

Trabajo Fin de Grado

Grado en Ingeniería en Tecnologías Industriales



Desarrollo y Puesta a punto de Ensayos de Tenacidad a Fractura Interlaminar (G1c) en materiales compuestos y adhesivos a temperaturas distintas del ambiente

Autor: Pedro Cañizares Gómez de Terreros

Tutora: Rocío Ocaña García de Veas

**Dep. Elasticidad y Resistencia de Materiales
Escuela Técnica Superior de Ingeniería
Universidad de Sevilla**

Sevilla, 2014



Trabajo Fin de Grado
Grado en Ingeniería en Tecnologías Industriales

Desarrollo y Puesta a punto de Ensayos de
Tenacidad a Fractura Interlaminar (G1c) en
materiales compuestos y adhesivos

Autor:

Pedro Cañizares Gómez de Terreros

Tutora:

Rocío Ocaña García de Veas

Dep. de Elasticidad y Resistencia de Materiales

Escuela Técnica Superior de Ingeniería

Universidad de Sevilla

Sevilla, 2014

Proyecto Fin de Carrera: Desarrollo y Puesta a punto de Ensayos de Tenacidad a Fractura Interlaminar (G1c) en materiales compuestos y adhesivos

Autor: Pedro Cañizares Gómez de Terreros

Tutora: Rocío Ocaña García de Veas

El tribunal nombrado para juzgar el Proyecto arriba indicado, compuesto por los siguientes miembros:

Presidente:

Vocales:

Secretario:

Acuerdan otorgarle la calificación de:

Sevilla, 2014

El Secretario del Tribunal

AGRADECIMIENTOS

Antes de comenzar la memoria debo agradecerles a mis tutores y profesores por haberme dado la oportunidad de realizar este proyecto, que ha sido una importante toma de contacto con el mundo laboral de la ingeniería.

Agradecerles a los catedráticos y los que han sido profesores míos la oportunidad que me han dado al seleccionarme para estas prácticas, Federico París y José Cañas. Sin olvidar a Esther García quien también me ha dado la oportunidad de trabajar con ellos en TEAMS. Y como persona más importante durante estos meses, Rocío Ocaña mi tutora de prácticas y de proyecto fin de grado, agradecerle todo lo que me ha enseñado, su paciencia y dedicación.

No me quedaría tranquilo si no mencionase a varios compañeros de laboratorio, ya que sin ellos este proyecto no habría sido posible. Primero a Antonio Cañas, que como jefe de taller ha sido capaz de solucionarme cualquier problema que hubiera surgido y con el cual he aprendido muchísimo estos meses. Ahora debo agradecerle a 'mi segunda cabeza pensante', María del Mar que ha sido quien me ha aportado lucidez en importantes momentos. Y como último mi compañero Miguel, con quien he trabajado en la fabricación del utillaje, agradecerle su magnífica precisión a la hora de trabajar. Por supuesto, sin olvidar a José Ramón y a Isabel por hacer mas amenas las horas de trabajo en el laboratorio.

Recordar y agradecer la labor de mis padres al siempre exigir lo máximo de mi, ayudando a convertirme en el proyecto de ingeniero que soy hoy.

A Irene le agradezco haberme acompañado estos años, su paciencia, su apoyo, y todo el amor que me ha demostrado.

Me quedaría sin folios si tuviese que nombrar a todos los compañeros y mejor dicho amigos, con los que he compartido los buenos y malos momentos durante estos cuatro años. Mencionar que me acuerdo de todos ellos al escribir este proyecto.

| | |
|------------------------------|---|
| AGRADECIMIENTOS | 4 |
|------------------------------|---|

INDICE:

| | |
|--|----|
| 1. Introducción | 8 |
| 1.1 Antecedentes y Motivación | 8 |
| 1.2 Presentación del trabajo | 9 |
| 1.3 Definiciones | 10 |
| 1.4 Descripción del ensayo | 11 |
| 2. Estudio de la Normativa AITM 1.0053 | 15 |
| 2.1 Principio del Método | 15 |
| 2.2 Procedimiento | 15 |
| 2.3 Modos de Fallo | 18 |
| 2.4 Cálculo G1c | 21 |
| 3. Estudio de la Normativa ISO 15024..... | 22 |
| 3.1 Principio del Método | 22 |
| 3.2 Definiciones específicas | 23 |
| 3.3 Procedimiento | 25 |
| 3.4 Cálculo G1c | 27 |
| 4. Diseño de utillaje necesario para la aplicación de cargas..... | 31 |
| 5. Equipos y Aparatos Utilizados | 37 |
| 6. Modificación Cámara Climática y Puesta a punto del controlador..... | 39 |
| 7. Fabricación de Laminado y Preparación de Probetas | 41 |
| 8. Método de visualización de la propagación de grieta | 48 |
| 9. Análisis de Ensayos realizados a distintas Temperaturas | 49 |
| 10. Conclusiones | 57 |
| 11. Proyecciones de futuro | 58 |
| 12. Bibliografía | 58 |

| | |
|--|----|
| ANEXO: Resultados de los Ensayos realizados | 60 |
|--|----|

1. Introducción

1.1 Antecedentes y Motivación

Desde finales del pasado siglo, las aplicaciones de los materiales compuestos se han extendido enormemente en las industrias aeronáutica y aeroespacial, especialmente por su superior resistencia y rigidez específicas frente a los materiales convencionales como el acero y el aluminio. La reducción en peso revierte en un ahorro cada vez mayor de combustible y por lo tanto en una ventaja económica y medioambiental. También en otros tipos de industrias se ha incrementado el número de componentes fabricados, total o parcialmente, con materiales compuestos avanzados tal como sucede en la industria automovilística, la naval y especialmente en el sector del deporte de alta competición

El conocimiento del comportamiento de un material en condiciones de servicio es imprescindible y es uno de los pilares sobre los que se fundamenta el concepto de diseño. La heterogeneidad y anisotropía de los materiales compuestos introducen un grado de complejidad muy alto, especialmente al analizar los posibles modos de fallo y las condiciones en servicio críticas para la estructura en cuestión.

El uso extensivo de materiales compuestos en las estructuras primarias de las aeronaves y el uso cada vez más generalizado de las uniones encoladas composite-composite frente a las uniones mecánicas, exige un mejor conocimiento del comportamiento de dichas uniones ante sollicitaciones que provocan la separación de las piezas unidas. Es de vital importancia la evaluación de la calidad de la unión encolada y la obtención de parámetros que caractericen su comportamiento mecánico ante la fractura, no sólo para el diseñador sino también como control de calidad del proceso productivo.

La motivación de este trabajo está, por tanto, enfocada a contribuir con un pequeño grano de arena a la caracterización de materiales compuestos, al realizar ensayos de tenacidad a fractura interlaminar de uniones adhesivas comparando sus valores a distintas temperaturas. Y por otra parte, el motivo por el que elegí este proyecto es que es en su mayor parte experimental. Con este proyecto, que me han dado la oportunidad de realizar me gustaría contribuir al continuo crecimiento de TEAMS, y espero les resulte útil en los próximos años.

1.2 Presentación del trabajo

El trabajo fin de grado *“Desarrollo y Puesta a punto de Ensayos de Tenacidad a Fractura Interlaminar (G1c) en materiales compuestos y adhesivos a temperaturas distintas del ambiente”* trata de desarrollar unas pautas de ensayos y validación del ensayo para Testing and Engineering of Aeronautical Materials and Structures, S.L. (TEAMS).

El objetivo principal por el cual surgió este trabajo fue desarrollar el ensayo de tenacidad a fractura interlaminar (G1c) con la norma AITM 10053 a una temperatura de -55 °C. El ensayo con esta norma a temperatura ambiente ya se realizaba y se realiza hoy en día en TEAMS. Ese fue el punto de partida del proyecto.

Para poner el ensayo a punto para una temperatura distinta del ambiente hay que realizar el ensayo dentro de una cámara climática, es decir, diseñar nuevo utillaje, técnica de visualización de la grieta necesaria para el ensayo, pruebas de funcionamiento y validación del ensayo.

El test para caracterizar la tenacidad a fractura también se realiza con la norma internacional ISO 15024. Este ensayo aunque similar a la norma anterior, se diferencia en la manera de calcular la tenacidad, y las pautas a seguir. En este caso partíamos desde cero, teniendo que desarrollar la manera de obtención de puntos y realizar la programación para tratamiento de datos.

La última parte del proyecto fueron las pruebas de funcionamiento. Para ello realizamos ensayos según las dos normas y a distintas temperaturas, específicamente a -55 °C, a 120°C y a temperatura ambiente. Posteriormente pasamos a caracterizar la evolución de la fractura del material a las distintas temperaturas y a observar las diferencias de resultados entre normas.

1.3 Definiciones

Para mejor comprensión del trabajo vamos a explicar una serie de conceptos previos necesarios para la realización del ensayo.

- **Energía de tenacidad a fractura en uniones adhesivas:**

La energía de tenacidad a fractura en uniones adhesivas se define como la energía necesaria para producir una unidad de superficie en el crecimiento de grieta en una grieta localizada en una unión adhesiva de compuesto de fibra de carbono, formada por una lámina de adhesivo intermedia y dos laminados de fibra de carbono.

- **Modo I:**

El modo indica el método por el cual la carga se aplica para producir la grieta. Una grieta en modo I avanza como resultado de una fuerza perpendicular al plano de la grieta.

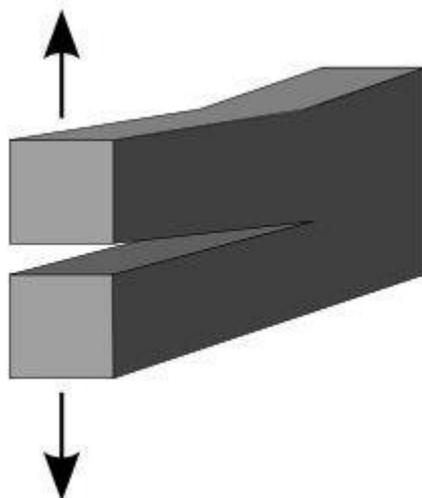


Figura 1 - Modo I

- **Tenacidad a fractura interlaminar (G_{Ic}) :**

G_{Ic} es la designación de la energía de tenacidad a fractura determinada por un procedimiento de ensayo en modo I.

1.4 Descripción del Ensayo

El ensayo se utiliza en la industria aeronáutica para evaluar la tenacidad a la fractura interlaminar en uniones adhesivas se realiza según la normativa AITM 1.0053 y/o ISO 15024:2001.

El tipo de probeta utilizada es el de doble viga en voladizo , DCB (double cantilever beam). La probeta DCB se compone de dos laminados unidos por una capa de adhesivo. Para inducir una grieta inicial, se incorpora una lámina de teflón (habitualmente de PTFE polytetrafluorethylene) de pequeño espesor entre los dos laminados, por lo que el adhesivo no cubre dicha parte de la lámina. Los laminados deben ser procesados en concordancia con EN 2565 o ISO1268, según la norma que estemos usando. Las probetas se cortan una vez curado el panel.

Las dimensiones y la configuración son las indicadas en la Figuras 2a) y 2b). Ambas caras longitudinales de la probeta se pintan con edding tinta blanca, plateada o dorada, para facilitar la observación de la propagación de la grieta y medición durante el ensayo.

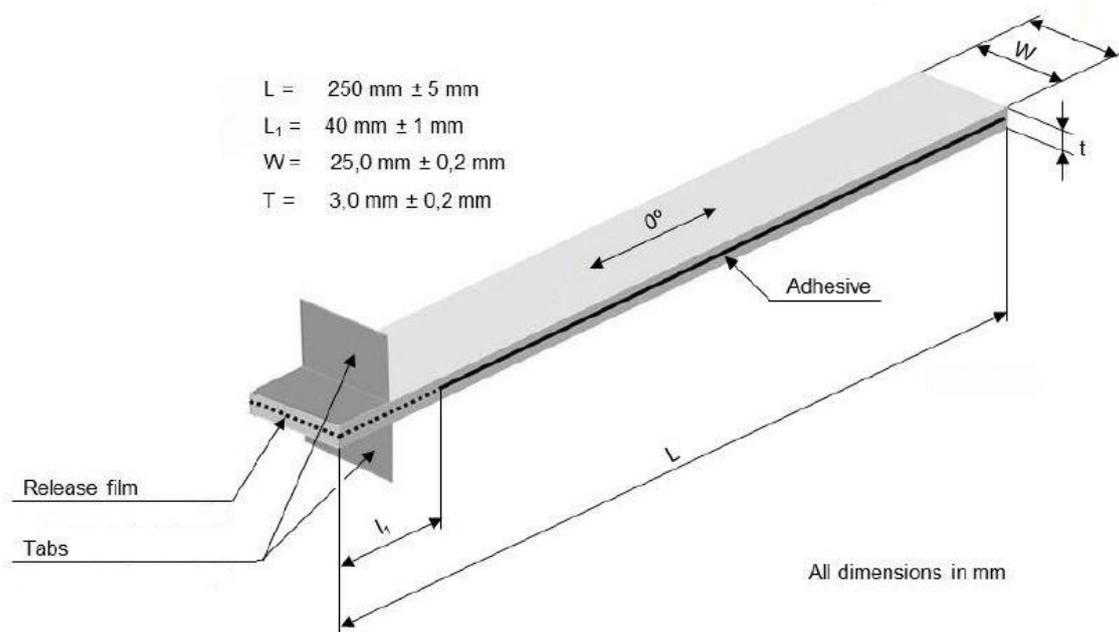
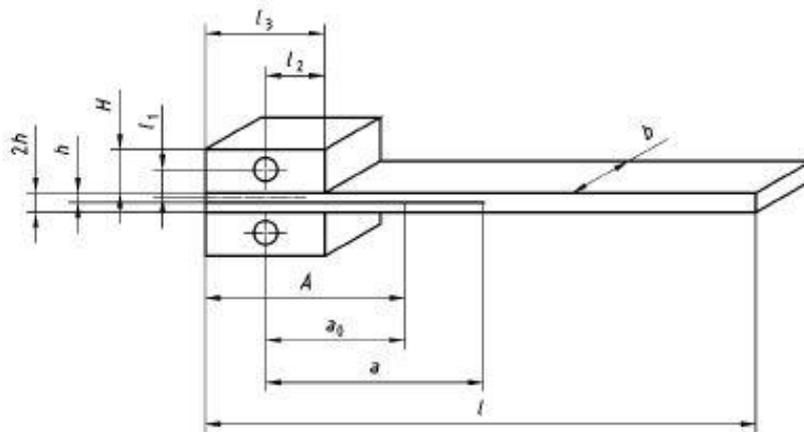
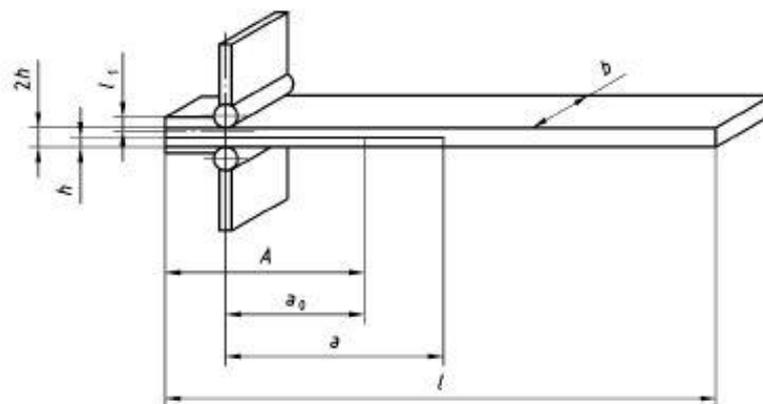


Figura 2 a) – Dimensiones de Probeta AITM 1.0053



a) Starter delamination using load blocks



b) Starter delamination using piano hinges

Key

| | |
|-----------------------------------|--|
| b Specimen width | l_1 Distance from centre of loading pin (or piano hinge axis) to midplane of specimen |
| $2h$ Specimen thickness | l_2 Distance from centre of loading pin (or piano hinge axis) to edge of load block (or piano hinge) |
| a_0 Initial delamination length | l_3 Block length |
| a Total delamination length | H Block thickness |
| A Insert length | |
| l Specimen length | |

Figura 2 b) – Dimensiones de Probeta ISO 15024

El ensayo está compuesto de dos fases. En la primera se carga la probeta a una baja velocidad de la cruceta (3 o 5 m/min) hasta lograr un tamaño de grieta inicial. Seguido se descarga completamente el espécimen. La segunda fase es el ensayo de G1c en sí, donde se carga la probeta observando el crecimiento de grieta, y registrando un gráfico de carga P (N) frente al desplazamiento de la cruceta δ (mm) y en el caso de la norma ISO también hay que ir registrando los valores de longitud de grieta a (mm). El ensayo se detiene cuando la grieta llegue al valor determinado por la norma que estemos utilizando.

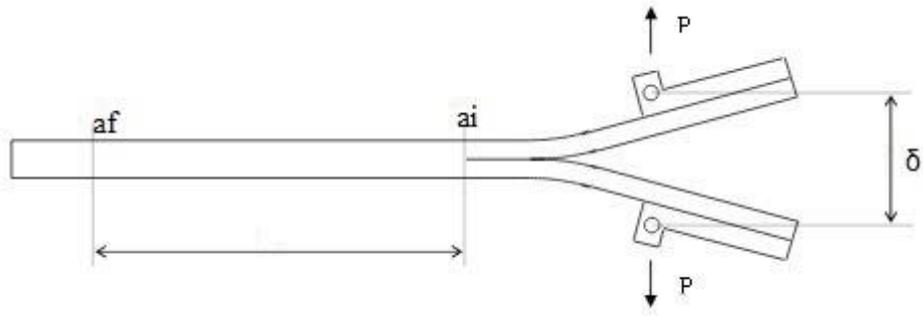


Figura 3 - Esquema del dispositivo de ensayo

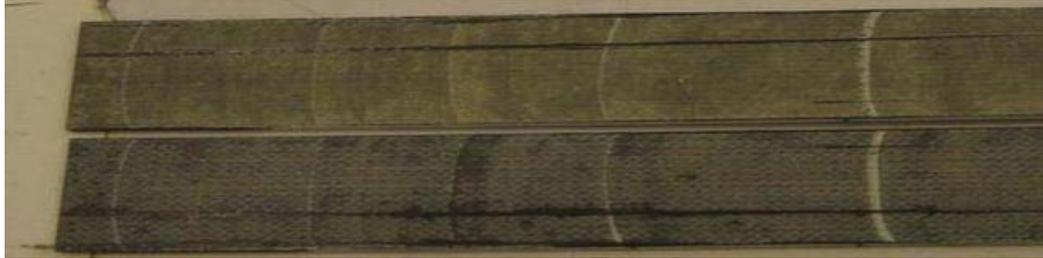
Para el cálculo de G_{1c} (J/m^2) se utiliza el *Area Method* en la AITM, y en la ISO se calcula a través del *Method : Corrected beam theory (CBT)* y del *Method : Modified compliance calibration (MCC)*, que serán explicados posteriormente en el trabajo.

Una vez terminado el ensayo en la norma AITM, los especímenes se clasifican según su Modo de Fallo. A continuación mostramos los modos de fallo de la primera revisión de la norma como conceptos previos. Más adelante se explicaran de manera más detallada según la tercera revisión de la norma la cual hemos utilizado.

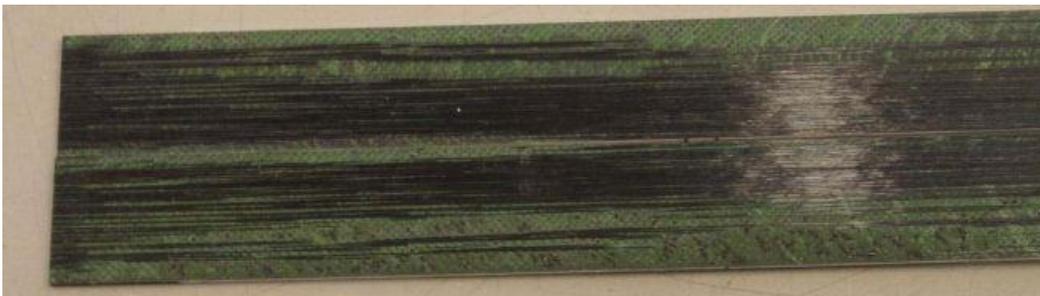
- **Adhesiva:** de un lado es visible la superficie del laminado, y de otro el adhesivo. La grieta se ha propagado en el interfaz laminado-adhesivo.



- **Cohesiva:** el adhesivo es visible a ambas superficies del laminado. La grieta se ha propagado a través de la lámina del adhesivo.



- **Delaminación:** se pueden observar fibras y resto de resina pegadas a la capa de adhesivo. La grieta se ha propagado en el interior del laminado provocando el fallo por delaminación.



- **Mixta:** se debe identificar cual de los tres modos anteriores es el primero en producirse.

2. Estudio de la Normativa AITM 1.0053

2.1 Principio del Método

Esta norma de Airbus define un método para determinar la energía de tenacidad a fractura en modo I (G1c) de piezas unidas de fibra de carbono obtenidas usando unión secundaria o proceso de co-pegado.

El propósito del método es obtener la resistencia a propagación de grieta en uniones pegadas de materiales compuestos de fibra de carbono, formadas con un adhesivo intermedio o dos laminas de fibra de carbono.

El espécimen pre agrietado, es cargado de forma continua por fuerzas de aperturas hasta que se alcanza un total de longitud de grieta propagada de 110 mm. Durante la propagación de grieta las cargas y el desplazamiento de la cruceta tienen que ser registrado de manera continua.

La energía de tenacidad a fractura de uniones adhesivas es calculada a partir de la longitud de grieta propagada y la energía determinada del diagrama carga – desplazamiento de la cruceta.

2.2 Procedimiento

Antes de comenzar el ensayo hay que determinar las dimensiones de la probeta. Primero se mide el espesor usando un micrómetro y el ancho del espécimen usando un pie de rey. Las medidas deben de ser tomadas al menos en tres puntos diferentes y calcular su media aritmética.

Como ya hemos mencionado el ensayo está dividido en dos partes:

- Fase 1 : Pregrieta en Modo I

Esta fase del ensayo tiene como objetivo eliminar toda influencia de la película de teflón, y obtener una grieta recta sin desviaciones del plano medio de la unión adhesiva. La longitud de grieta inicial debe ser aproximadamente de 10 mm.

Al realizar el montaje, hay que asegurarse de la buena alineación de los elementos para que la aplicación de la carga sea correcta.

La velocidad de la cruceta en esta fase debe ser constante, 5 mm/min \pm 0,2 mm/min.

No hay necesidad de registrar la carga o la propagación. Después de obtener la pregrieta, descargar totalmente la probeta, desmontarla de la máquina de ensayo para medir la longitud de la grieta inicial por ambas caras realizando marcas en su posición. Es conveniente usar un microscopio.

Si la posición de las marcas de la grieta difieren en más de 2 mm, repita la fase de precarga hasta conseguir que se propague la grieta de 5 a 10 mm y vuelva a marcar la posición de la grieta otra vez.

Como último, para facilitar la fase siguiente también realizar unas marcas a 110 mm desde el borde de la probeta.

- **Fase 2 : Ensayo G1c**

Volvemos a montar la probeta asegurándonos de su correcta alineación.

La velocidad de la cruceta en esta fase debe ser, 10 mm/min \pm 0,2 mm/min.

En esta fase hay que registrar la carga aplicada como una función del desplazamiento de la cruceta. Cargamos de manera continua hasta que la grieta alcanza la longitud final de 110 mm. Paramos el ensayo y descargamos a una velocidad superior de hasta 25 mm/min para reducir tiempo.

Una vez desmontada la probeta, usando el microscopio determinamos la longitud de la grieta propagada con una exactitud de \pm 0,5 mm.

Lo último separar completamente las dos laminas de forma manual y tomar una foto para ver el modo de fallo.

