y para una vida de 10^5 ciclos. Se puede observar como el GFRP presenta una curva más asimétrica que el CFRP. Su máximo es menor y además éste se encuentra en la zona de tensiones medias negativas mientras que para el CFRP se halla en valores de tensiones medias positivas.

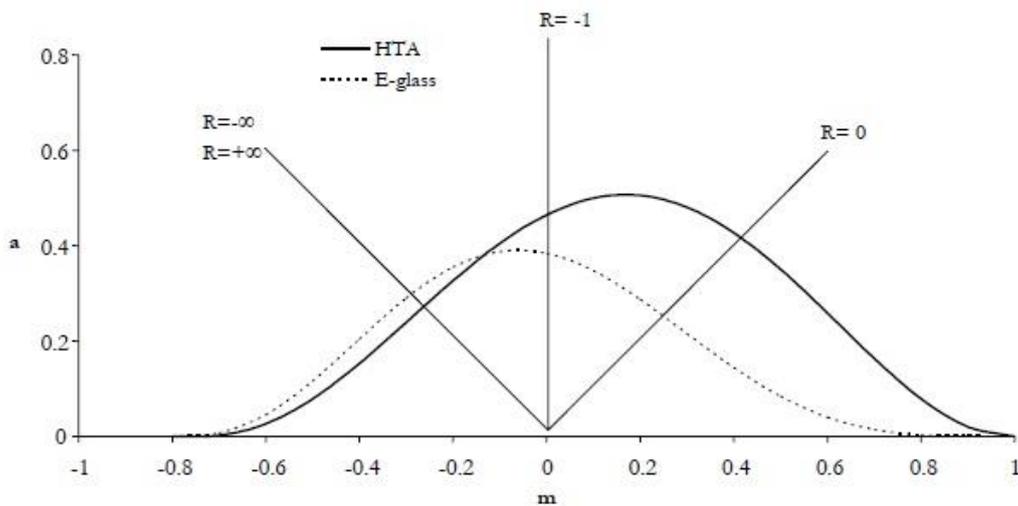


Figura 2.13: Diagramas de vida constante normalizados de CFRP y GFRP.

Obtención experimental de las curvas S-N generalizadas

Para caracterizar correctamente un modelo de predicción de vida es importante conocer tanto la evolución de la resistencia a tracción como de la resistencia a compresión. No obstante, durante la experimentación a fatiga, en alto número de ciclos, es prácticamente imposible registrar durante el ensayo si en una probeta, sometida a tracción-compresión, se origina la rotura final por tracción o compresión. La mayoría de autores que definen una función S-N normalizada (Harris, 2001) realizan una sola regresión experimental de las resistencias para todo el dominio de tensiones cíclicas sin discernir el fallo a tracción y el fallo a compresión.

En los trabajos desarrollados por Corbellá, Mayugo y otros (2003) [14] se propone dividir la curva de vida en dos partes y realizar la regresión de los valores experimentales independientemente para obtener la resistencia a tracción y la resistencia a compresión de forma separada. Por tanto la metodología propuesta es la siguiente:

- i) Representar los valores experimentales de resistencia-vida mediante curvas de vida constante en el plano $\sigma_m - \sigma_a$.
- ii) A partir de esta representación identificar los valores de tensión cíclica crítica que separa la resistencia a tracción de la resistencia a compresión. Son los valores máximos para cada valor de N, es decir, los valores máximos de las curvas de vida en el plano $\sigma_m - \sigma_a$.
- iii) Separar los puntos experimentales en dos grupos. Uno característico de la resistencia a tracción y otro característico de la resistencia a compresión.
- iv) Realizar una regresión separadamente de los dos grupos de datos experimentales para obtener dos funciones de resistencia S-N generalizadas.

2.4 Estudios de fatiga en laminados de tejido de fibra de carbono / resina epoxi

El objetivo principal del presente proyecto es la caracterización a fatiga de un laminado de tejido (refuerzo fibroso entrelazado en dos direcciones perpendiculares) de fibra de carbono / resina epoxi. La mayoría de estudios previos mencionados han tratado de estudiar el fenómeno de fatiga en laminados unidireccionales. Es por ello necesario citar las investigaciones llevadas a cabo por los investigadores M. Kawai y T. Taniguchi, pertenecientes al Departamento de Ingeniería Mecánica de la Universidad de Tsukuba (Japón) sobre este tipo particular de laminados formados a partir de tejido de fibra de carbono. [15]

El resultado principal de los ensayos llevados a cabo bajo el citado estudio es que el comportamiento a fatiga de laminados de tejido de fibra de carbono depende de forma muy significativa de la orientación de las fibras, tal y como era previsible esperar. Es por tanto necesario un profundo análisis del comportamiento off-axis en fatiga de dicho material.

La representación en escala semilogarítmica de la curva S-N para el ensayo on-axis es prácticamente lineal hasta un número de ciclos en torno a 10^6 . Sin embargo la representación para el ensayo off-axis se caracteriza por tener forma de S. Dicho comportamiento puede observarse en la figura 2.14:

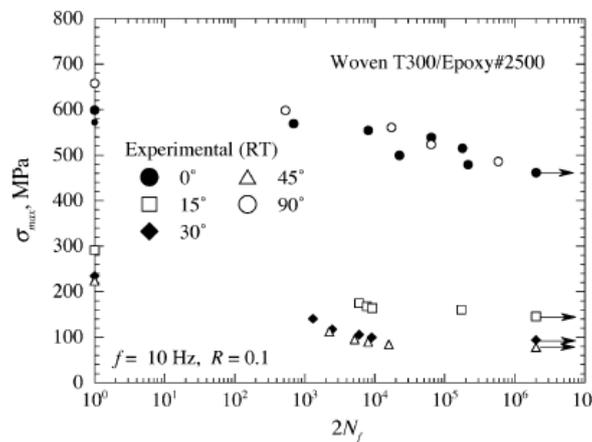


Fig. 10. S-N relationships $\sigma_{\max} - 2N_f$ for various fiber orientations at room temperature ($R=0.1, f=10$ Hz).

Figura 2.14: Datos S-N para varias orientaciones de tejido de fibra de carbono / epoxi [15]

Asimismo dicho estudio demuestra que para un rango de $N_f > 10^4$ la curva S-N para los ensayos off-axis se vuelve aproximadamente plana mostrándose un aparente límite de fatiga.