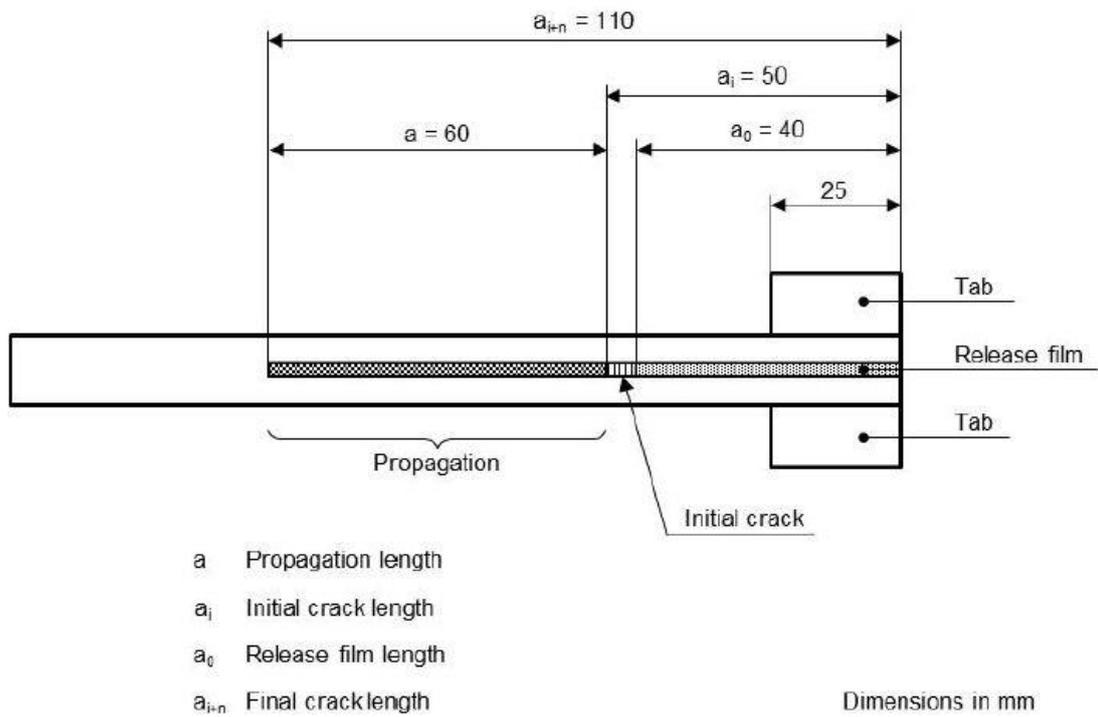


Figura 4 - Longitudes horizontales relevantes de la probeta

- **Consideraciones al ensayar a Temperatura distinta del ambiente:**

Colocar un termopar lo más cerca posible al centro del espécimen . Es requerido que el termopar este aislado del ambiente de la cámara.

Para estabilizar la probeta a la temperatura requerida con una tolerancia de $\pm 3^\circ$,se recomienda esperar 5 minutos antes de comenzar el ensayo. El tiempo necesario para lograr la temperatura de la cámara debe ser registrado.

2.3 Modos de Fallo

Existen 5 modos de fallos según el criterio de esta norma en la tercera revisión de esta. Los tipos están recogidos en la siguiente tabla.

| Nº de Modo de Fallo | Características |
|---------------------|--|
| 0 | Dentro del Adherente (Delaminación) |
| 1 | Entre el adherente a la fibra y la resina peel-ply |
| 2 | Adhesión |
| 3 | Cohesivo dentro del adhesivo |
| 4 | Interfase 'Wet-wet' |
| 5 | Dentro del Adherente (Delaminación) |

Observar las dos siguientes figuras dependiendo de la preparación de la superficie.

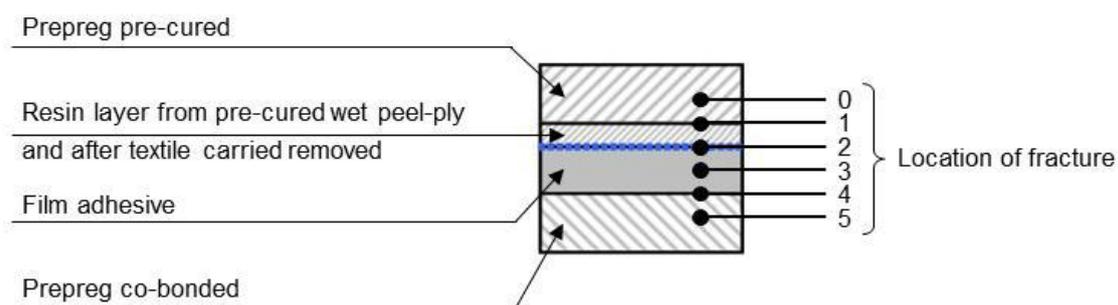


Figura 5 - Localización de fractura en una configuración de co-unión con eliminación de wet peel-ply como pretratamiento superficial

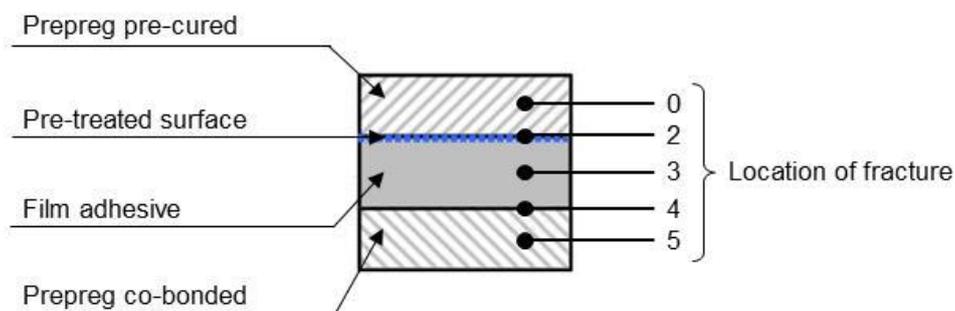


Figura 6 - Localización de fractura en una configuración de co-unión con tratamiento de la superficie seca resultante del pelado, lijado, o granallado

- **Modo de Fallo Nº 1** : sólo aparecen en el proceso de co-pegado cuando se utiliza un wet peel-ply como preparación de la superficie. Es un fallo entre los adherentes de pre-curado y el wet peel-ply usado.
- **Modo de Fallo Nº 2** – Fallo de Adhesión : el adhesivo permanece en el semipanel de unión lo que significa que la grieta se ha propagado a través de la interfase entre el adhesivo y el adherente.

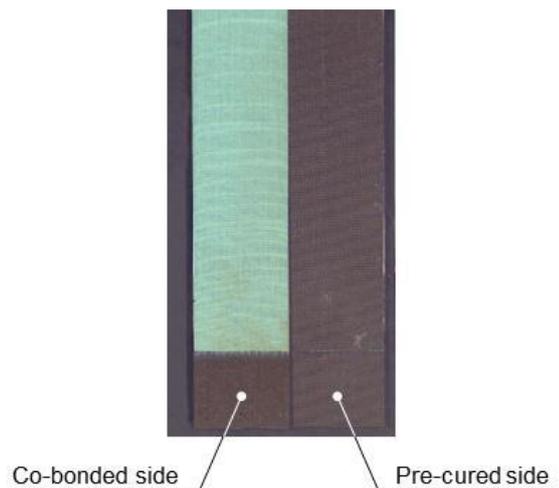


Figura 7 - Modo de Fallo nº 2 – Fallo de Adhesión

- **Modo de Fallo Nº 3** – Fallo Cohesivo: el adhesivo permanece en ambos semipaneles de unión del espécimen. La grieta por tanto ha propagado a través del adhesivo.



Figura 8 - Modo de Fallo nº 3 – Fallo Cohesivo

- **Modo de Fallo Nº 0 y 5** – Fallo de Delaminación: restos de fibras se encuentran en la capa adhesiva, es decir, la grieta ha propagado por dentro de la lamina provocando delaminación.



Figura 9 - Modo de Fallo nº 0 y 5 – Fallo de Delaminación

- **Modo de Fallo Nº 4** : la mayor parte del adhesivo permanece en el semipanel precurado y los restos de adhesivo se puede observar en el semipanel de unión.

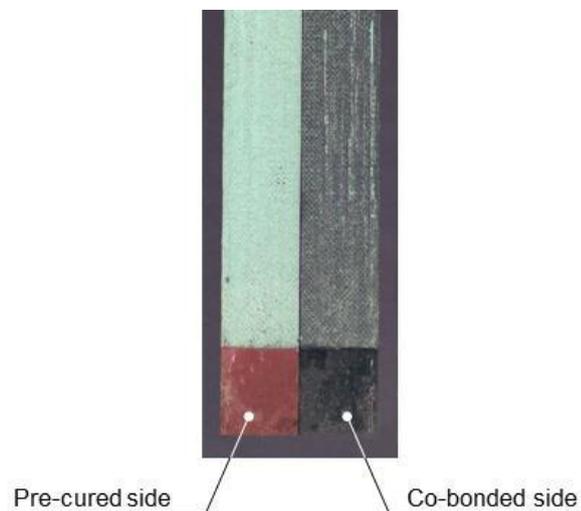


Figura 10 - Modo de Fallo nº 4

- **Modo de Fallo Mixto** : Síntomas de varios fallos se observan al mismo tiempo. Debe identificarse que modos de fallo aparecen.

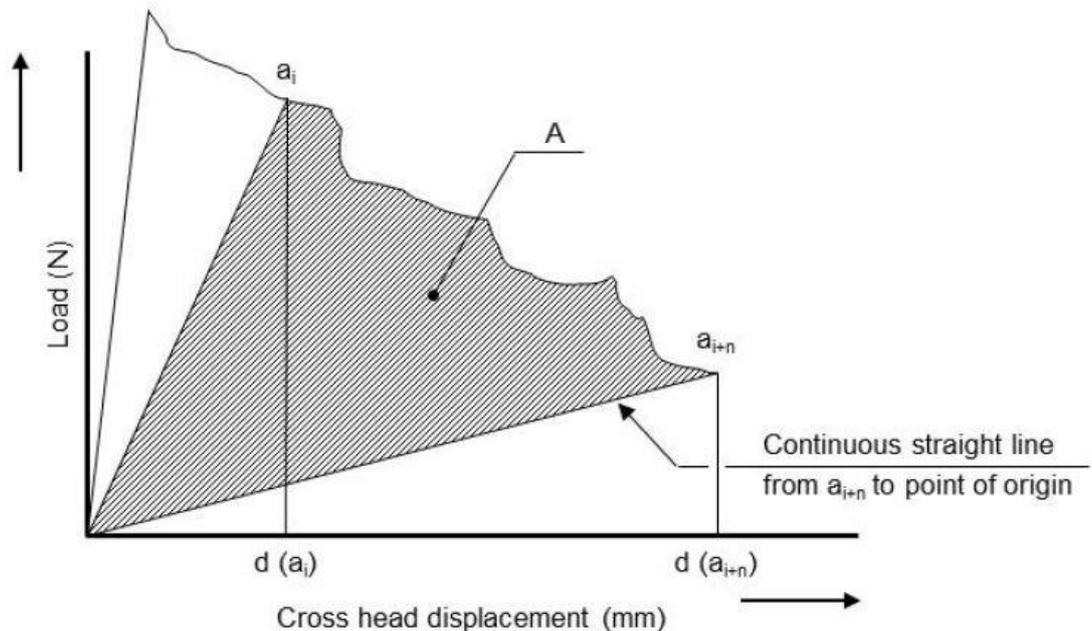
2.4 Calculo de G_{1c}

Para calcular la energía de tenacidad a fractura de la unión se utiliza el Método del Área, que tiene la siguiente formulación,

$$G_{1c} = \frac{A}{a \times w} \times 10^6 \text{ (J/m}^2\text{)}$$

Donde,

- G_{1c} ,es la tenacidad a fractura (J/m^2)
- A ,es la energía para lograr la grieta total propagada en (J) ; Se calcula integrando el área bajo la curva del diagrama carga – desplazamiento de la cruceta (ver Figura 4)
- a ,es la longitud de grieta propagada $a = a_{i+n} - a_i$ en (mm)
- w ,es el ancho de la probeta en (mm)



- $d(a_i)$ Cross head displacement at initial crack length
- $d(a_{i+n})$ Cross head displacement at final crack length
- A Calculated energy

Figura 11 - Diagrama Carga – Desplazamiento de la cruceta

3. Estudio de la Normativa ISO 15024

3.1 Principio del Método

Se utiliza como ya hemos mencionado, una probeta en doble viga en voladizo (double cantilever beam) DCB en modo I para determinar G_{1c} , el valor crítico de la energía de tenacidad a fractura interlaminar de materiales plásticos reforzados con fibra.

El método de este ensayo se limita a laminas unidireccionales a cero grados.

Una curva de delaminación (crecimiento de grieta) – resistencia, o llamada curva –R, es generada a partir de los valores de G_{1c} en función de la longitud de grieta.

El objetivo de este ensayo es determinar valores iniciales para el material compuesto ensayado. La delaminación ocurre típicamente entre los pliegues de las laminas con diferentes orientaciones en materiales compuestos. En este caso ocurre entre las laminas unidireccionales a 0° .

Una carga de apertura de grieta es aplicada al espécimen, de manera perpendicular al plano de delaminación, a través de bloques de carga o bisagras de piano bajo el control de la velocidad de desplazamiento de la cruceta constante.

La probeta DCB contiene una fina película incrustada en el plano medio, que simula una grieta inicial.

La curva R es representada con los valores iniciales del inserto, de la pregrieta y con la propagación de la grieta.

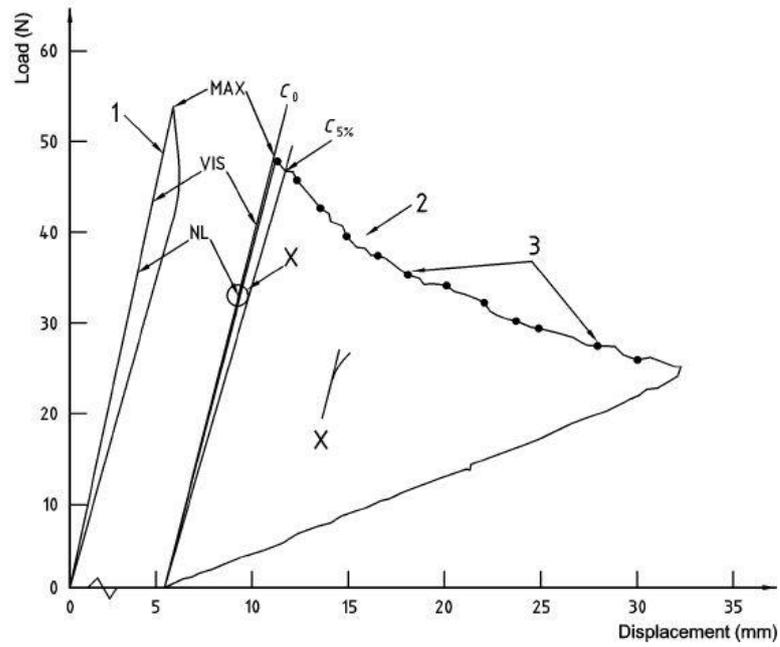
Como último, mencionar que el ensayo con esta norma solo se especifica a temperatura ambiente a diferencia de la anterior, aunque nosotros lo hemos realizado a varias temperaturas.

3.2 Definiciones específicas

Para mejor comprensión de la norma, pasamos a explicar las siguientes definiciones,

- **NL point** : el punto que marca la desviación de la linealidad en el diagrama carga frente a desplazamiento.
Recomendaciones para la determinación del punto.....
- **VIS point** : el punto del inicio del crecimiento de grieta, es determinado mediante observación visual, en el borde del espécimen, y marcado en el diagrama carga desplazamiento.
- **5 % / MAX** : el punto que ocurre primero en el proceso de aplicación de carga y se encuentra entre:
 - a) El punto que incrementa en un 5% la compliance = conformidad?? ($C_{5\%}$) desde su valor inicial (C_0).
 - b) La carga máxima
- **PROP points** : los puntos de discretización de la longitud de propagación de grieta más allá del borde del teflón o inserto. O el comienzo de grieta marcado en el diagrama carga desplazamiento
- **Curva Delaminación – Resistencia (Curva R)** : gráfica de G_{Ic} de la iniciación y la consecuente propagación de grieta para apertura de grieta en modo I como función de la longitud de grieta

Para una mejor comprensión de estas definiciones, observar las Figuras 12 y 13 expuestas a continuación, donde se puede apreciar las características de cada punto en las dos gráficas representativas de este ensayo según la norma ISO.



- Key**
- 1 Crack initiation followed by unloading
 - 2 Crack propagation
 - 3 Crack propagation markers

Figura 12 - Diagrama Carga – Desplazamiento de la cruceta

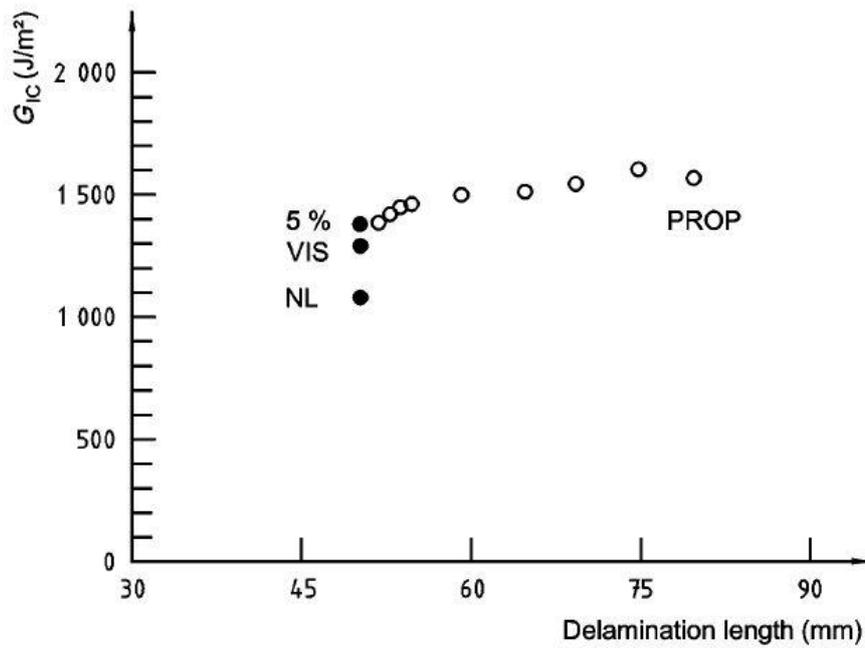


Figura 13 - G_{1c} frente a la longitud de crecimiento de grieta (a)

3.3 Procedimiento

La configuración del ensayo tiene que estar en concordancia con ISO 291 (Temperature 23° C \pm 2 ° C, Humedad relativa 50 \pm 5 %). Montar la probeta en las fijaciones de la máquina de ensayo, sujetando la probeta de la manera que se encuentre perpendicular a la aplicación de la carga.

Como ya hemos mencionado el ensayo está dividido en dos partes:

- Fase 1 : Pregrieta en Modo I

La velocidad de la cruceta en esta fase debe estar entre, 1 mm/min y 5 mm/min.

Registrar de manera continua si es posible la carga y el desplazamiento de la cruceta. También hay que registrar el crecimiento de grieta (delaminacion) con una exactitud de al menos \pm 0,5 mm.

Durante el proceso de aplicación de carga, obtener los valores de carga y desplazamiento al inicio del movimiento de crecimiento de grieta observado en el borde del espécimen.

Parar la carga cuando la grieta haya alcanzado un valor entre 3 y 5 mm. Descargar a una velocidad de la cruceta de 25 mm/min.

Desmontar la probeta y marcar la posición del borde de la grieta en ambos lados. Si la diferencia es mayor de 2 mm notificar en el informe de ensayo. Esta diferencia si es mayor de 2 mm puede ser una indicación de una aplicación de la carga asimétrica.

- Fase 2 : Ensayo G1c

Al espécimen se le vuelve a aplicar carga con el mismo valor de la velocidad del desplazamiento de la cruceta que debe estar entre, 1 mm/min y 5 mm/min. La aplicación de la carga debe ser de forma continua sin pararlo hasta que la longitud de grieta final se haya alcanzado.

La carga y el desplazamiento de la cruceta debe de ser registrado, incluyendo el ciclo de descarga.

La posición del borde de la grieta final tiene que ser determinada con una exactitud de al menos \pm 0,5 mm desde el principio de la probeta.

Obtener el valor de carga y desplazamiento para el punto VIS , al inicio del movimiento del crecimiento de grieta.

Al estar aplicando la carga, hay que ir registrando los valores de las longitudes del crecimiento de grieta en intervalos de 5 mm, idealmente de intervalos de 1 mm. Consecuentemente registrar los valores de carga y desplazamiento para todas las longitudes de grieta obtenidas, hasta que alcance al menos 50 mm desde el borde de la pregrieta

Finalmente, descargar a una velocidad de la cruceta de 25 mm/min.

Desmontar la probeta y marcar la posición del borde de la grieta final en ambos lados.

Cualquier deformación permanente debe ser notificada en el informe del ensayo. También las desviaciones del crecimiento de grieta del plano medio deshabilitan los resultados del ensayo y deben ir notificado en el informe.

3.4 Cálculo de G1c

Existen dos métodos para el cálculo de G1c, y ambos deben de ser usados. Los dos procesos de cálculo darán resultados equivalentes.

Los datos necesario para el análisis son:

- a_o , es la longitud inicial de grieta
- a , es la longitud total de grieta propagada $a = a_o +$ incrementos de longitud de grieta medidas en (mm)
- P , es la carga (N)
- δ , es el desplazamiento de la cruceta (mm)
- C , es la compliance $C = \delta/P$ (mm/N)
- b , es el ancho de la probeta (mm)
- $2h$, es el espesor de la probeta (mm)

En ambos métodos utilizamos dos correctores.

- F , es el corrector para grandes desplazamientos. Debe ser aplicado a todos los especímenes. El corrector influirá de manera significativa para $\delta/a > 0,4$. El valor del corrector debe ser como mínimo de 0,9 , en caso contrario hay que notificarlo.

$$F = 1 - \frac{3}{10} \left(\frac{\delta}{a} \right)^2 - \frac{2}{3} \left(\frac{\delta l_1}{a^2} \right)$$

- N , es el corrector debido al uso de bloques de carga. Para el caso que usemos las bisagras de piano $N = 1$.

$$N = 1 - \left(\frac{l_2}{a} \right)^3 - \frac{9}{8} \left[1 - \left(\frac{l_2}{a} \right)^2 \right] \frac{\delta l_1}{a^2} - \frac{9}{35} \left(\frac{\delta}{a} \right)^2$$

Donde,

l_1 es la distancia desde el centro de aplicación de la carga hasta el plano medio del espécimen.

l_2 es la distancia desde el centro de aplicación de la carga hasta el final del bloque de carga.

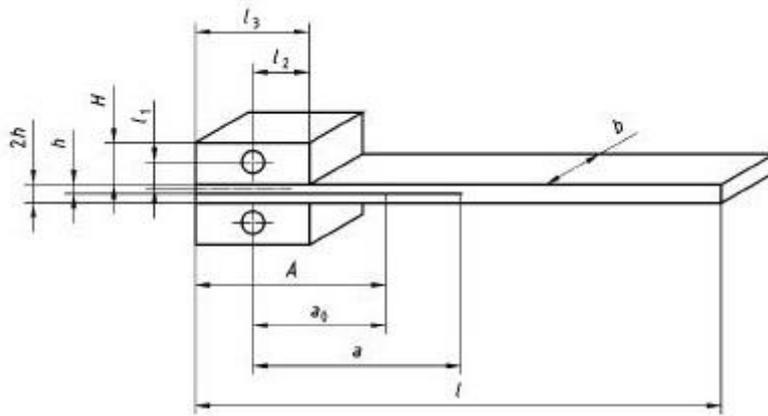
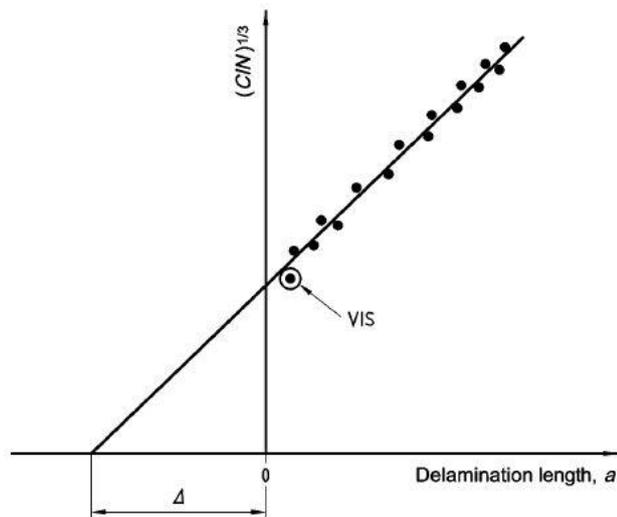


Figura 14 - Dimensiones relevantes del espécimen

Pasamos a explicar cada método con sus particularidades,

- **Method A : Corrected beam theory (CBT)**

Establece una relación entre la longitud de grieta y la raíz cubica de la compliance, $(C/N)^{1/3}$. El valor de Δ se determina haciendo una ajuste lineal de los datos. (Δ es el corte de dicha recta con el eje de las x) (ver Figura 15)



NOTE The VIS point may be excluded from the linear fit (see 10.2.2).

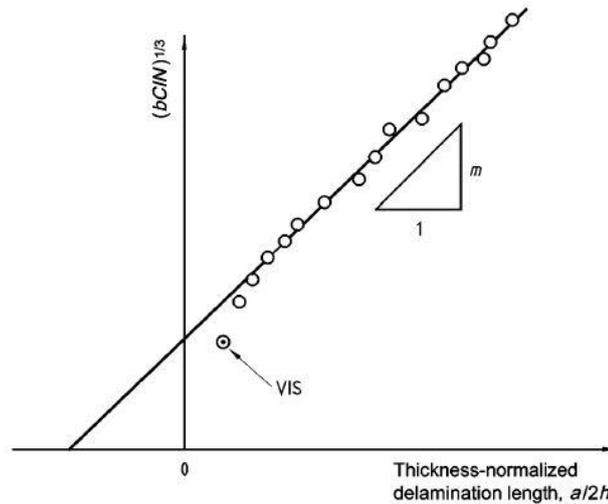
Figura 15 - Ajuste lineal para la determinación de el corrector Δ

Lo último es aplicar la fórmula del cálculo de G_{IC} para todos los puntos que hemos obtenido,

$$G_{IC} = \frac{3 P \delta}{2b (a + |\Delta|)} \times \frac{F}{N}$$

- **Method B : Modified compliance calibration (MCC)**

Establece otra relación entre la longitud de grieta y la compliance, $(C/N)^{1/3}$. En este caso, pintamos una grafica del ancho normalizado- raíz cúbica de la compliance $(bC/N)^{1/3}$ frente al espesor normalizado – longitud de grieta $(a/2h)$. El valor de m es la pendiente de la recta linear (ver Figura 16)



NOTE The VIS point may be excluded from the linear fit (see 10.2.3).

Figura 16 - Ajuste linear para la determinación de la pendiente m

Aplicamos la fórmula del cálculo de G_{1c} de este segundo método para todos los puntos que hemos obtenido,

$$G_{1c} = \frac{3m}{2(2h)} \times \left(\frac{P}{b}\right)^2 \times \left(\frac{bC}{N}\right)^{2/3} \times F$$

Para finalizar el tratamiento de datos pintamos la gráfica de los puntos de G_{1c} frente a la longitud de grieta. Debe tener forma creciente y para longitudes grandes mantenerse alrededor de un valor constante. En la siguiente figura mostramos un ejemplo.

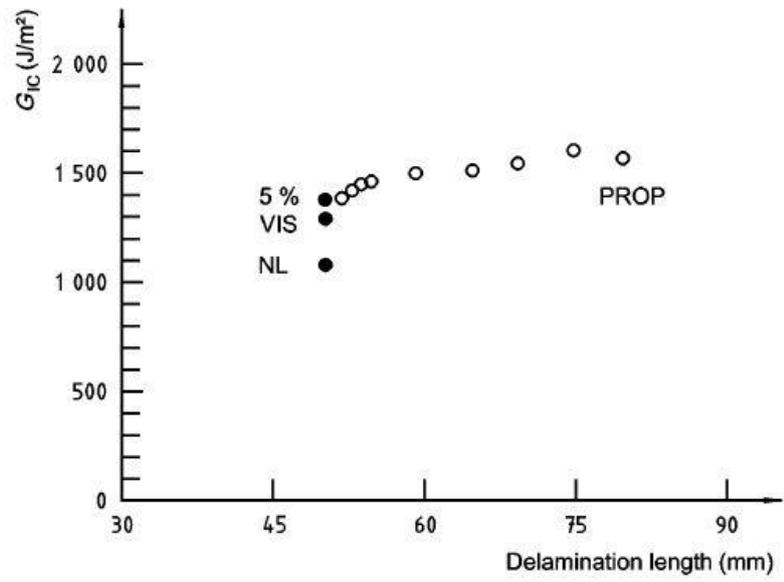


Figura 17 - Típica curva longitud de grieta – resistencia (curva R)

4. Diseño Utillaje necesario para la aplicación de cargas

El diseño de los útiles de ensayo lo podemos dividir en tres partes. La primera y mas sencilla el utillaje utilizado a temperatura ambiente. La segunda parte del diseño se centraba en los utiles que íbamos a utilizar dentro de la cámara climática, por tanto ha sido más complicada debido a la restricción de espacio disponible. Y la tercera, se centra en los bloques de carga que van adheridos a la probeta para la aplicación de la carga, y en cada norma particularizan dichos bloques de manera diferente.

El diseño de los útiles para temperatura ambiente (RT Room Temperature) ha sido más sencillo ya que no teníamos ningún problema con el espacio disponible.

Hemos optado por el montaje habitual con mordazas (usamos unas con capacidad de agarre de 12 a 19 mm de diámetro). El útil lo hemos diseñado en aluminio para reducir costes, y peso en el utillaje. Además las exigencias mecánicas son muy bajas, por tanto las propiedades mecánicas del aluminio cumplen sin ningún problema nuestras especificaciones de diseño. Mencionar que el agarre a los bloques de carga al útil se realiza mediante un pasador.

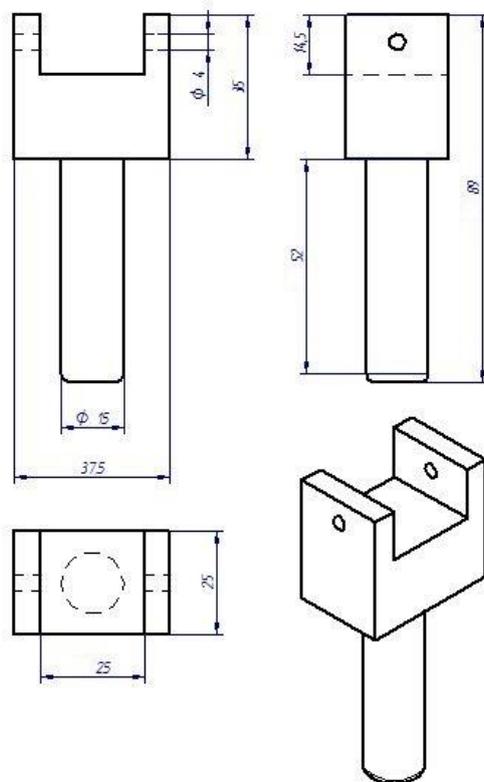


Figura 18 - Diseño Útiles Temperatura ambiente (RT)

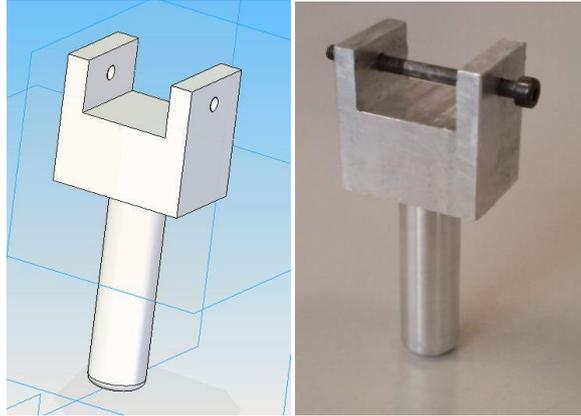


Figura 18 - Diseño Útiles Temperatura ambiente (RT)

Pasamos a la segunda parte del diseño. Todas las dimensiones de los útiles para este ensayo se basan en la falta de espacio disponible dentro de la cámara de temperatura que disponemos.

La cámara de temperatura tiene unas dimensiones interiores de : 254 x 254 x 609.6 (mm)

La probeta o espécimen usado en la AITM tiene unas dimensiones de : 250 x 25 x 3 (mm)

La probeta espécimen usado en la ISO tiene unas dimensiones de : 125 x 20 x 3 (mm)

Por tanto, observamos que los valores más restrictivos son las dimensiones de los especímenes de utilizados en la norma AITM. Quedando claro que no es posible el montaje habitual con mordazas, abrazaderas, y útiles como en el caso anterior a temperatura ambiente.

Gracias a que la fuerza que es necesaria aplicar al espécimen para realizar el ensayo es pequeña decidimos simplificar al máximo el método de agarre de la probeta. La ventaja con la que contamos es que al tratarse de un ensayo de tracción los requerimientos de diseño y montaje respecto a la alineación de los útiles no son muy rigurosos, ya que la aplicación de la carga a tracción tiende a auto alinearse. A diferencia del caso anterior, mencionar que el material con el que vamos a trabajar es acero inoxidable, el cual tiene unas propiedades mecánicas muy por encima de las pequeñas exigencias de fuerzas del ensayo pero tiene mejores propiedades a bajas y altas temperaturas que el aluminio y por esa razón es utilizado, por dar mayor fiabilidad. Optamos por diseñar un vástago de pequeño diámetro para optimizar el espacio disponible que va sujeto directamente a la máquina de ensayo y a la célula de carga.

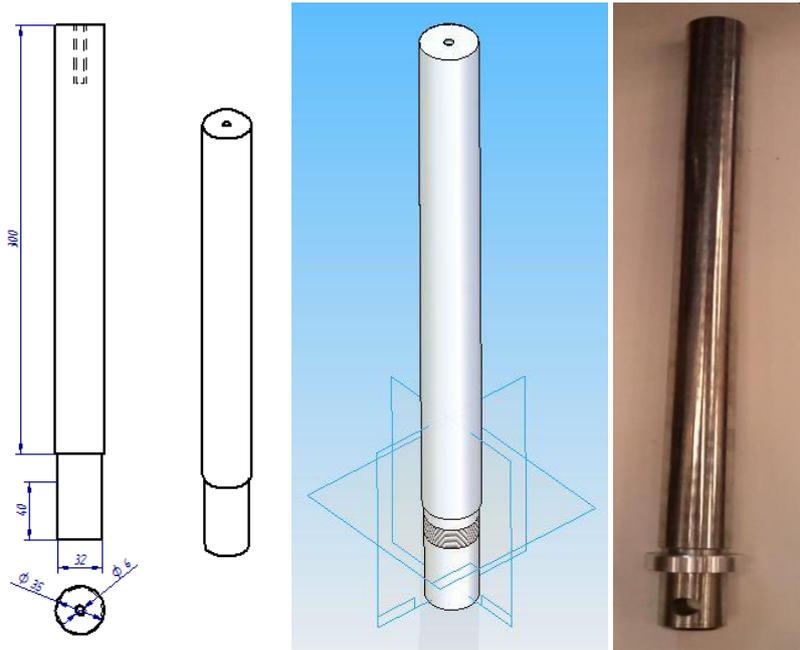


Figura 19 - Diseño Útiles para cámara de temperatura: Vástago

Al vástago se atornilla el útil diseñado, que observamos en las figuras siguientes. Ha sido roscado para facilitar su montaje, y como medida de agarre hemos colocado una contra tuerca. Mencionar que el agarre a los bloques de carga se realiza mediante un pasador.

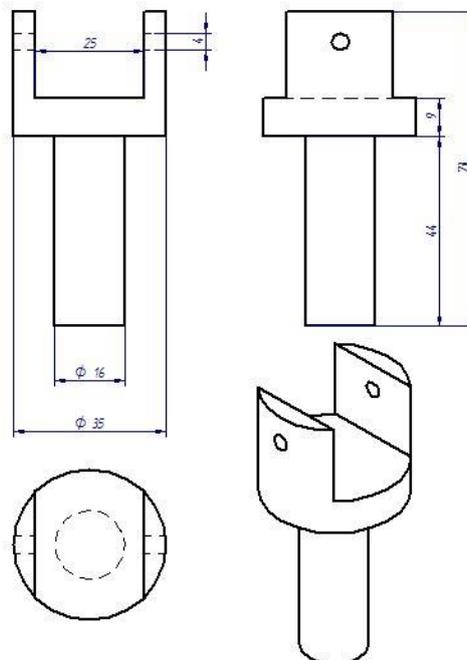


Figura 20 - Diseño Útiles para cámara de temperatura: Útil

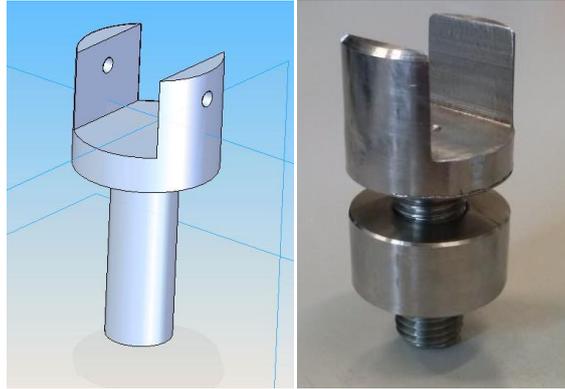


Figura 20 - Diseño Útiles para cámara de temperatura: Útil

Ahora pasamos a la tercera parte del diseño: Los bloques de carga. Estos elementos tienen la función de unir todo el utillaje con los especímenes, como ya hemos nombrado antes.

Como ya hemos comentados estos bloques de carga van ensamblados a los útiles a través de un pasador. Por otro lado para unirse a las probetas los bloques van adheridos con un adhesivo (dependiendo de las exigencias de temperatura utilizamos distintos adhesivos)

En las siguientes figuras mostramos los bloques utilizados para las distintas normas AITM e ISO. Hemos optado por seguir las recomendaciones de cada norma para la geometría de los bloques.

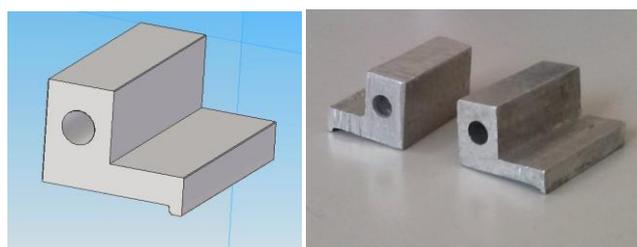
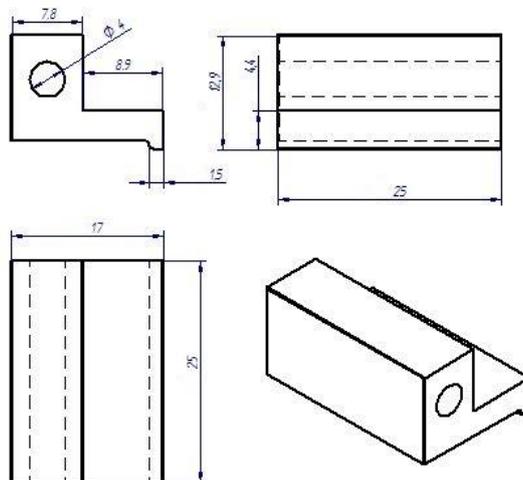


Figura 21 - Diseño Bloques de Carga: AITM 10053

Un dato particular es que la norma ISO nos exige que la distancia mínima que tiene que haber entre el final del teflón (por ambas caras) y el comienzo del bloque tiene que ser 45 mm. Por consiguiente la dimensión máxima de los bloques de carga l_3 a lo largo de la probeta tiene que ser de 15 mm. Las siguientes figuras muestran el diseño de los bloques y la distancia exigida por la norma.

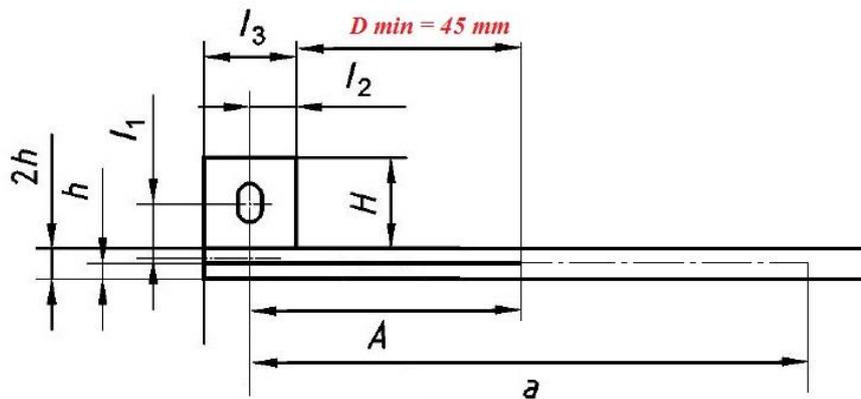


Figura 22 - Diseño Bloques de Carga: Distancia mínima exigida ISO

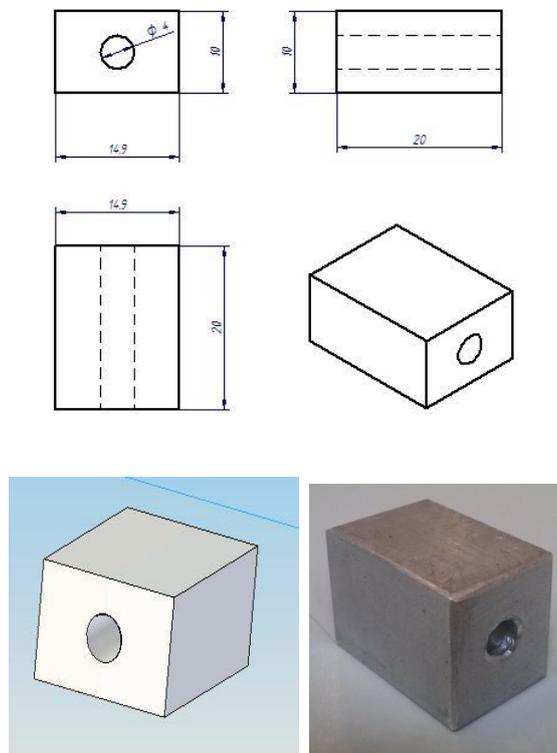


Figura 23 - Diseño Bloques de Carga: ISO 15024

Las siguientes imágenes muestran los montajes finales para realizar los ensayos, ya sea dentro o fuera de la cámara de temperatura.



Figura 24 - Montajes Finales: Dentro y fuera de la Cámara Climática

5. Equipos y Aparatos Utilizados

Antes de empezar a numerar y describir los equipos utilizados, es importante mencionar y recordar que todos ellos cumplían los requisitos y especificaciones de ambas normas.

- **Maquina de Ensayo:**

Maquina de ensayo a tracción *Instron 4482* con capacidad de registrar datos de carga y desplazamiento. Con la maquina se ha utilizado una célula de carga de 5 kN ya que las cargas aplicadas en este tipo de ensayos son bajas. La maquina es capaz de mantener una velocidad de desplazamiento de la cruceta constante. Comprobar la alineación del eje de introducción de carga con la celula de carga. (ver en la imagen anterior)

- **Cámara Climática de Temperatura :**

La cámara debe ser compatible con la máquina de ensayo y que permita alcanzar las temperaturas especificadas de manera controlada con una exactitud de $\pm 3^{\circ}$ C. Hemos utilizado una cámara de temperatura *Thermcraft* , con un controlador *Eurotherm* modelo 2404.(imágenes en el siguiente apartado)

- **Termopar:**

Para comprobar la temperatura del espécimen colocamos un termopar en su parte central. La exactitud el termopar debe estar cerca del 1° C y debe poder registrar la temperatura para ensayos distintos del ambiente. Importante su calibración a las temperaturas de ensayo. Para asegurarnos de que el espécimen esta a la temperatura especificada en el ensayo se usa el sellador para aislar el termopar del ambiente de la cámara de temperatura durante el ensayo.

- **Aparatos de Medida:**

- Micrómetro: de caras planas con diámetros entre 5 y 7 mm y con una precisión de ± 0.01 mm, para poder medir el espesor de la probeta.
- Pie de rey o Calibre: La capacidad de lectura mínima tiene que ser de al menos 0,05 mm, para poder medir el ancho y longitud de la probeta.
- Regla graduada: la división de 1 mm para realizar las marcas de medición de longitud de propagación de grieta en el espécimen.

- **Microscopio :**

Debe ser usado para medir la longitud de grieta. Los aumentos no deben de ser mayores que x25 y la dimensión mínima medible ser 0.05 mm.

- **Inserto de película no adhesiva:**

Una película de polímero de espesor 0.02 mm a 0.03 mm será usada como inserto no adhesivo. Para materiales compuestos de matriz de resina epoxy que curan a temperaturas por debajo de 180 °C se recomienda usar como inserto una película de polytetrafluoroethylene (PTFE). Para materiales compuestos curados por encima de 180°C , una película de polyimide es recomendada.

- **Bloques de Carga :**

Utilizaremos los bloques de carga como sujeción al espécimen para aplicar la carga. La norma AIM 10053 nos permite usar tres tipos diferentes: fijaciones laterales, bisagras de piano y bloques de carga. El más sencillo y cómodo son las fijaciones laterales (SCBF side clamped beam fix) ya que evitamos tener que usar adhesivo, pero en nuestro caso no nos sirve ya que solo es utilizable a temperatura ambiente según la norma. Después la norma ISO 15024 nos permite utilizar las bisagras de piano y los bloques de carga. Por tanto para cumplir ambas normas a la vez optamos por los bloques de carga, teniendo en cuenta en cumplir las especificaciones de cada una (como se ha explicado en el apartado anterior)

- **Adhesivo de Alta Resistencia:**

Tenemos tres adhesivos utilizados: Araldit Cristal, EA9394 y X280. Los dos primeros utilizados a temperatura ambiente y el tercero para las temperaturas de 120 °C y -55 °C. Los adhesivos tienen la función de unir los bloques de carga con la probeta. Los tiempos de curado están especificados en el apartado 7 de este trabajo.

6. Modificación Cámara Climática y Puesta a punto del controlador

El objetivo de este apartado es la descripción de las modificaciones realizadas a la cámara climática que disponíamos para poder realizar el ensayo y certificarlo según la norma descrita en esta parte del trabajo a temperaturas distintas del ambiente.

Como ya hemos comentado debido a la falta de espacio disponible se ha diseñado un utillaje que ocupe el menos espacio posible, así poder colocar en el interior los especímenes. La posición de las probetas sería colocando la longitud mayor del espécimen paralela a la longitud mayor de la cámara climática. Esta colocación suponía un problema en la visualización del crecimiento de grieta ya que con la ventana frontal que disponía la cámara no éramos capaces de observar el lateral de la probeta. Por tanto se procedió a modificar la cámara con el objetivo de establecer una segunda ventana en el lateral para así poder observar el crecimiento de grieta necesario para realizar el ensayo.

Procedemos a explicar los pasos seguidos en la modificación de la cámara. Primero se realizó el desmontaje de la puerta frontal. Para realizar el corte de la pared lateral se utilizó una desbarbadora con un disco de corte abrasivo, el cual no crea rebaba al cortar. Una vez obtenido el corte de manera rectangular de las dimensiones deseadas, se colocaron dos marcos de acero inoxidable atornillados. Para la ventana se introdujeron dos cristales templados con dimensiones de 28 x 30 mm y 6 mm de espesor separados por un vacío de aire que actuará de aislante térmico para la disminución de pérdidas de calor. Como cajeado entre los marcos y los cristales se utilizó baquelita. Y como último se terminó de sellar utilizando una silicona resistente a temperaturas de hasta 350° C.



Figura 25 - Cámara Climática

La segunda parte de este apartado consiste en la descripción del controlador utilizado, y su configuración para bajas temperaturas.

Primero mencionar que la cámara de temperatura tiene dos configuraciones posibles para bajas temperaturas. Se puede utilizar Nitrógeno líquido a una presión de 21 psi que nos permite conseguir temperaturas de hasta -129°C . La segunda configuración es la que hemos utilizado nosotros para alcanzar los -55°C . Se trata de usar CO_2 a una presión en el intervalo (300 – 1000 psi), pudiendo conseguir hasta una temperatura de -73°C .

Para el debido uso de la cámara climática contábamos con dos controladores Eurotherm. El principal es el modelo 2404 y uno secundario de modelo 2116FM encargado del límite superior de temperatura.

El controlador 2404 tiene tres módulos principales. El módulo 1 se encarga básicamente de aportar calor dentro de la cámara y el módulo 2 tiene la función de la introducción del CO_2 . El principio de funcionamiento es muy básico. Para bajas temperaturas se abre o cierra una electroválvula que permite la entrada de CO_2 en función de la lectura de los termopares dentro de la cámara comparando esa temperatura con la del set point, que es aquella temperatura que se desea conseguir. Para altas temperaturas funciona con el mismo principio aportando calor o no para conseguir alcanzar la temperatura del set point. El control utilizado es del tipo PID. Nuestra tarea ha consistido en configurar el módulo 2 con la función 'COOL' y configurar los parámetros del control: la potencia, las máximas y mínimas señales eléctricas, y los valores de retransmisión.



Figura 26 - Controlador Temperatura de la Cámara Climática

7. Fabricación de Laminado y Preparación de Probetas

En este apartado vamos a explicar el proceso de fabricación de un laminado de fibra de carbono o de vidrio, dando consejos y advertencias. El laminado es la primera fase para la obtención de probetas para obtener la tenacidad a fractura interlaminar de materiales compuestos. Nos centraremos en obtener una lamina de fibra de carbono en nuestro caso, pero teniendo en cuenta que el proceso es similar para la fibra de vidrio exceptuando los parámetros de curado.

FABRICACION DE UN LAMINADO:

Las fibras de carbono o de vidrio vienen en rollos que salen de fabrica .Hay dos materias primas de las que se parte para fabricar una lamina. El primero son fibras de carbono entrelazadas entretejidas a 45º y secas las cuales se apilan y hay que añadirle la resina posteriormente y el segundo las laminas que ya contienen resina epoxy preimpregnada entre las fibras que están uniformemente orientadas, estos rollos son denominados 'prepeg'. (ver imagen)

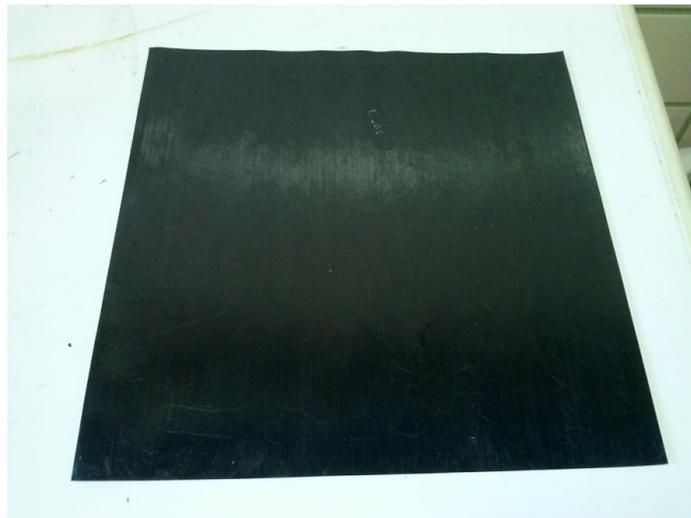


Figura 27 - Lámina de Fibra de Carbono 'Prepeg'

Nosotros hemos utilizados las laminas de 'prepeg' porque así podemos orientan las fibras del laminado a nuestro antojo (según la norma ISO 15024 tienen que estar colocadas a 0° todas) y porque al contener la resina epoxy entre las fibras son más fácil de manipular.

Para conseguir un laminado simplemente tenemos que ir apilando las laminas de prepeg dándole las orientaciones especificadas (lo habitual 45 -45 0 90). Es conveniente realizar el apilado de manera simétrica para no crear tensiones residuales en el panel. Las laminas deben estar sobredimensionadas respecto al número de probetas con sus dimensiones correspondientes

Como advertencia, no presionar directamente una vez colocada una lamina sobre la otra ya que así si cometemos un error de orientación no podremos despegar una lamina de otra. Como consejo lo ideal sería ir apilando conjuntos de tres o cuatro laminas sin aplicar ningún tipo de presión y una vez estemos seguros de su correcta colocación aplicar presión o precompactación.

Un tema muy importante es el numero de laminas que tenemos que colocar para conseguir un laminado de un espesor determinado. Cada lamina de prepeg al final del proceso completo tiene un espesor estimado de 0,18 mm. En nuestro caso queremos un laminado de 3 mm de espesor (para ambas normas) y que lleva en medio un inserto de polytetrafluoroethylene (PTFE), por tanto hemos estimado la colocación de dos conjuntos de ocho laminas con el teflón colocado en medio. ($0.18 \text{ mm} \times 8 \text{ laminas} \times 2 = 2.88 \text{ mm}$). La estimación fue válida ya que el laminado al final del proceso media $3 \pm 0.1 \text{ mm}$ cumpliendo las tolerancias de las normas.

La colocación del teflón tiene que ser cuidadosa, posicionándolo de manera perpendicular a las fibras, y lo más importante tener en cuenta el sobredimensionado del laminado colocando una longitud de inserto mayor ya que el laminado será cortado más adelante.

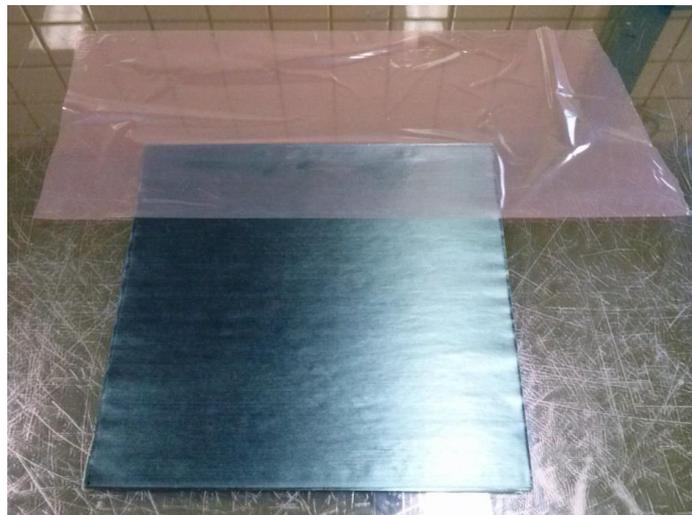


Figura 28 - Lámina de Fibra de Carbono 'Prepeg'

Una vez tenemos el laminado apilado pasamos la fase de precompactado. Esta parte del proceso tiene como función eliminar restos de aire que haya podido quedar entre laminas al apilarlas. Introducimos el panel en la mesa de compactación y aspiramos todo el aire creando un vacío para precompactar. Asegurarse de la uniformidad del vacío, observar que no entre aire en la mesa de compactación.

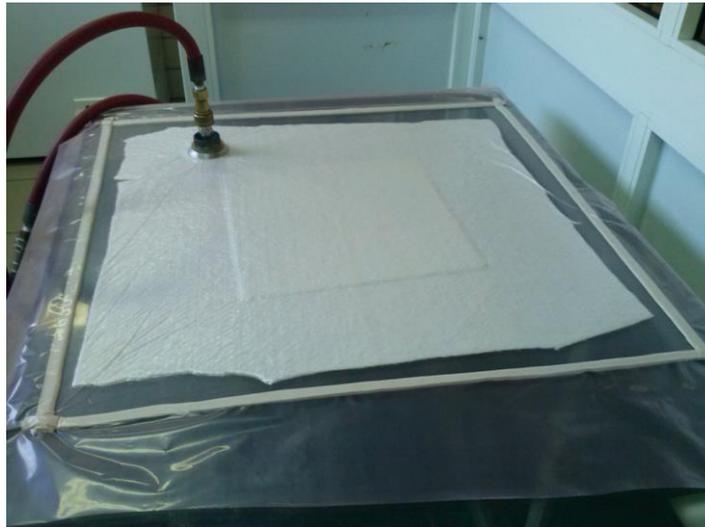


Figura 29 - Precompactación

Tras tener el panel precompactado, procedemos a fabricar la bolsa de vacío donde ira el panel. La siguiente figura muestra un esquema de las que componen una bolsa de vacío. Todos los componentes tienen una función, por tanto no podemos prescindir de ninguno de ellos. Nos aseguramos que la bolsa no pierde vacío. Dependiendo del espesor del panel las características de la bolsa serán distintas. Como último, las tomas de aire deberán ser colocadas para optimizar el vacío.

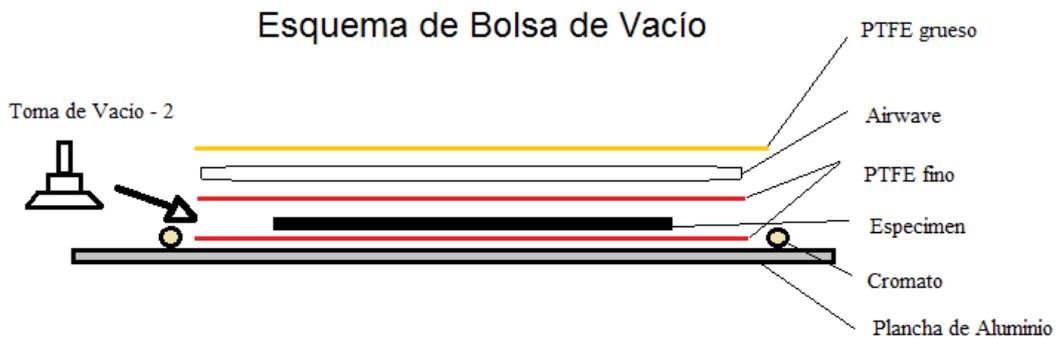


Figura 30 – Esquema de Elementos componente de Bolsa de Vacío

Introducimos la bolsa con el panel en el Autoclave. Tener extremo cuidado con la manipulación de la bolsa. Para optimizar el proceso de fabricación se aconseja comprobar que la bolsa no ha sufrido pérdida de presión. Si esta lo hace se recomienda repasar los bordes con una espátula presionando para eliminar cualquier pequeña fuga.

Una vez comprobado las condiciones de la bolsa empezamos el tratamiento térmico. El proceso de curado de la fibra de carbono es de 2 horas a 180 °C, para alcanzar esas

condiciones de temperatura y presión es necesario un período de tiempo dependiendo del material. Durante el proceso vigilar que sean las graficas de temperatura y presión una vez alcanzada la temperatura de curado sean constantes.



Figura 31 – Izquierda: Autoclave ; Derecha: Prensa

También se puede curar paneles de pequeñas dimensiones en la prensa. El proceso de curado es de $185^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}$ a 120 min – 135 min, a una presión de 3.1 bar que multiplicando por el área de 300 mm^2 sale 31.5 kN, ya que a la prensa hay que introducirle un valor de fuerza.

En la siguiente figura mostramos un panel o laminado de fibra de carbono tras todo el proceso explicado.



Figura 32 – Panel Curado

INSPECCIÓN ULTRASONIDO:

Esta etapa es muy importante realizarla para que las probetas cumplan las exigencias de las normas. Su función es determinar la posición de la película de PTFE colocada en la mitad del panel.

En nuestro caso utilizamos un equipo de ultrasonido, con el fuimos capaces de determinar el teflón al encontrar con el palpador la discontinuidad dentro del material. Marcamos en varios puntos donde se encuentra la heterogeneidad y trazamos una línea a través de los puntos por lo cual ya conocemos de la posición del inserto en el panel.

Ahora conociendo la línea del borde final del PTFE podemos pasar al corte del panel para la obtención de las probetas.

CORTE DEL PANEL :

El proceso de corte de materiales compuestos se realiza con disco de diamante para dejar un acabado especular. La densidad de diamante es muy alta comparado con los discos convencionales. El corte se realiza por abrasión refrigerado mediante agua. La diferencia con los metales es que el mecanizado se realiza con cuchillas de cortes porque el proceso es de arranque de viruta en vez de abrasión .

Como ya tenemos la posición del inserto o teflón dentro del panel de fibra de material compuesto somos capaces de cortarlo para la final obtención de las probetas. Es conveniente cortar sobredimensionando porque hay que tener en cuenta el espesor del disco de corte. Con la lijadora de banda damos ultimo toques si fuera necesario. Como último usar el calibre o pie de rey en varios puntos para comprobar que la longitud y anchura de las probetas son las correctas.

Recordamos las dimensiones que deben tener las probetas según su norma:

- AITM 10053 : 250 ± 5 mm x $25 \pm 0,2$ mm x $3 \pm 0,2$ mm , y longitud del inserto desde el borde de la probeta de 40 ± 1 mm.
- ISO 15024 : $125 \pm$ - mm x $20 \pm 0,5$ mm $3 \pm 0,1$ mm , y longitud del inserto desde el borde de la probeta de 60 mm.

PREPARACIÓN PROBETAS PARA ENSAYAR :

Una vez obtenidas las probetas con sus determinadas dimensiones dentro de las tolerancias especificadas pasamos a los últimos detalles previos al ensayo.

Primero tenemos que pegar los bloques de carga a las probetas. Para ello usamos adhesivos ARALDIT o EA9394, para temperatura ambiente, y X280 que es un adhesivo capaz de soportar desde -55 a 280 °C. Los tres adhesivos son bicomponentes por tanto hay que fijarse en las especificaciones técnicas de cada uno para mezclar el porcentaje correcto de cada componente.

El empleo de los adhesivos no es sencillo, ante todo usar guantes y preparar la mesa de trabajo con una capa de teflón. También debemos lijar las superficies de pegado de las probetas y también de los bloques de carga. Cuando ya tenemos mezclado el adhesivo lo aplicamos en el bloque de carga y lo posicionamos correctamente en la probeta. Dejar con una abrazadera sujetos los bloques de carga a la probeta de manera que no se desplacen y que tengan una pequeña presión aplicada para el correcto efecto del adhesivo.

Sobre los tiempos de curación de los adhesivos mencionar que el ARALDIT tarda en pegar 3 horas y su máxima resistencia se obtiene pasadas 12 horas. Para el uso de EA9394 tenemos dos opciones puede ser a temperatura ambiente durante 5 días o en el horno a una temperatura de 65 °C durante 1 hora. Recordar que el EA9394 es un adhesivo aeronáutico con mayor resistencia, mayor coste que el ARALDIT , pero ambos no pueden ser utilizados para temperaturas distintas del ambiente. El adhesivo X280 tiene un tiempo de curación de 8 horas a temperatura ambiente. Es conveniente dejar siempre curando las probetas alrededor de 24 horas para conseguir su máxima resistencia.

Como recomendación es muy útil abrir las probetas que vayamos a pegar y colocarles en la parte de en medio otra capa de inserto que sobresalga del espécimen en la zona donde ira pegado el bloque de carga. Este consejo tiene como objetivo evitar que el adhesivo una las dos partes separadas por el teflón de las que se compone el espécimen porque entonces el ensayo se vería afectado. Una vez pegados los bloques de carga tras el tiempo de curación del adhesivo retirar ese segundo inserto que no está pegado.

Como último paso antes de ensayar debemos pintar las marcas en los laterales de los especímenes. Dichas marcas tienen como función la medición del crecimiento de la grieta. Cada norma tiene sus características. Las marcas se realizaran con tinta de colores que hagan contraste para una mejor visualización en nuestro caso usaremos el fondo plata y las marcas

con un edding de punta fina. También es recomendable usar dorado o blanco en lugar del plata. Advertimos que la cantidad de tinta usada para marcar la probeta no debe de ser excesiva ya que puede que influya en el ensayo.

En la AITM 10053 simplemente realizamos tres marcas las dos primeras es el intervalo donde debe quedar la pregrieta del ensayo (a 8 y 12 mm del final del teflón) y la tercera marca la realizamos a partir de la medición con microscopio de la pregrieta a 60 mm de esta. Como recomendación para solo pintar una solo vez en vez de realizar la tercera marca, pintar otras dos una a 68 mm y otra a 72 mm que representan el intervalo donde debe quedar la grieta final (60 mm de las dos primeras marcas). Único a tener en cuenta que para cumplir exhaustivamente la norma si la pregrieta está más cerca de la marca de 8 mm, la grieta final simplemente debe pasar la de 68 mm, y si la pregrieta está cerca de los 12 mm no hay que parar el ensayo prematuramente si no esperar a que llegue a 72 mm. En conclusión que la longitud de grieta propagada en la segunda fase debe ser igual o mayor a 60 mm.



Figura 33 – Probeta AITM 10053

Si nos centramos en la norma ISO 15024 las marcas deben seguir unas pautas de la norma. Debemos realizar marcas cada 5 mm a lo largo del espécimen hasta que lleguen a una distancia de 55 mm del borde final del inserto. Adicionalmente los primeros 10 mm y los últimos 5 mm también tienen que ser marcados en intervalos de 1 mm.



Figura 34 – Probeta ISO 15024

8. Método de visualización de la propagación de grieta

Para seguir y medir el crecimiento y propagación de la grieta a lo largo del material hemos utilizado una cámara de alta resolución. Las siguientes imágenes muestran dos cámaras y varias lentes con distinta distancia focal.



Figura 35 – Cámaras de Alta Resolución y Lentes

Según la norma ISO 15024 es la más restrictiva de las dos si nos referimos a la precisión con la que debemos tomar los puntos de longitud de grieta. La precisión debe ser de 0.5 mm.

En las siguientes imágenes mostramos la visualización de la grieta para ambos tipos de probeta.

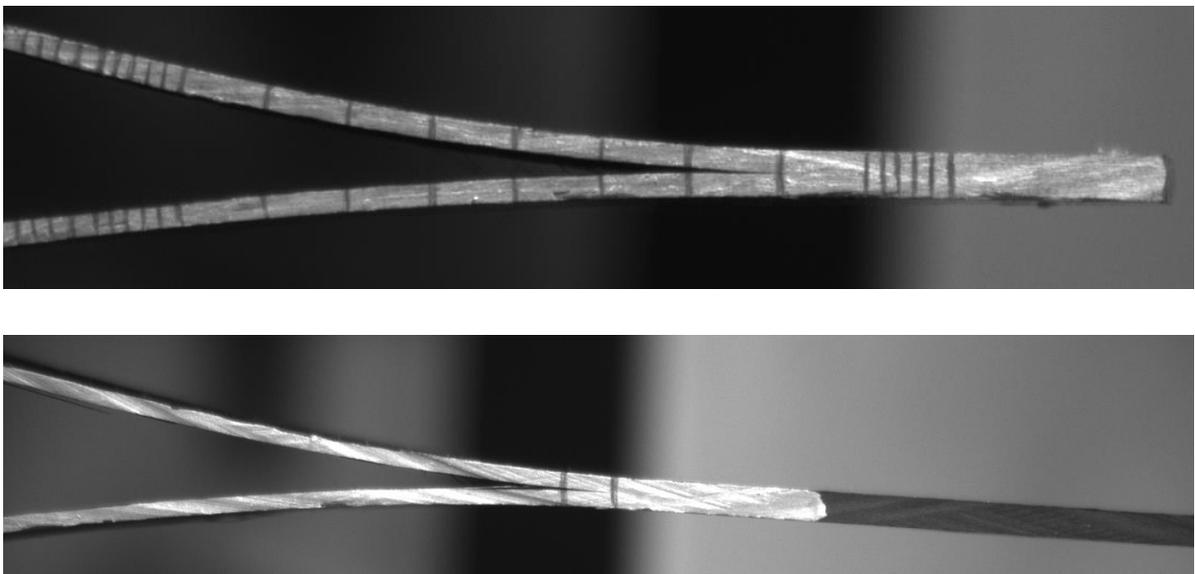


Figura 36 – Visualización de Grieta: Probetas ISO 15024 y AITM 10053

Terminar este apartado comentando que seguimos trabajando y mejorando el método de visualización de grieta pero que para este proyecto hemos cumplido perfectamente las especificaciones de las normas.

9. Análisis de Ensayos realizados a distintas Temperaturas

Este apartado tiene dos objetivos: realizar las pruebas de validación de los ensayos desarrollados (ambas normas y a temperaturas distintas del ambiente) y también caracterizar los efectos de la temperatura en la tenacidad a fractura interlaminar en modo I de un material compuesto de fibra de carbono.

El material utilizado es **Hexply AS4/8552 RC34 AW194** un Carbon Fibre Reinforced Epoxy Prepeg. (Unidirectional Tape/ 180 ° C curing; Standard Modulus Fibre)

Para los ensayos fabricamos 3 paneles distintos de donde sacamos las 10 probetas (5 de cada norma) ensayadas a la misma temperatura. Los laminados se realizaron direccionando todas las fibras a 0 °, ya que la norma ISO si lo especificaba y de esta manera cumplíamos ambas.

Los ensayos se realizaron a tres temperaturas como ya hemos nombrado, a -55 ° C, a temperatura ambiente (RT), y a 120 ° C. En las especificaciones técnicas del material solo encontramos un valor de referencia de la tenacidad a fractura interlaminar en modo I para temperatura ambiente de 225 J/m².

El análisis de los resultados se basa en hacer dos comparaciones. La primera la comparación de los valores obtenidos por cada norma a la misma temperatura. Y la segunda, la comparación de los resultados para probetas de la misma norma a distintas temperaturas. La segunda es mas interesante ya que podemos estimar una evolución de la tenacidad a fractura en función de la temperatura. Por tanto para futuros diseños tener valores de referencia a las distintas temperaturas de servicio.

Comenzamos el análisis adjuntando tres tablas con todos los resultados obtenidos en los ensayos como resumen. Para mayor apreciación en el anexo del trabajo se pueden encontrar todas las graficas de fuerza – desplazamiento y los resultados de cada probeta. Comentar que los resultados representados en las tablas para la norma ISO es la media de todos los puntos (incluidos NL, VIS y MAX points).

| G1c TFI-P3 Tamb | P1 | P2 | P3 | P4 | P5 | Media | σ (Desv) | CV(%) |
|--------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-------|-----------------|-------|
| ISO 15024 Method A (CBT) | 283 | 220 | 206 | 210 | 263 | 236 | 34.5 | 14.61 |
| ISO 15024 Method B (MCC) | 274 | 235 | 233 | 251 | 278 | 254 | 21.1 | 8.31 |
| AITM 10053 | 186 | - | 222 | 186 | 186 | 195 | 17.8 | 9.12 |

| G1c TFI-P2 T = 120 ° C | P1 | P2 | P3 | P4 | P5 | Media | σ (Desv) | CV(%) |
|-------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-------|-----------------|-------|
| ISO 15024 Method A (CBT) | 273 | 264 | 301 | 246 | 265 | 270 | 20.0 | 7.43 |
| ISO 15024 Method B (MCC) | 291 | 278 | 312 | 262 | 291 | 287 | 18.5 | 6.44 |
| AITM 10053 | 377 | - | 379 | 367 | 352 | 369 | 12.3 | 3.35 |

| G1c TFI-P4 T = -55 ° C | P1 | P2 | P3 | P4 | P5 | Media | σ (Desv) | CV(%) |
|-------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-------|-----------------|-------|
| ISO 15024 Method A (CBT) | 443 | 362 | 355 | 390 | 336 | 377 | 41.6 | 11.02 |
| ISO 15024 Method B (MCC) | 340 | 323 | 493 | 348 | 311 | 363 | 74.1 | 20.41 |
| AITM 10053 | 350 | - | - | 370 | 386 | 369 | 18.0 | 4.89 |

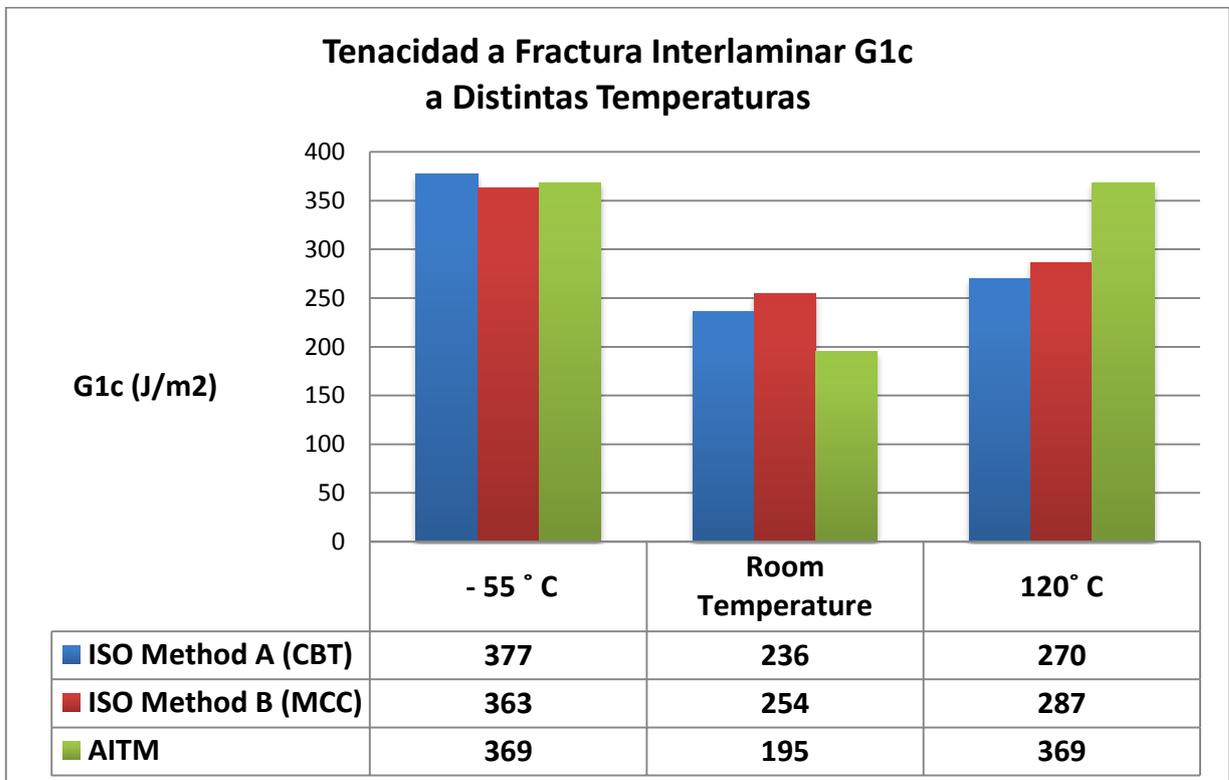


Figura 37 – Media de los resultados obtenidos en los ensayos a distintas temperaturas

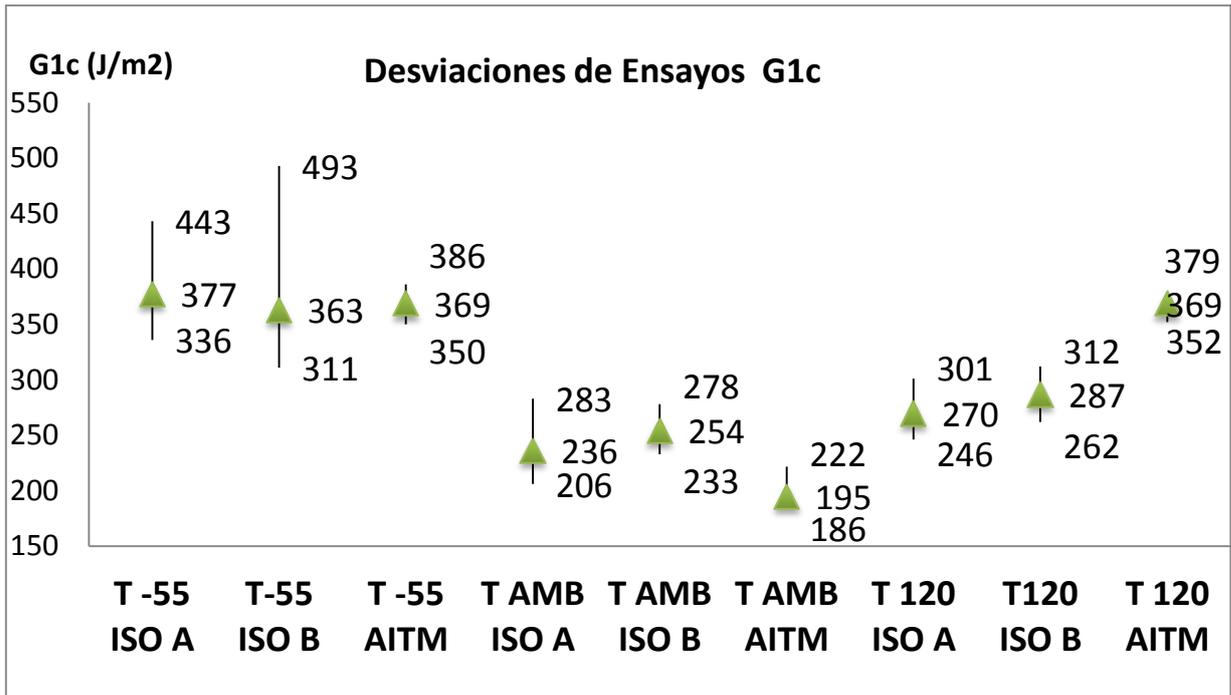


Figura 38 – Desviaciones ensayos

Observando la anterior gráfica y fijándonos en los valores para temperatura ambiente, efectivamente los valores obtenidos resultan similares al 225 J/m² de referencia que teníamos.

Si nos fijamos en las otras dos temperaturas podemos apreciar que los valores de tenacidad a fractura aumentan, ya sea aumentando o disminuyendo la temperatura. Era de esperar que los resultados aumentasen para una temperatura más baja como es la de -55 ° C ya que las fuerzas requeridas para la propagación de grieta son mayores. Observando los valores a 120 ° C , llama la atención que sean mayores que a temperatura ambiente. También si nos fijamos en la figura 38, para las tres temperaturas ensayadas los métodos de cálculo de la norma ISO tienen mayor dispersión que el método de cálculo de la AITM.

Para corroborar que nuestros resultados sean correctos buscamos mas referencias dentro de la comunidad científica acerca del tema que tratamos.

De estudio documento titulado: *'Interlaminar fracture toughness of CF/PEI composites at elevated temperaturas: roles of matrix toughness and fibre/matrix adhesion'* con Ki-Young, y Lin Ye como autores, obtenemos la siguiente tabla de valores de las propiedades mecánicas de las matrices.

Table 1
Mechanical properties of PEI polymer

| Temperature (°C) | Young's modulus, E_m (GPa) | Yield strength, σ_m (MPa) | Fracture toughness | |
|------------------|------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|-------------------------------|
| | | | K_{IC} (MPa m ^{1/2}) | G_{IC} (kJ/m ²) |
| 25 | 3.3 | 111 | 3.52 | 3.17 |
| 80 | 2.7 | 87 | 3.47 | 3.75 |
| 130 | 2.5 | 64 | 3.47 | 4.07 |

Figura 39 – Tabla propiedades mecánicas matriz poliméricas

Se aprecia una leve subida en los valores de tenacidad a fractura en modo I para temperaturas cercanas a las ensayadas, como ocurre en nuestro caso.

En las siguientes figuras comparamos probetas representativas para cada temperatura para la misma norma.

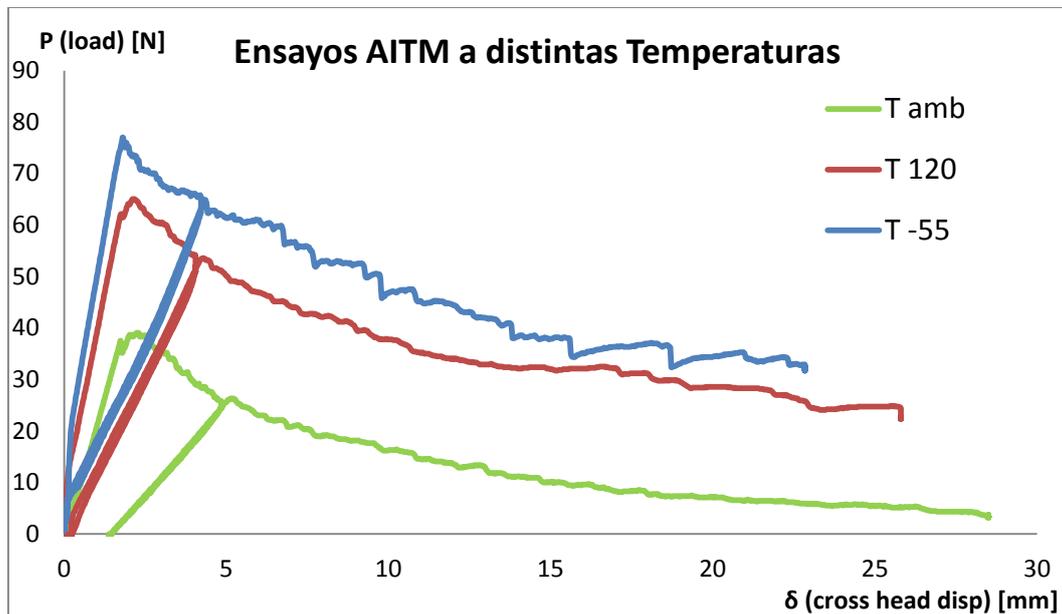


Figura 40 – Graficas fuerza-desplazamiento de ensayos AITM

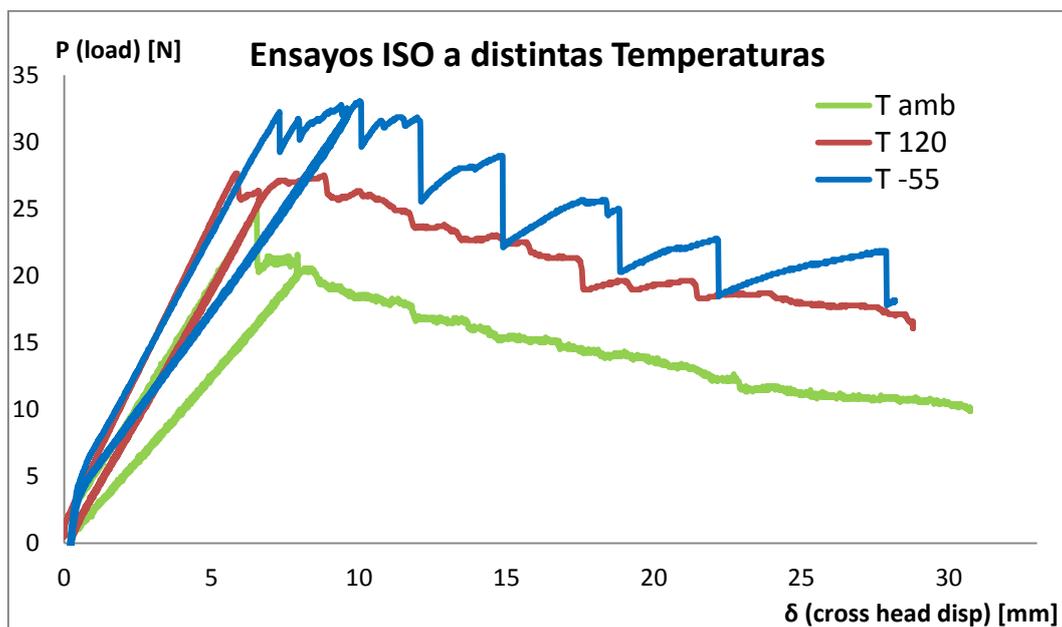


Figura 41 – Graficas fuerza-desplazamiento de ensayos ISO

Como vemos en las curvas el aumento de tenacidad se debe a que es requerida una mayor fuerza que a ambiente, dato que llama la atención. Buscamos referencia que corroboren nuestros resultados.

Un estudio titulado: 'Interlaminar Fracture Toughness of CF/PEI and GF/PEI Composites at Elevated Temperatures' con Ki-Young Kim, Lin Ye y Kim-Meng Phoa como autores, muestra los resultados de ensayos de tenacidad a fractura en modo I y en modo II de materiales compuestos de fibra de carbono y de vidrio a altas temperaturas. Los cálculos los realizaron siguiendo la teoría de Modified beam theory method (método A de la norma ISO que hemos estudiado). Observamos las siguientes graficas de fuerza – desplazamiento que se asemejan mucho a las obtenidas por nosotros.

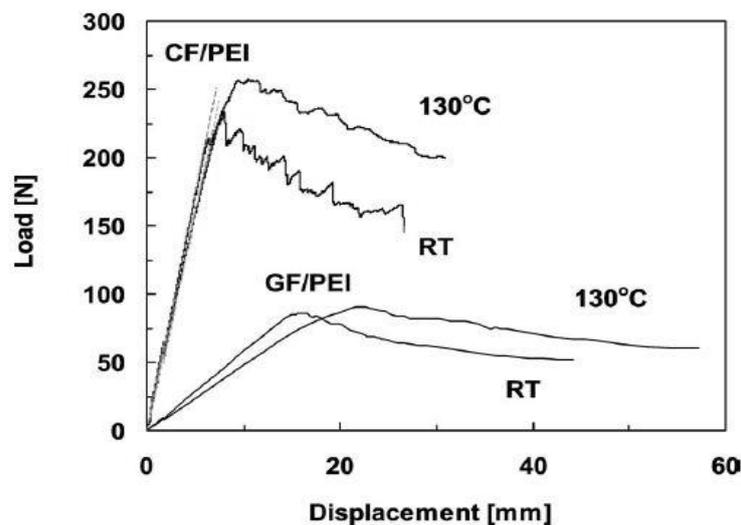


Figure 1. Typical load-displacement curves of CF/PEI and GF/PEI composites in mode-I (DCB) tests at different temperatures.

Figura 42 – Graficas fuerza-desplazamiento de estudio de Glc en materiales compuestos

Ahora como ultimo nos fijamos en las curvas a -55°C . Otra vez observamos que el aumento de tenacidad a fractura es debido a que las fuerzas son todavía mayores para producir el crecimiento de grieta a esta temperatura. Mencionar que a esta temperatura el material pierde continuidad respecto al crecimiento de la grieta. Podemos observar los escalones en las curvas, donde la fuerza va aumentando hasta que llega a un valor y consigue romper el material, entonces la fuerza cae estrepitosamente hasta encontrar otra vez resistencia. En cuando al crecimiento de la grieta significa que va dando saltos, y que no crece de manera continua como sucede en las otras dos temperaturas ensayadas.

Ahora pasamos a comparar los valores obtenidos en la misma temperatura para las dos normas estudiadas. Las siguientes figuras muestran las graficas de fuerza – desplazamientos de probetas representativas a cada temperatura.

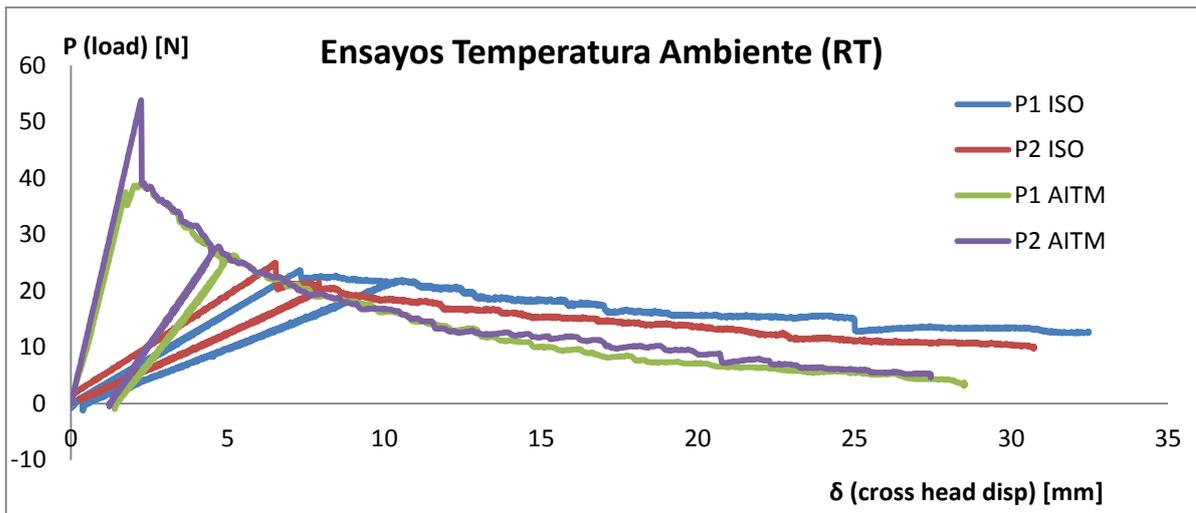


Figura 43 – Graficas fuerza-desplazamiento de ensayos a Temperatura ambiente

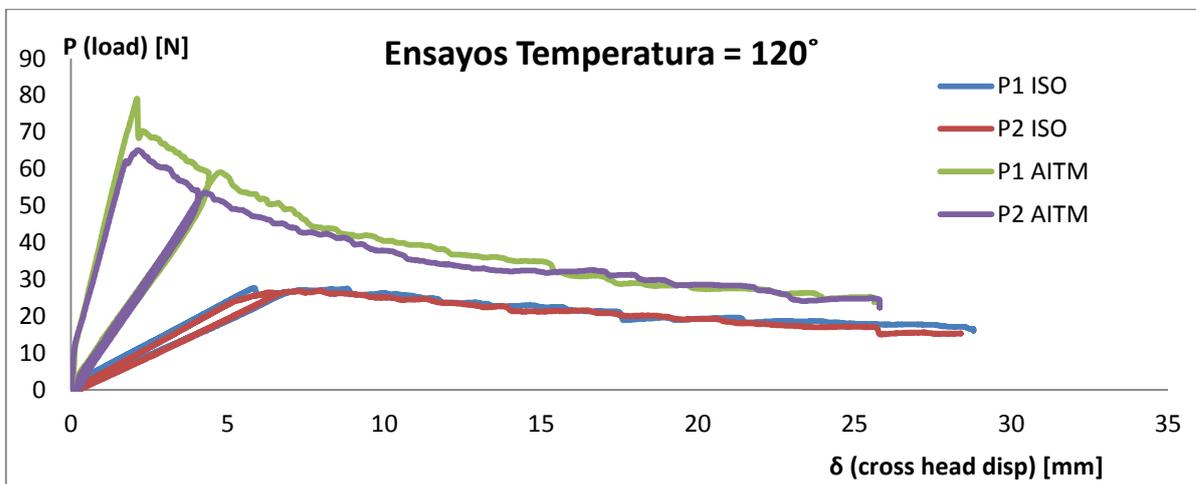


Figura 44 – Graficas fuerza-desplazamiento de ensayos a 120 ° C

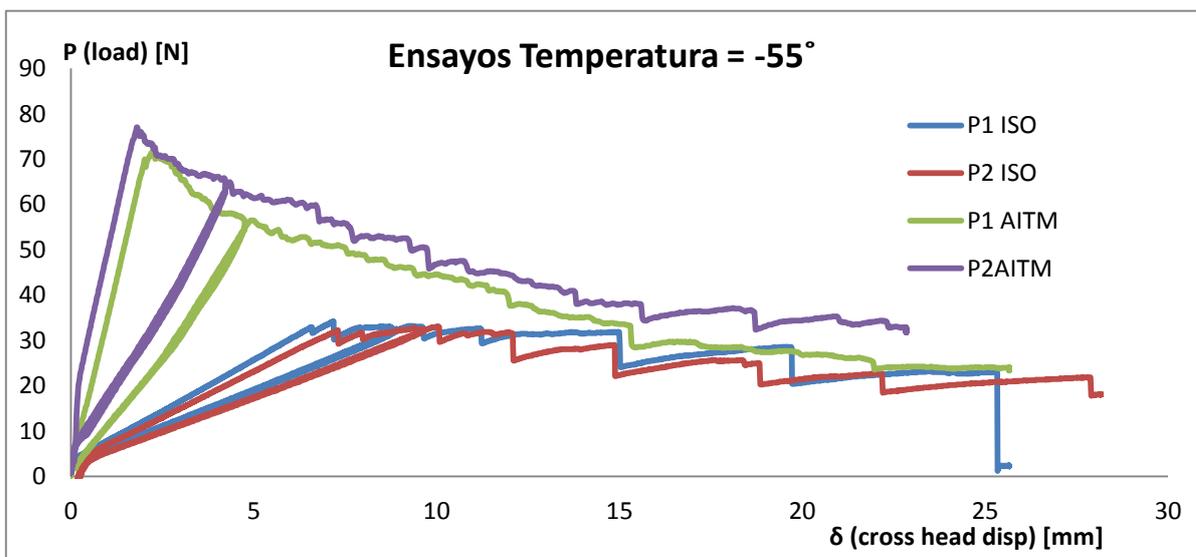


Figura 45 – Graficas fuerza-desplazamiento de ensayos a -55 ° C

Acerca de las tres gráficas anteriores tenemos que comentar varias características. Todas las probetas de la misma norma y a la misma temperatura se asemejan muchísimo entre sí, esa es la razón por la que solo representamos dos probetas por cada temperatura, para poder comparar normas de manera más clara.

A pesar de conocer las diferencias geométricas y procedimientos de ambos métodos de ensayos, es interesante solapar en el mismo panel gráfico cómo las distintas normas se comportan (esto es, carga frente a desplazamiento medido de cruceta). Si observamos las graficas solapadas, observamos que siempre las probetas de la AITM comienzan con mayores valores de fuerza independientemente de la temperatura. Esta diferencia se debe a dos causas geométricas. La primera es que el inserto en las probetas de la AITM es de 40 mm a diferencia de las probetas de la ISO cuyo inserto mide 60 mm, lo que quiere decir que el brazo del momento aplicado es mayor en caso de la ISO. Por tanto, para la AITM es necesario aplicar más fuerza para que el par en el borde de la grieta sea el mismo que en las otras probetas. Y la segunda causa es que el ancho de las probetas de la AITM es de 25 mm que es mayor que el ancho de las probetas ISO que es 20 mm, por lo cual es necesario mayor fuerza en el ensayo AITM. Esta hipótesis se ve reformada si seguimos observando la continuación de la curva. Observamos que ambas curvas independientemente de la norma que utilicemos tiende aproximadamente al mismo valor de fuerza, ya que el brazo del par aplicado se va igualando para ambas normas mientras la grieta se va propagando. Por tanto, aunque no íbamos a obtener ningún beneficio de la comparación, hemos encontrado el sentido de las diferencias de dos normas con procedimientos distintos para el cálculo de la misma característica del material.

10. Conclusiones

Centrándonos en la parte práctica del proyecto, teniendo como objetivo la utilidad del mismo dentro de TEAMS, llegamos a varias conclusiones.

Respecto al uso de ambas normas, desde el punto de vista de TEAMS es preferible utilizar la AITM principalmente por su mayor operatividad y también porque su dispersión también es menor (como podemos observar en la figura 38). En cambio, si nos ponemos en la posición del cliente, la norma ISO sería mejor elección ya que la cantidad de material necesario para realizar el ensayo es considerablemente menor y por tanto supondría una menor constante para el control de calidad. El problema de la ISO es que la manera de obtener los datos y los posteriores cálculos tienen mayor complejidad y el tiempo de ensayo es también mayor. Por tanto si pertenecemos a la empresa que realiza los ensayos la mejor elección para caracterizar la tenacidad a fractura interlaminar en modo I sin duda es la AITM 10053, en cambio si pertenecemos a la empresa que fabrica los laminados de material compuesto la clara elección sería la ISO 15024.

11. Proyecciones de futuro

Este proyecto ha sido la primera toma de contacto con ensayos de tenacidad a fractura interlaminar a temperaturas distintas del ambiente. El objetivo principal y primario del que partimos se ha conseguido, poner a punto el ensayo con la AITM a -55°C .

Si nos centramos en el estudio del efecto en los materiales compuesto de fibra de carbono en matriz de resina epoxy, este proyecto no es más que un simple comienzo. Hemos realizado un número limitado de ensayos y también siendo los primeros realizados a temperatura son aquellos que mayor error humano pueden tener los resultados. Por tanto, el siguiente paso sería realizar más ensayos, con mayor número de probetas, a las mismas temperaturas y a varias más, siendo realizados estos ensayos por un técnico o ingeniero familiarizado con el ensayo dentro de la cámara climática.

También realizamos las plantillas para los informes de futuros proyectos en TEAMS con ambas normas.

Terminar volviendo a agradecer la oportunidad que me han dado de poder realizar este proyecto y espero poder seguir trabajando en esta línea en futuros proyectos.

12. Bibliografía

NORMAS:

- **AITM 1-0005 Rev.2 (1994)** : Carbon Fiber Reinforced Plastics. Determination of interlaminar fracture toughness energy. Mode I (G1c Test)
- **AITM 1-0053 Rev.3 (2013)**: Carbon Fiber Reinforced Plastics. Determination of mode I interlaminar fracture toughness energy of bonded joints (G1c Test)
- **ISO 15024 (0.1.12.2001)** : Fibre-reinforced plastic composites- Determination of mode I fracture toughness, G1c, for unidirectionally reinforced materials.
- **UNE-EN ISO 2818 (1997)** : Preparación de probetas por mecanizado
- **UNE-EN ISO 7500 (2006)** : Verificación de máquinas de ensayos uniaxiales estáticos

MATERIAL (Hexply AS4/8552 RC34 AW194):

- **AIMS 05 01 001 4 (05.2006)** : Material Especification
- **IPS 05 01 001 03 7 (06.2012)** : Individual Product Specification

CÁMARA CLIMÁTICA:

- **MTS Thermcraft CE Manual**
- **Eurotherm 2408 and 2024 PID Controllers** : Installation and Operation Handbook

DOCUMENTOS COMUNIDAD CIENTÍFICA:

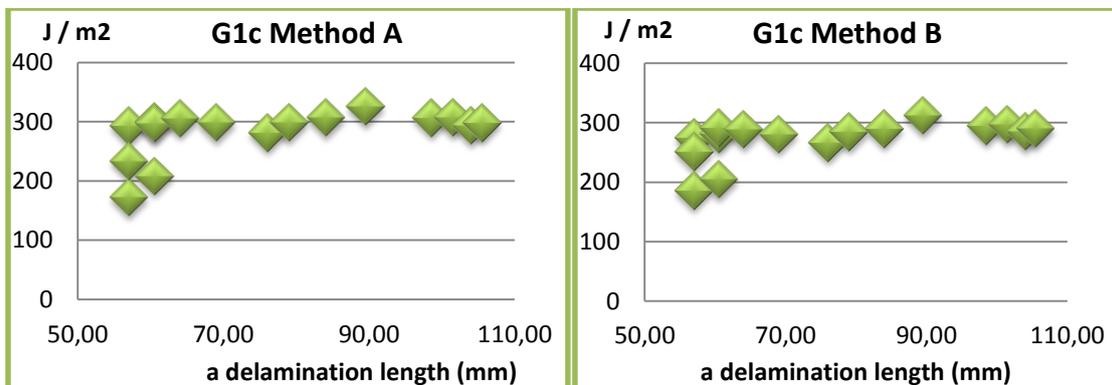
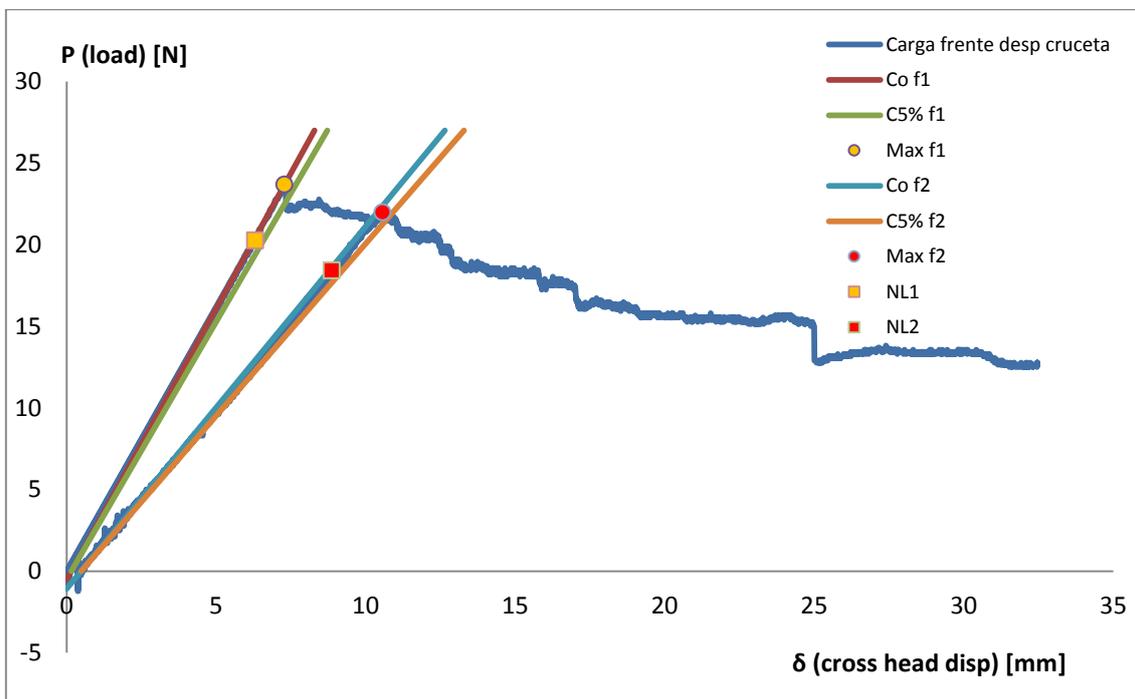
- **'Interlaminar Fracture Toughness of CF/PEI and GF/PEI Composites at Elevated Temperatures'** Ki-Young Kim, Lin Ye y Kim-Meng Phoa
- **'Interlaminar fracture toughness of CF/PEI composites at elevated temperatures: roles of matrix toughness and fibre/matrix adhesion'** Ki-Young, y Lin Ye

ANEXO: Resultados de los Ensayos realizados

A continuación se representan las gráficas para cada probeta. Para las probetas de la norma ISO representaremos la curva fuerza – desplazamiento y los valores de G_{1c} calculados por ambos métodos. Para las probetas de la norma AITM solo la curva fuerza desplazamiento y el valor calculado de G_{1c} (área debajo de la curva).

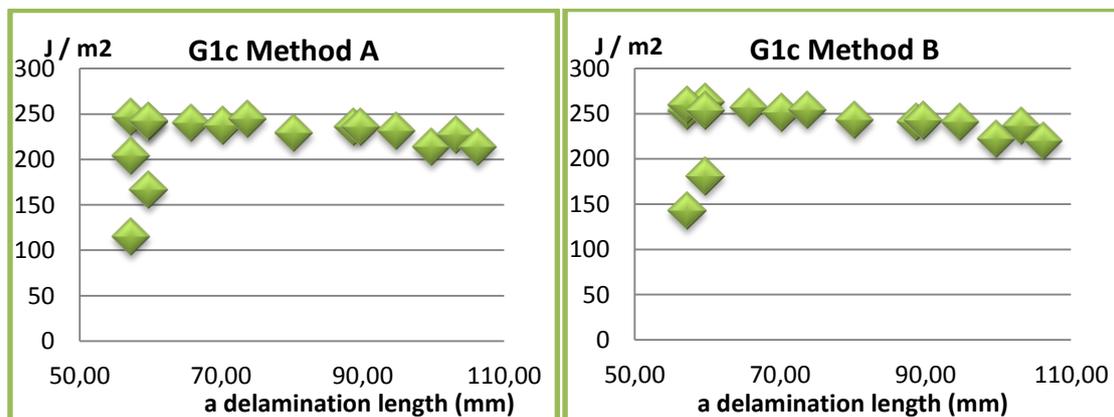
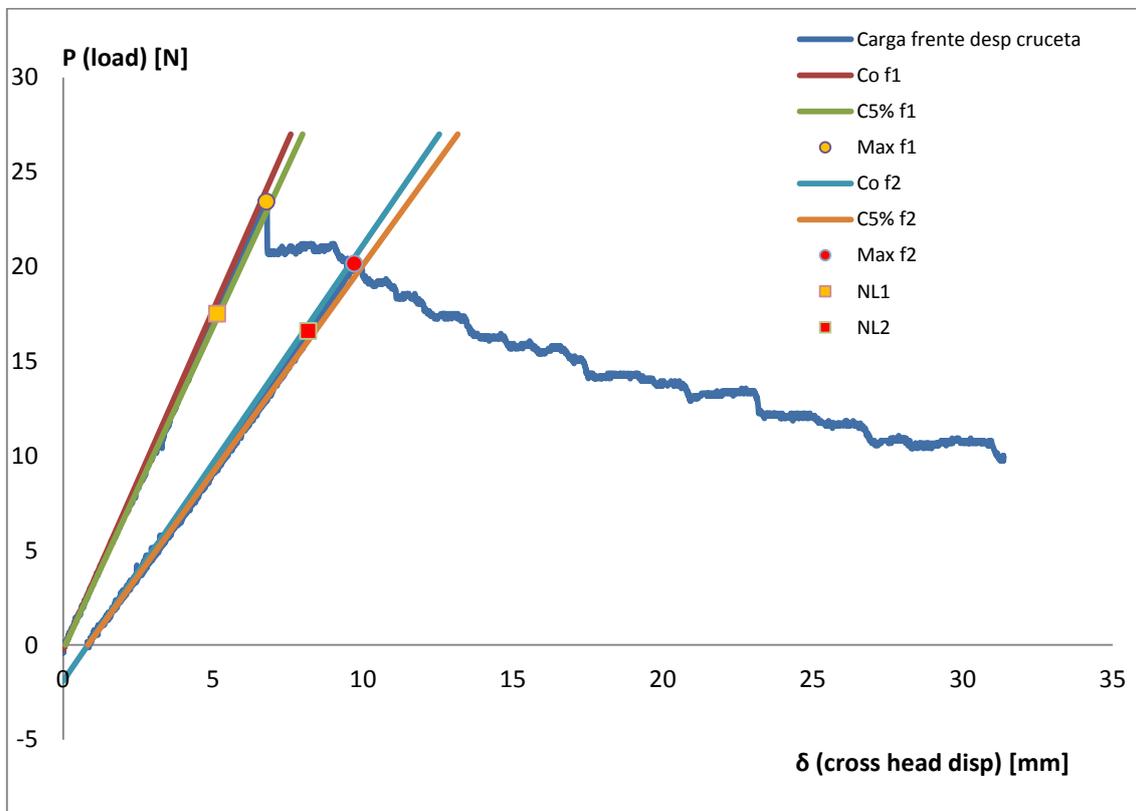
- **TFI-P3-ISO-TAMB:**

- Espécimen 1:



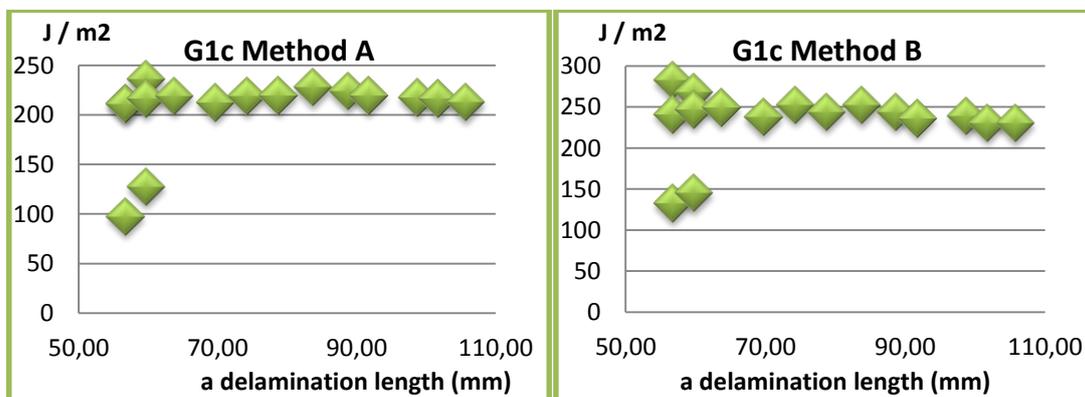
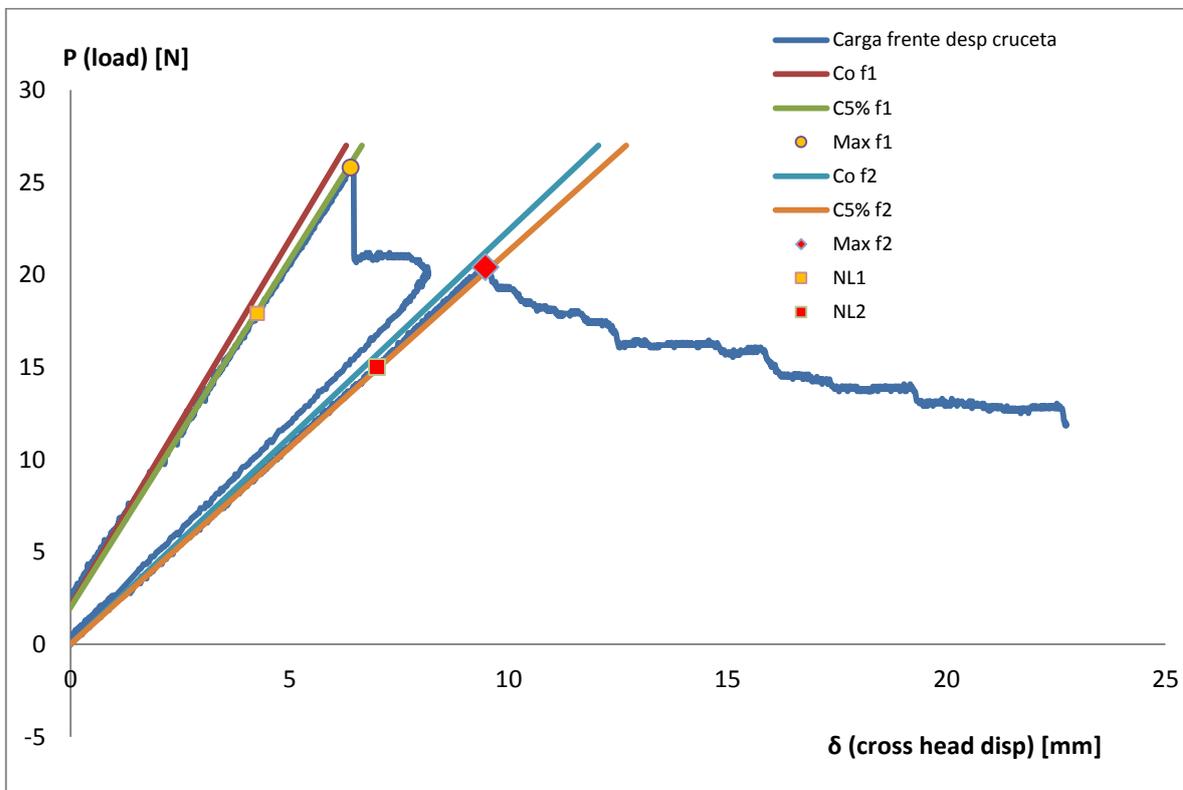
| | |
|-------------------------------|---------------------------|
| Media G_{1c} Method A (CBT) | 283 (J / m ²) |
| Media G_{1c} Method B (MCC) | 274 (J / m ²) |

- Espécimen 2:



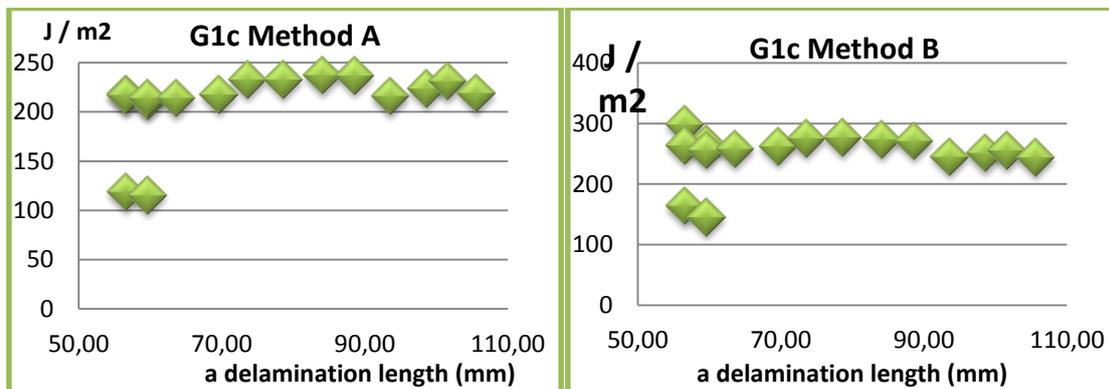
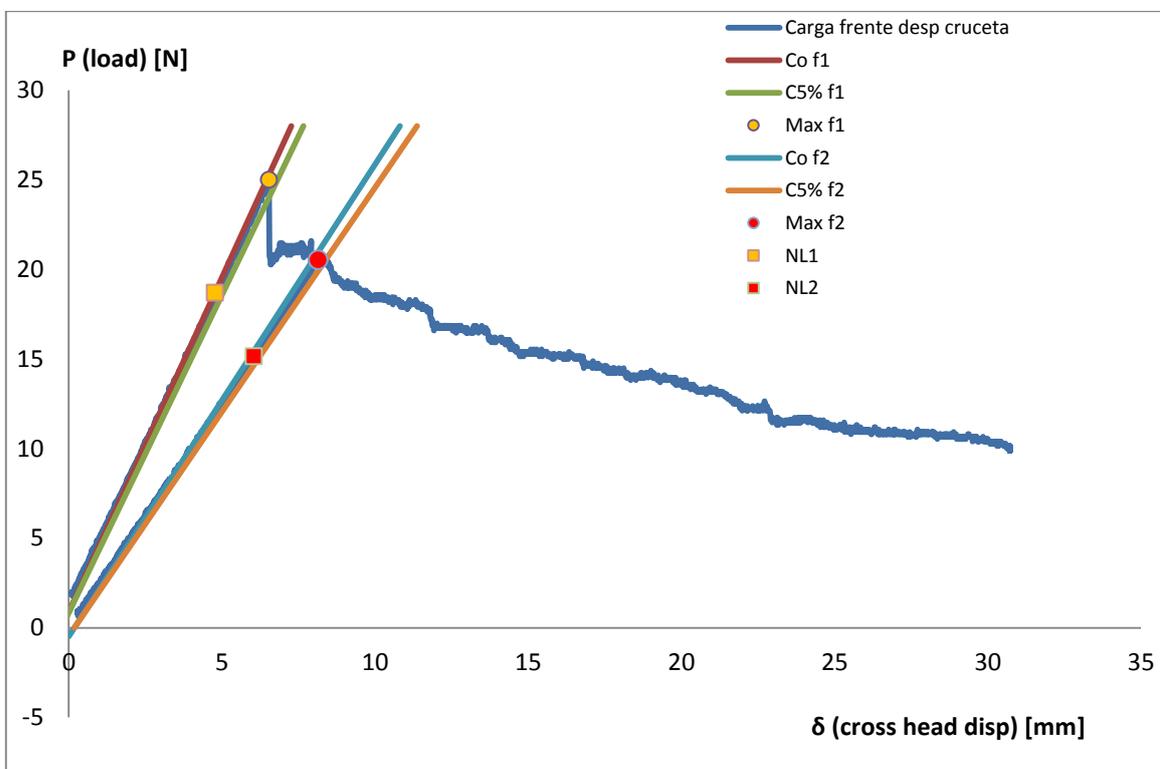
| | |
|--------------------------|--------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 220 (J / m2) |
| Media G1c Method B (MCC) | 235 (J / m2) |

- Espécimen 3:



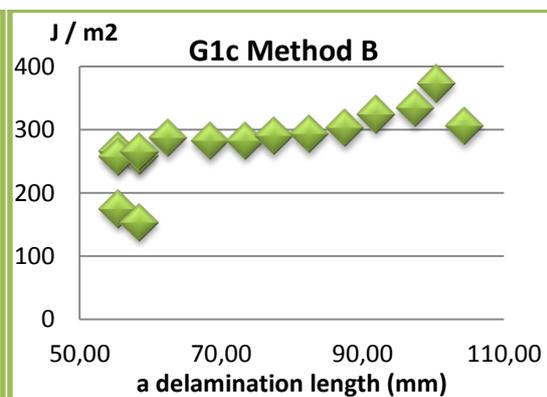
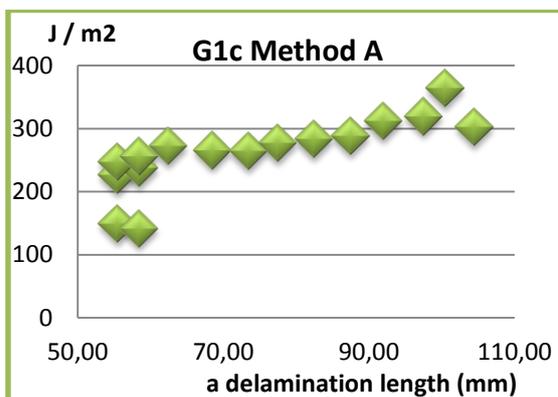
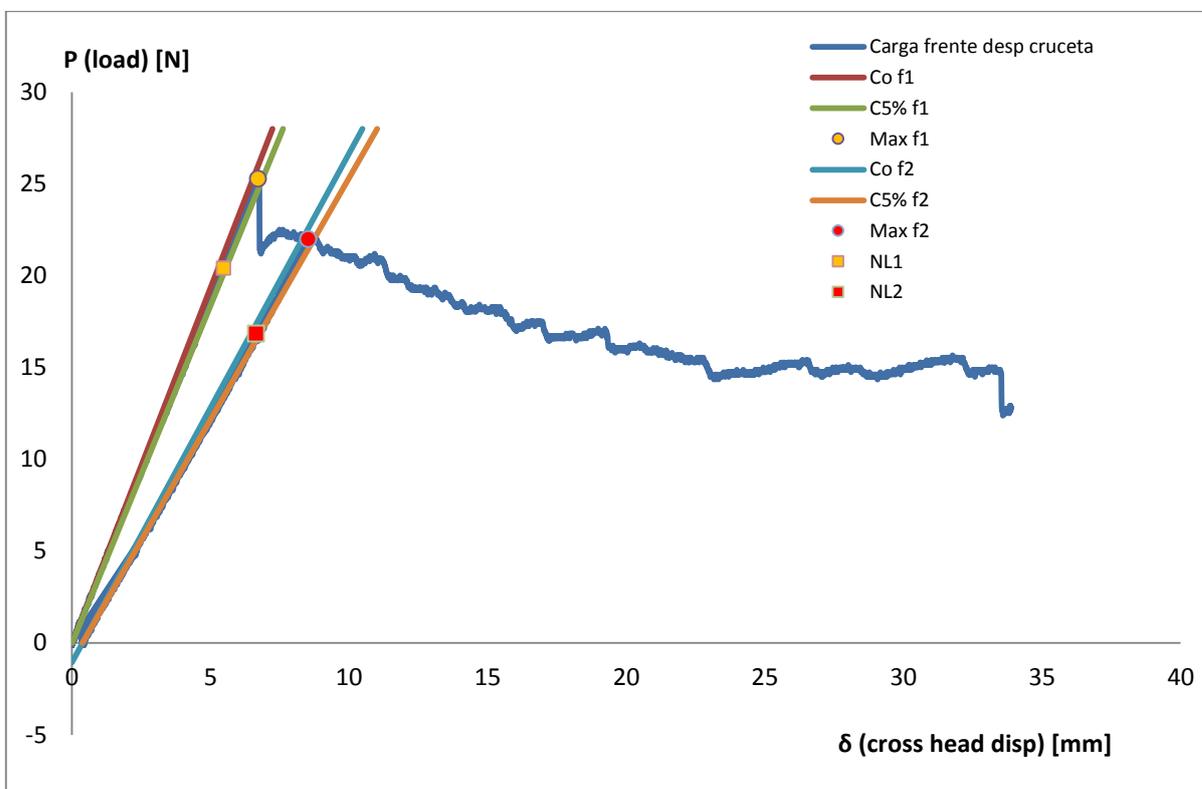
| | |
|--------------------------|---------------------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 206 (J / m ²) |
| Media G1c Method B (MCC) | 233 (J / m ²) |

- Espécimen 4:



| | |
|--------------------------|---------------------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 210 (J / m ²) |
| Media G1c Method B (MCC) | 251 (J / m ²) |

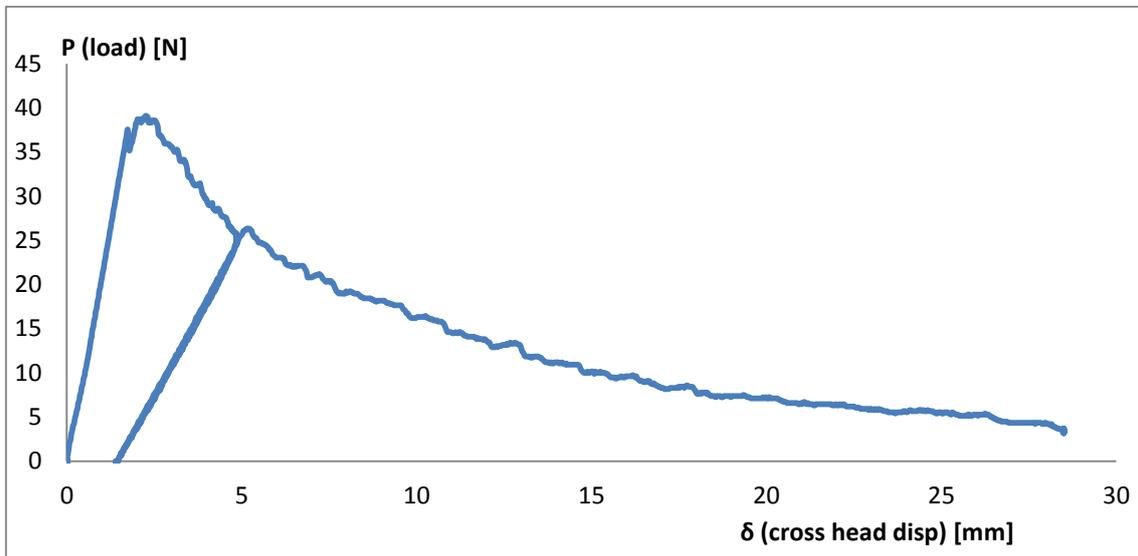
- Espécimen 5:



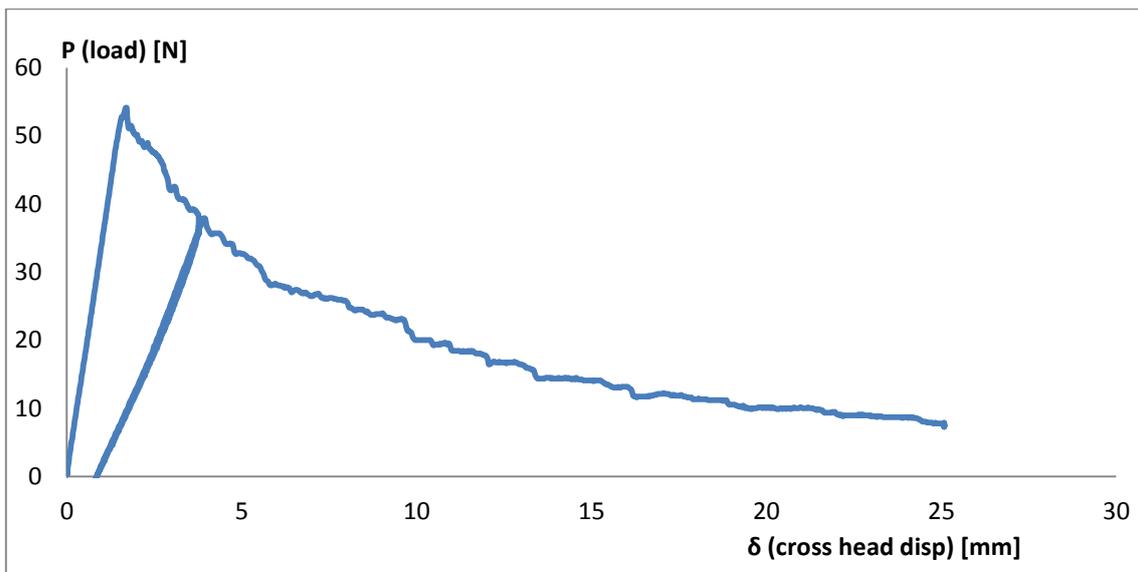
| | |
|--------------------------|---------------------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 263 (J / m ²) |
| Media G1c Method B (MCC) | 278 (J / m ²) |

- **TFI-P3-AITM-TAMB:**

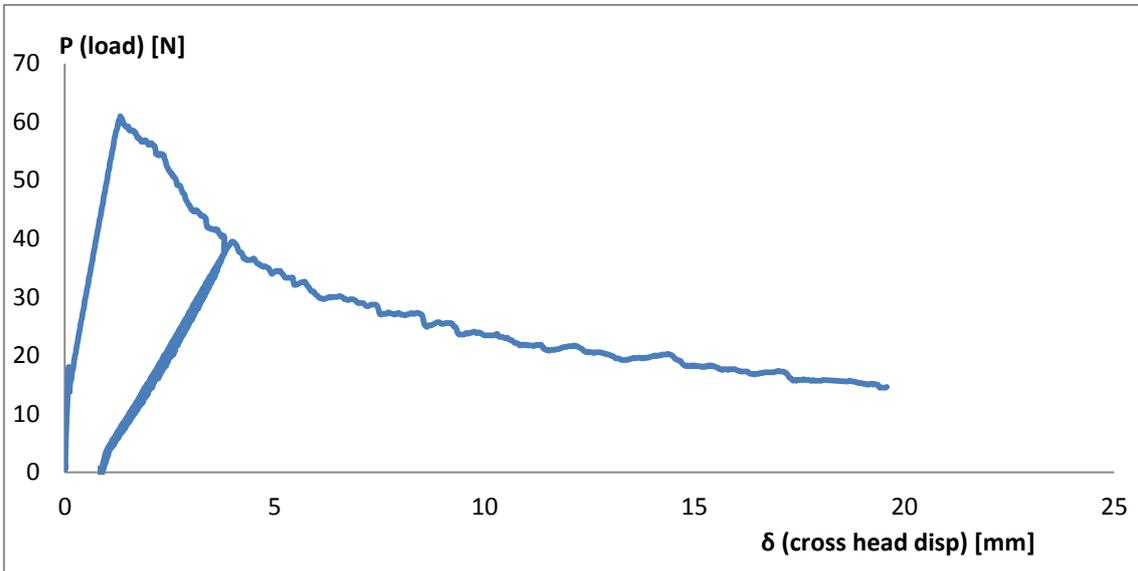
- Espécimen 1: $G_{Ic} = 186 \text{ (J / m}^2\text{)}$



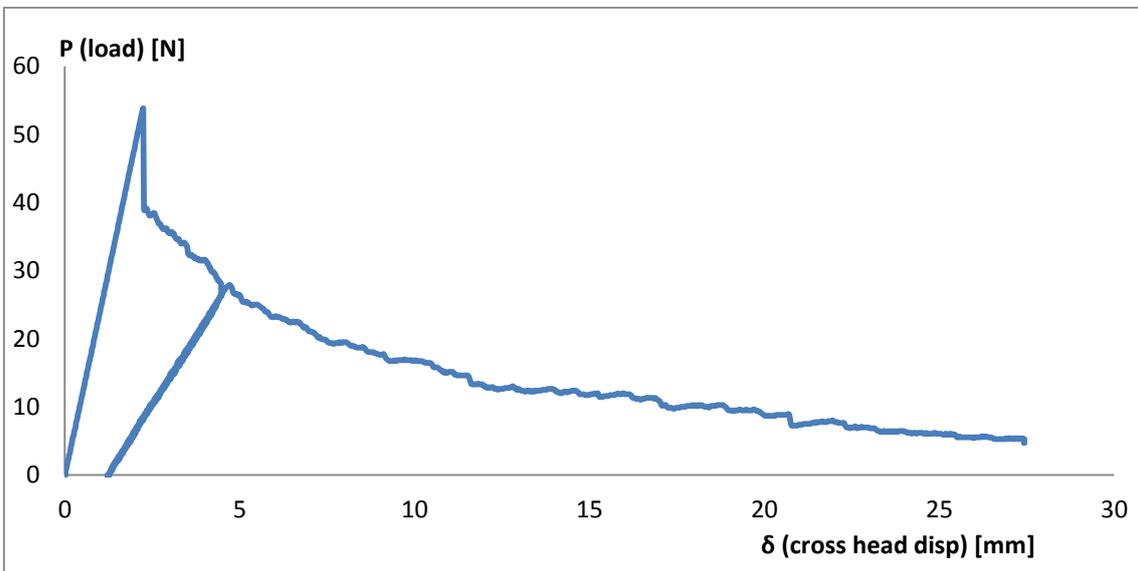
- Espécimen 3: $G_{Ic} = 222 \text{ (J / m}^2\text{)}$



- Espécimen 4: $G_{Ic} = 186 \text{ (J / m}^2\text{)}$

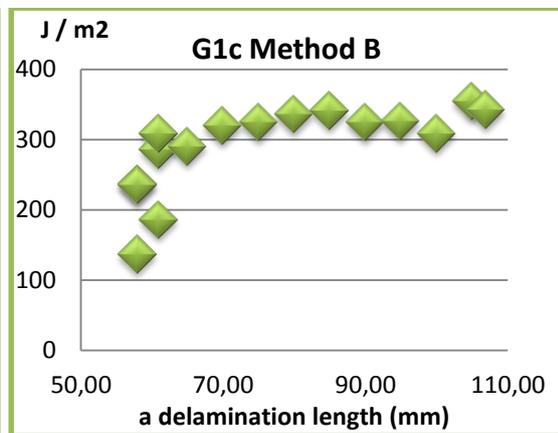
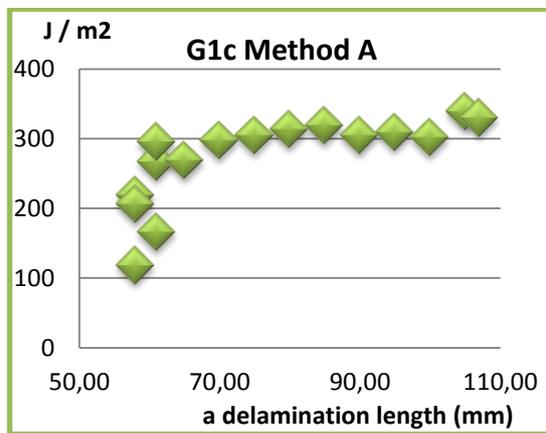
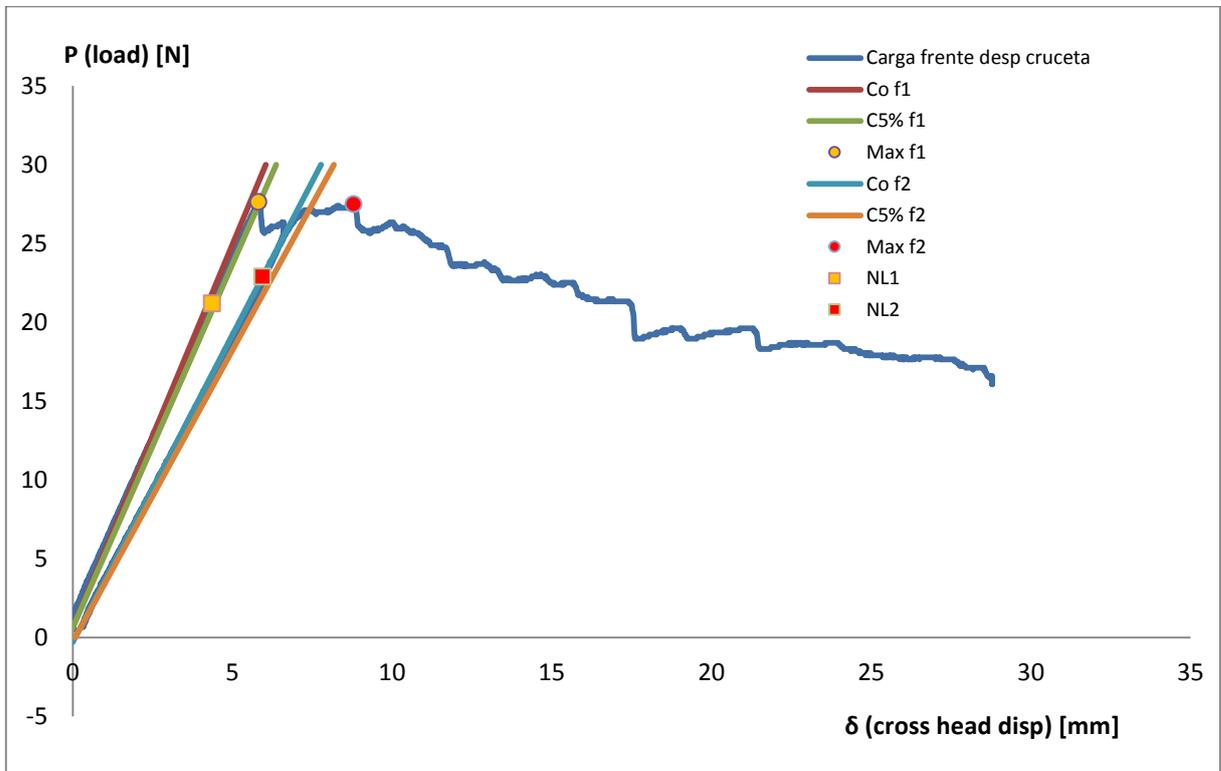


- Espécimen 5: $G_{Ic} = 186 \text{ (J / m}^2\text{)}$



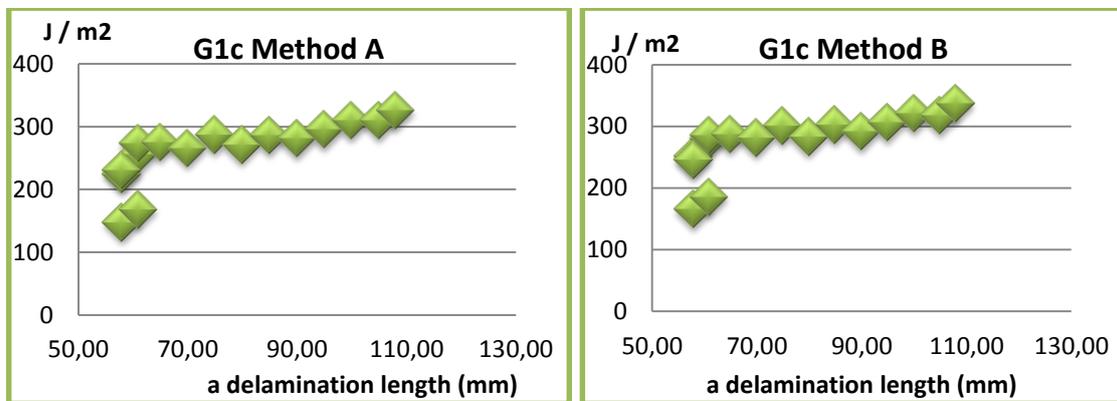
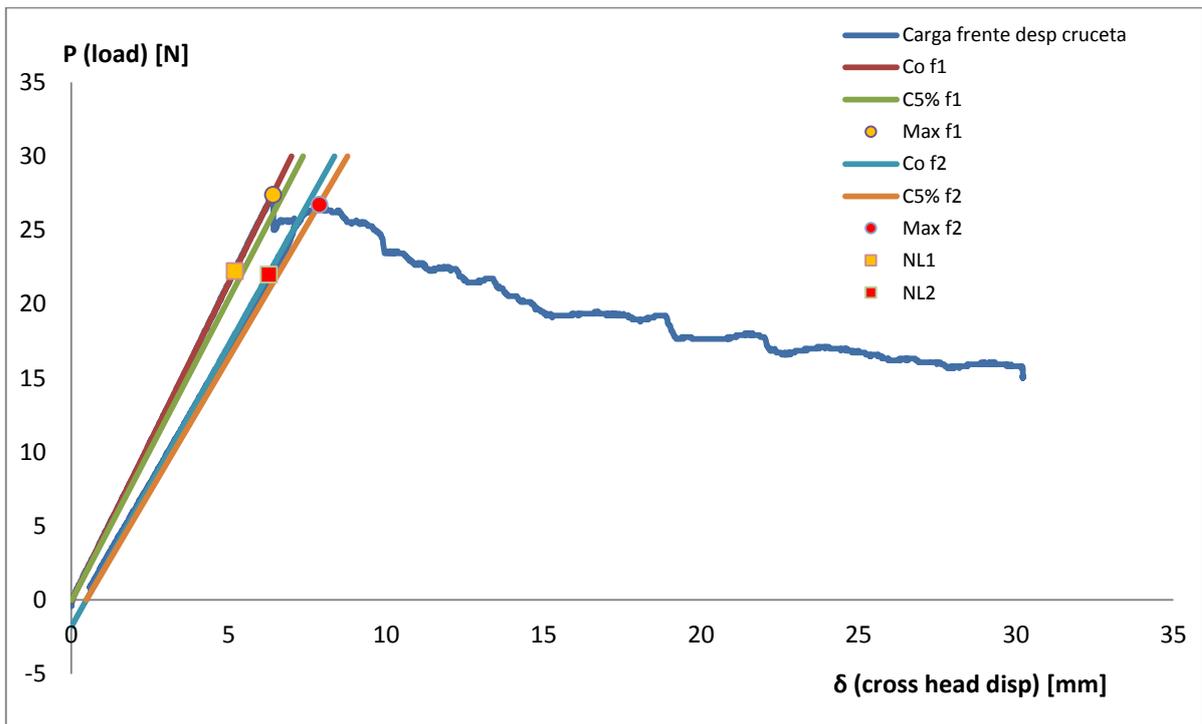
- TFI-P1-ISO-T120:

- Espécimen 1:



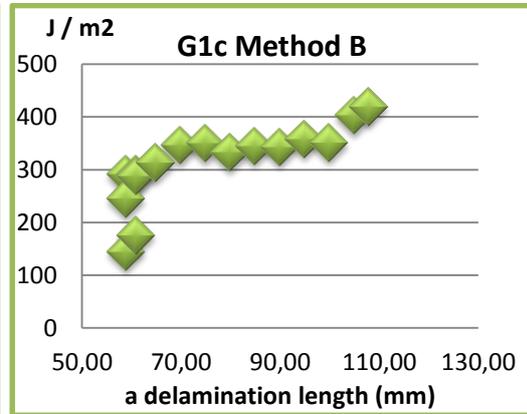
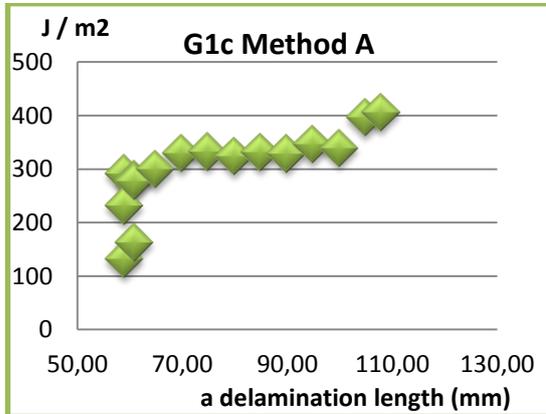
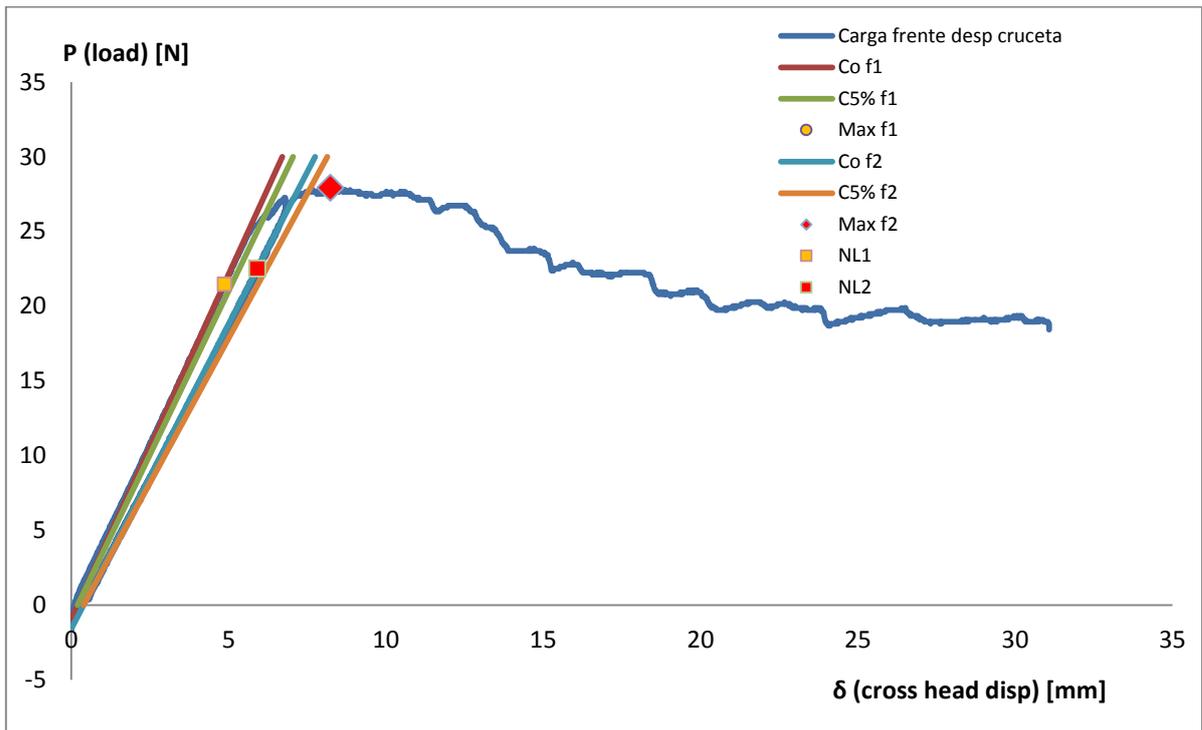
| | |
|--------------------------|--------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 273 (J / m2) |
| Media G1c Method B (MCC) | 291 (J / m2) |

- Espécimen 2:



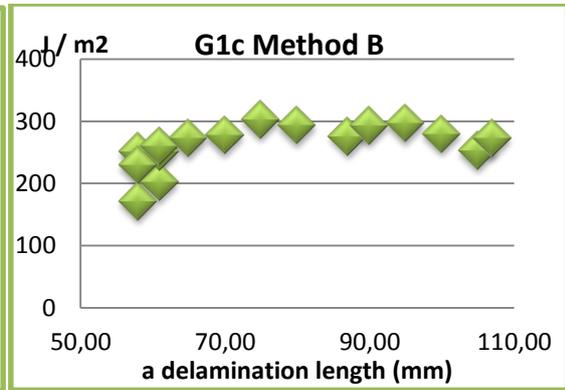
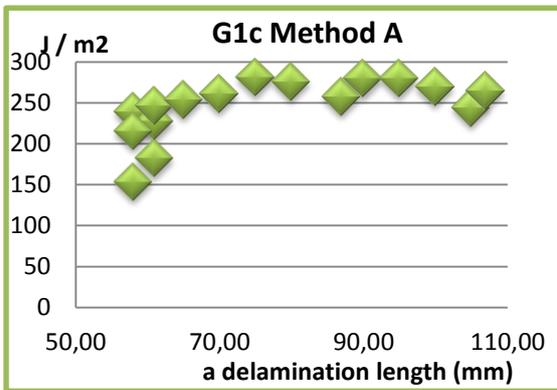
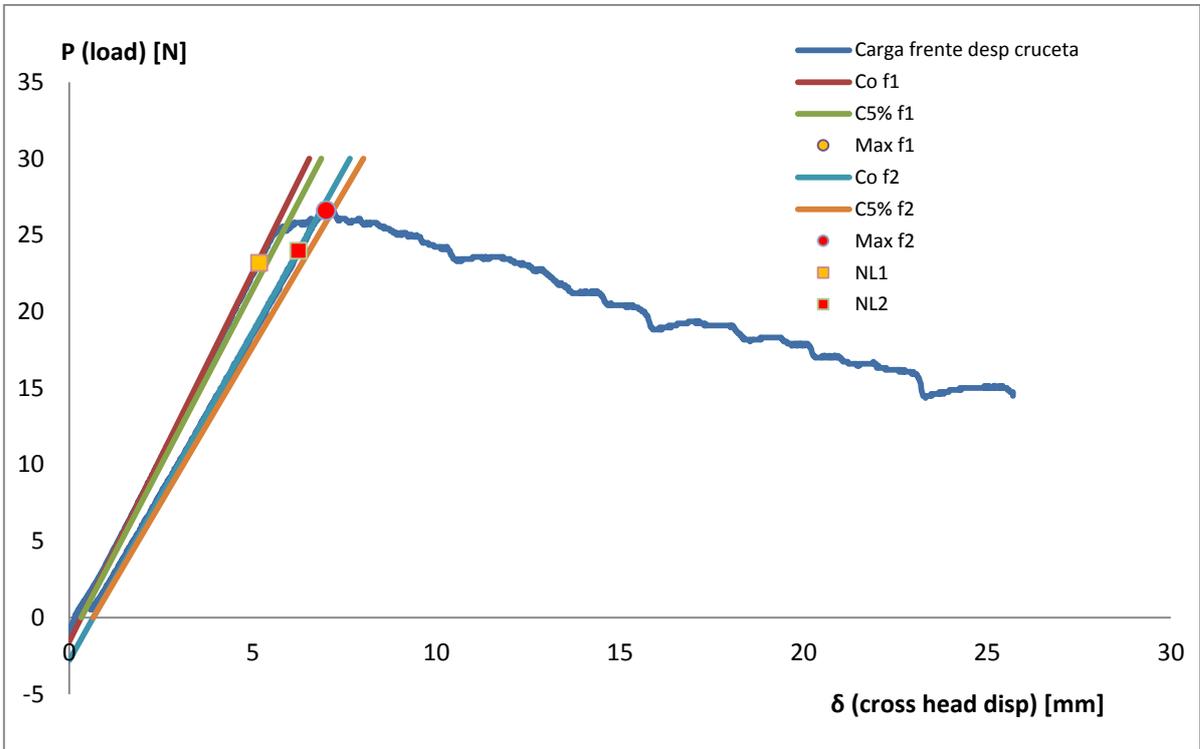
| | |
|--------------------------|--------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 264 (J / m2) |
| Media G1c Method B (MCC) | 278 (J / m2) |

- Espécimen 3:



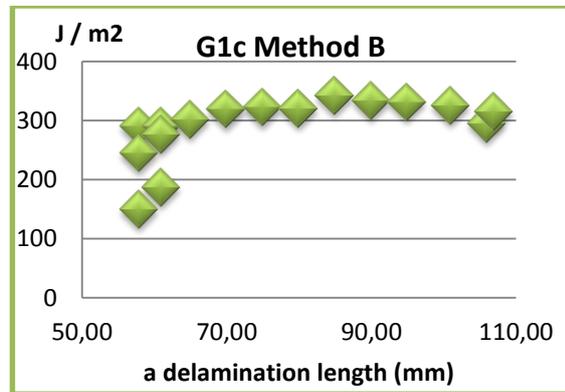
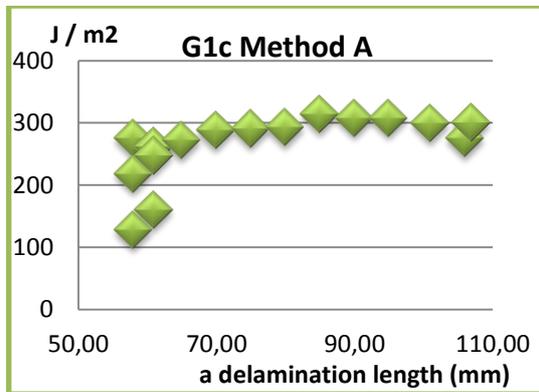
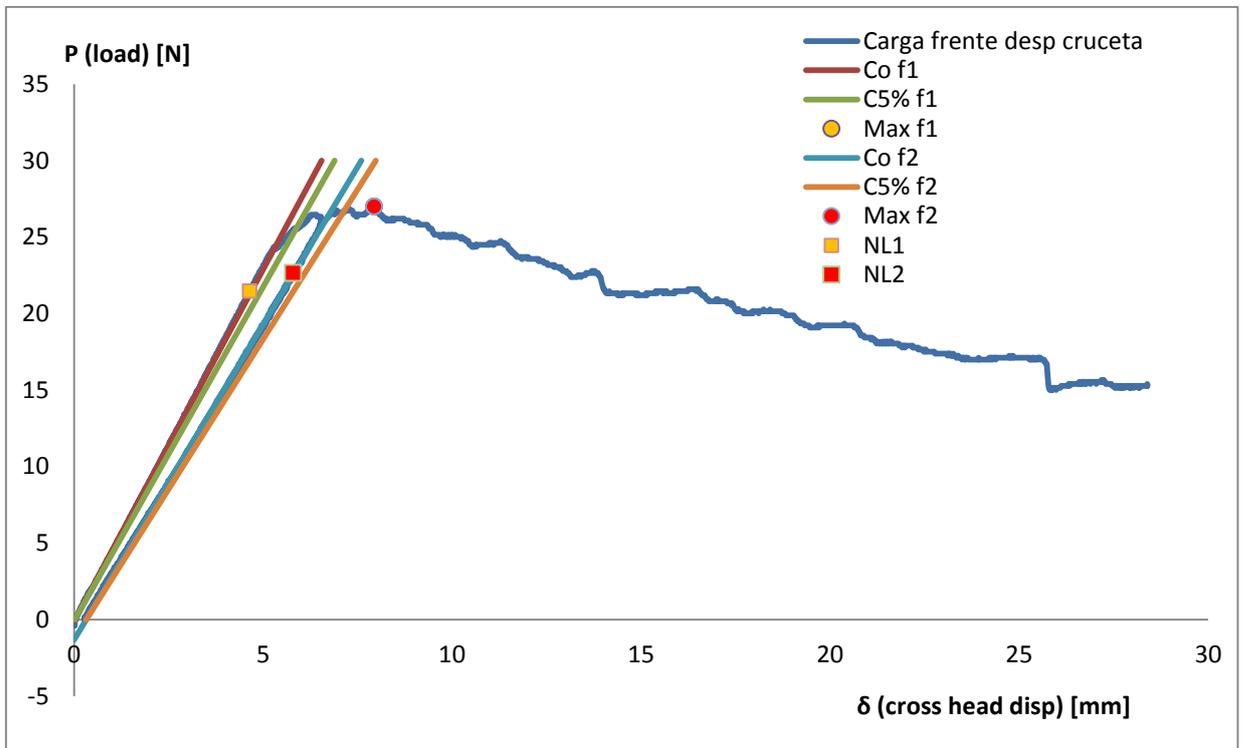
| | |
|--------------------------|--------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 301 (J / m2) |
| Media G1c Method B (MCC) | 312 (J / m2) |

- Espécimen 4:



| | |
|--------------------------|--------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 246 (J / m2) |
| Media G1c Method B (MCC) | 262 (J / m2) |

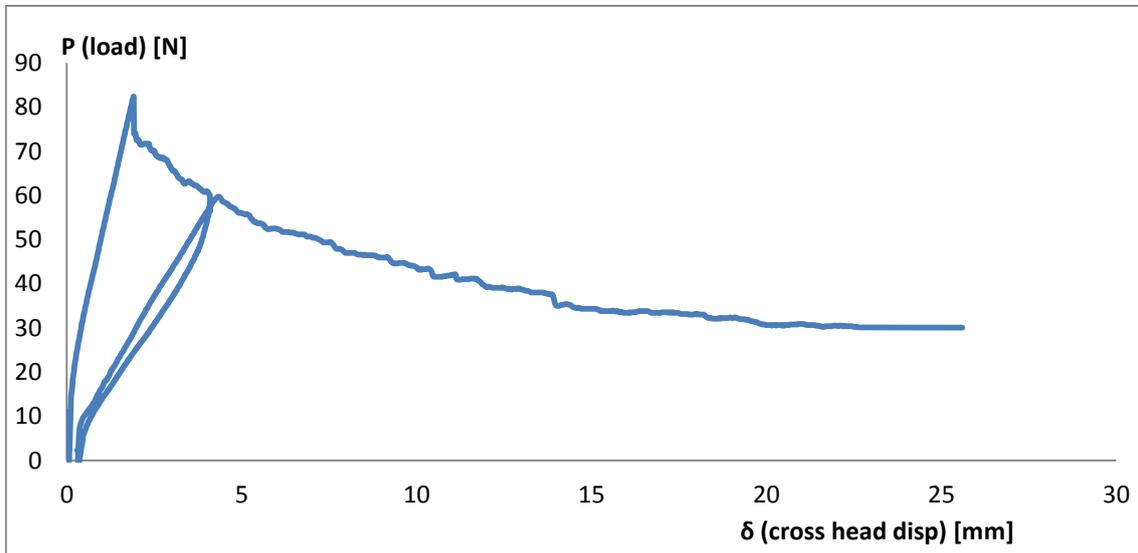
- Espécimen 5:



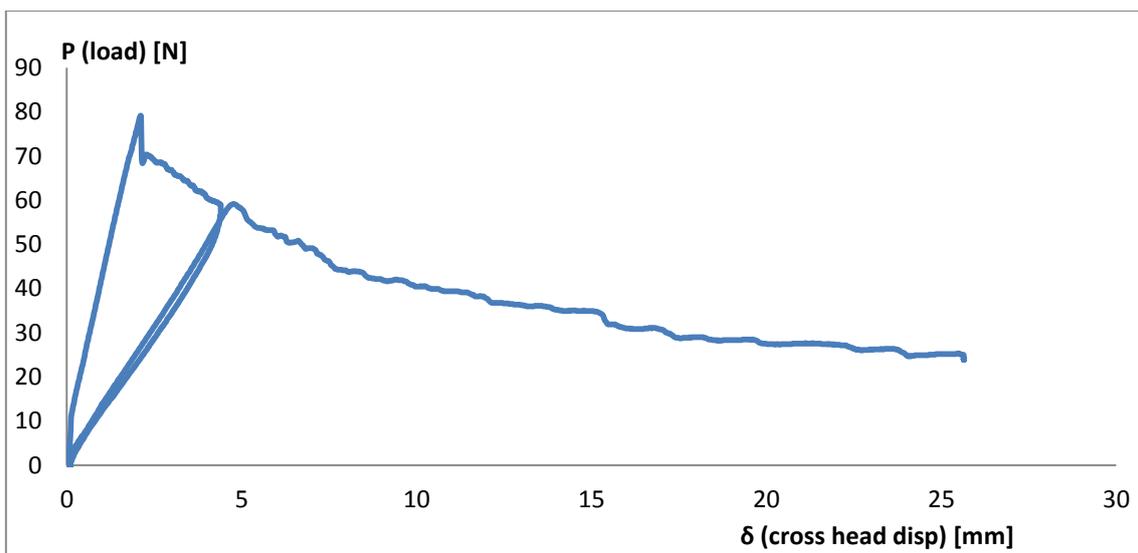
| | |
|--------------------------|---------------------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 265 (J / m ²) |
| Media G1c Method B (MCC) | 291 (J / m ²) |

- **TFI-P1-AITM-T120:**

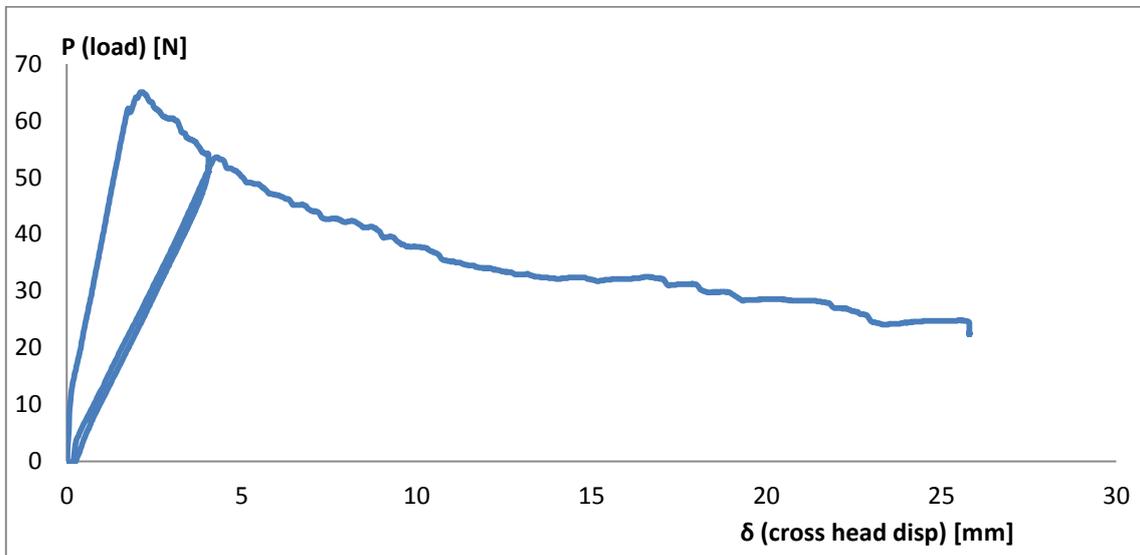
- Espécimen 1: $G_{Ic} = 377 \text{ (J / m}^2\text{)}$



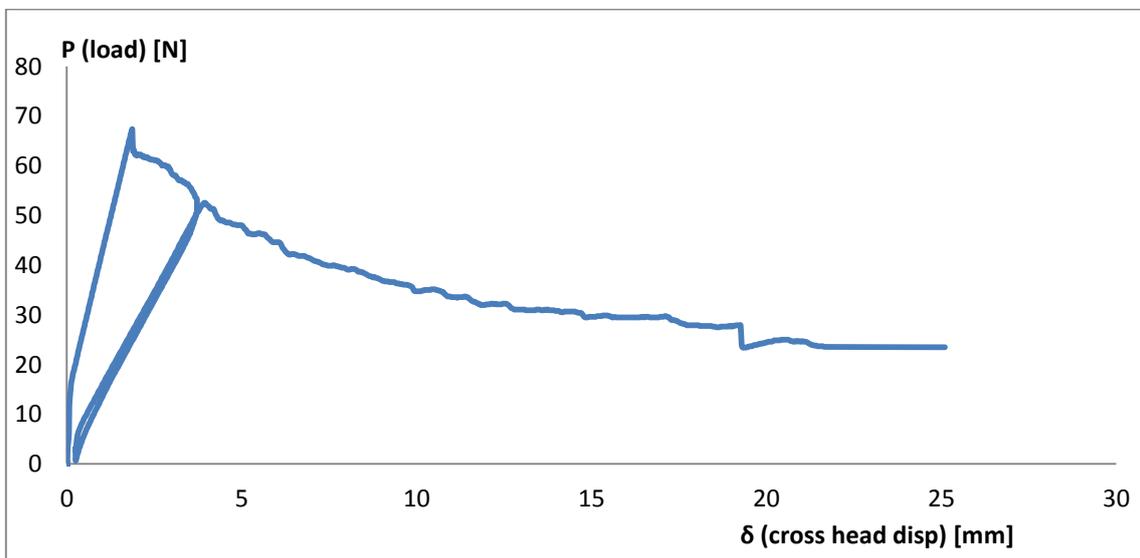
- Espécimen 3: $G_{Ic} = 379 \text{ (J / m}^2\text{)}$



- Espécimen 4: $G_{Ic} = 367 \text{ (J / m}^2\text{)}$

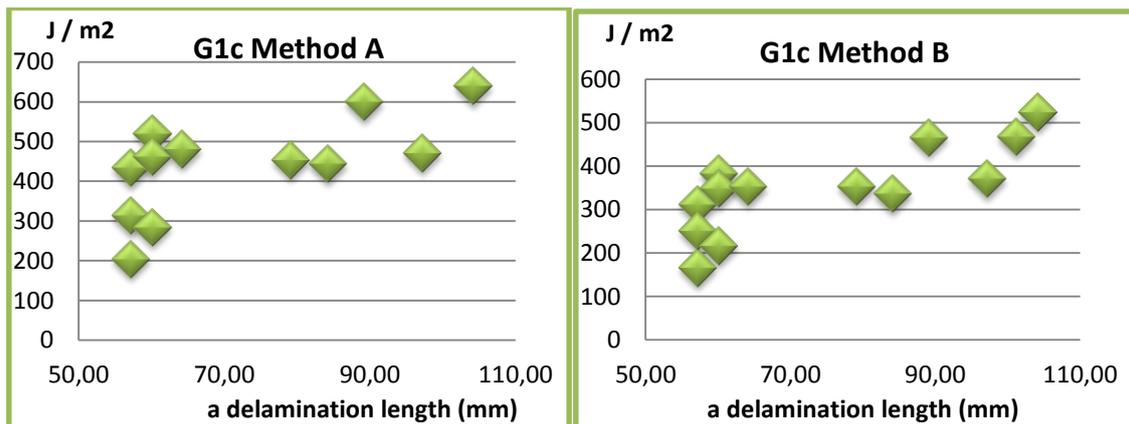
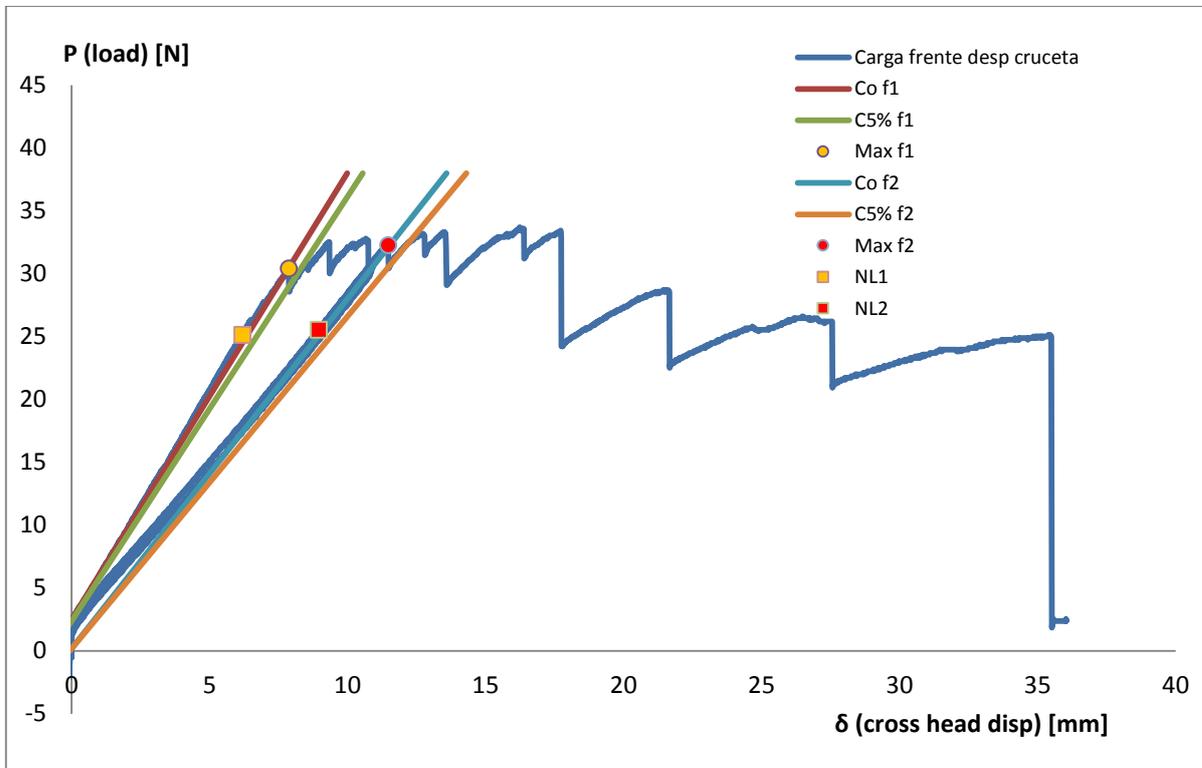


- Espécimen 5: $G_{Ic} = 352 \text{ (J / m}^2\text{)}$



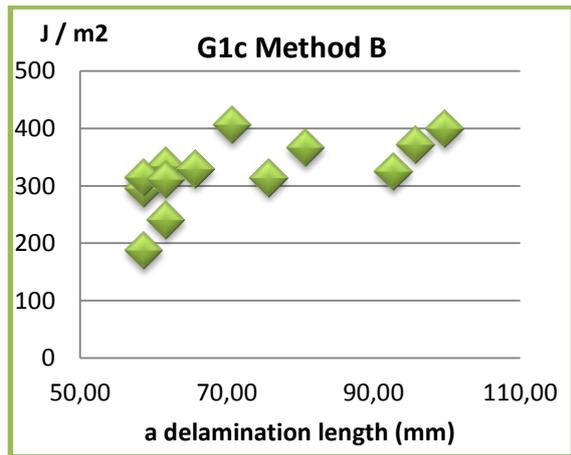
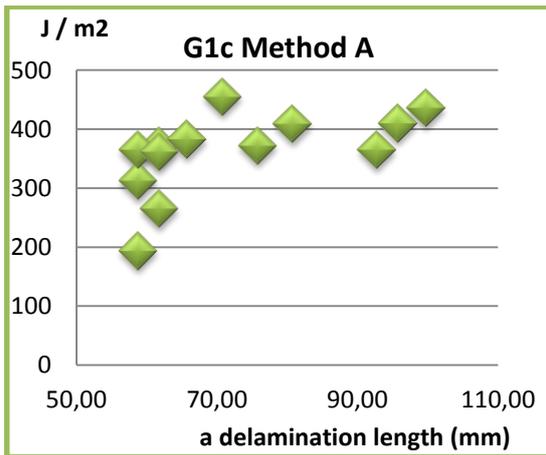
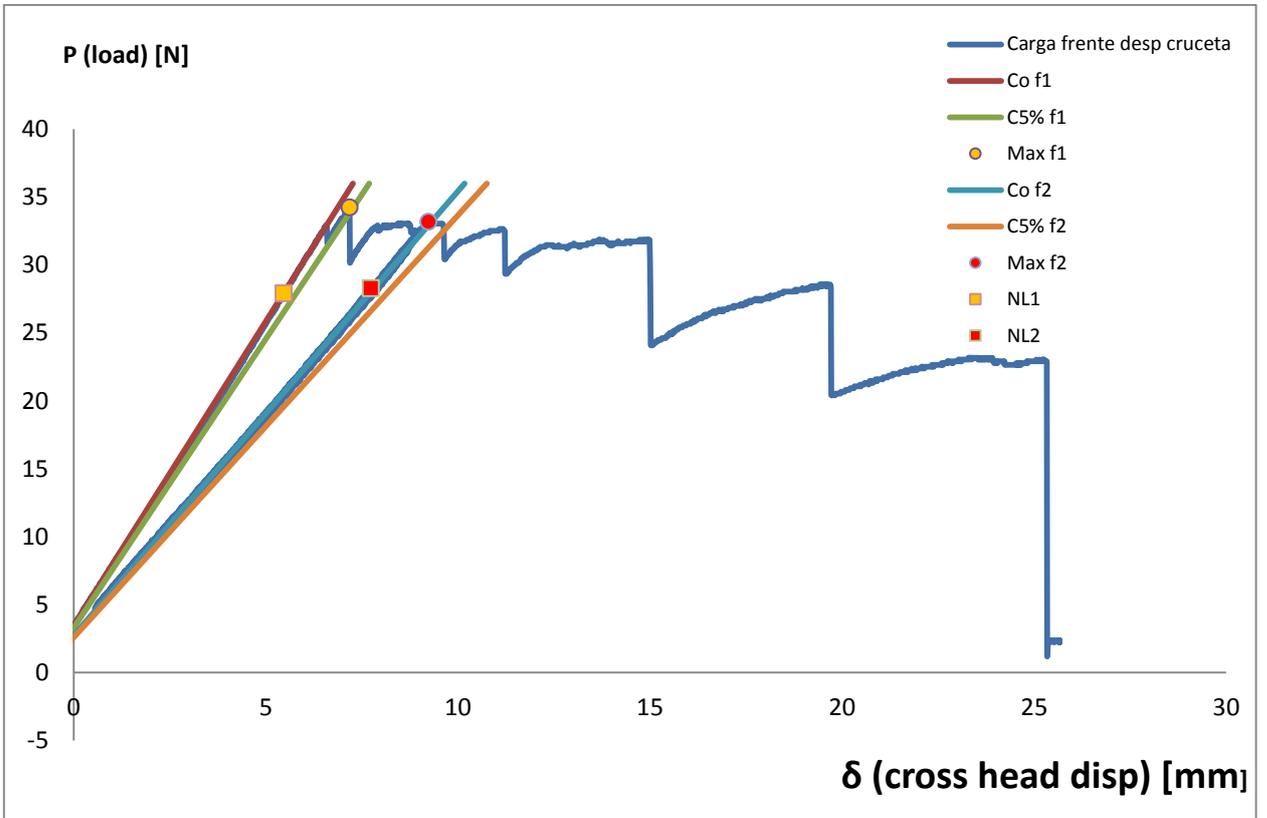
- TFI-P4-ISO-T-55:

- Espécimen 1:



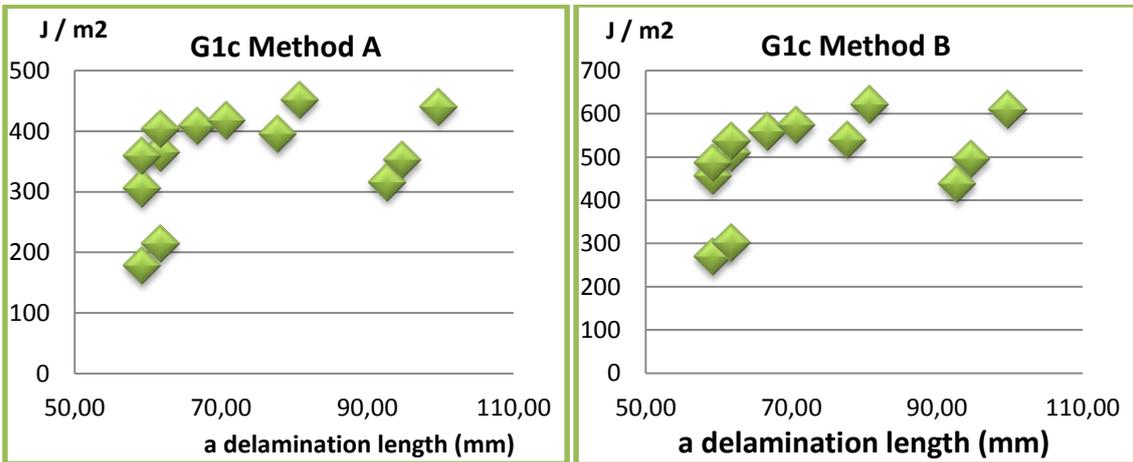
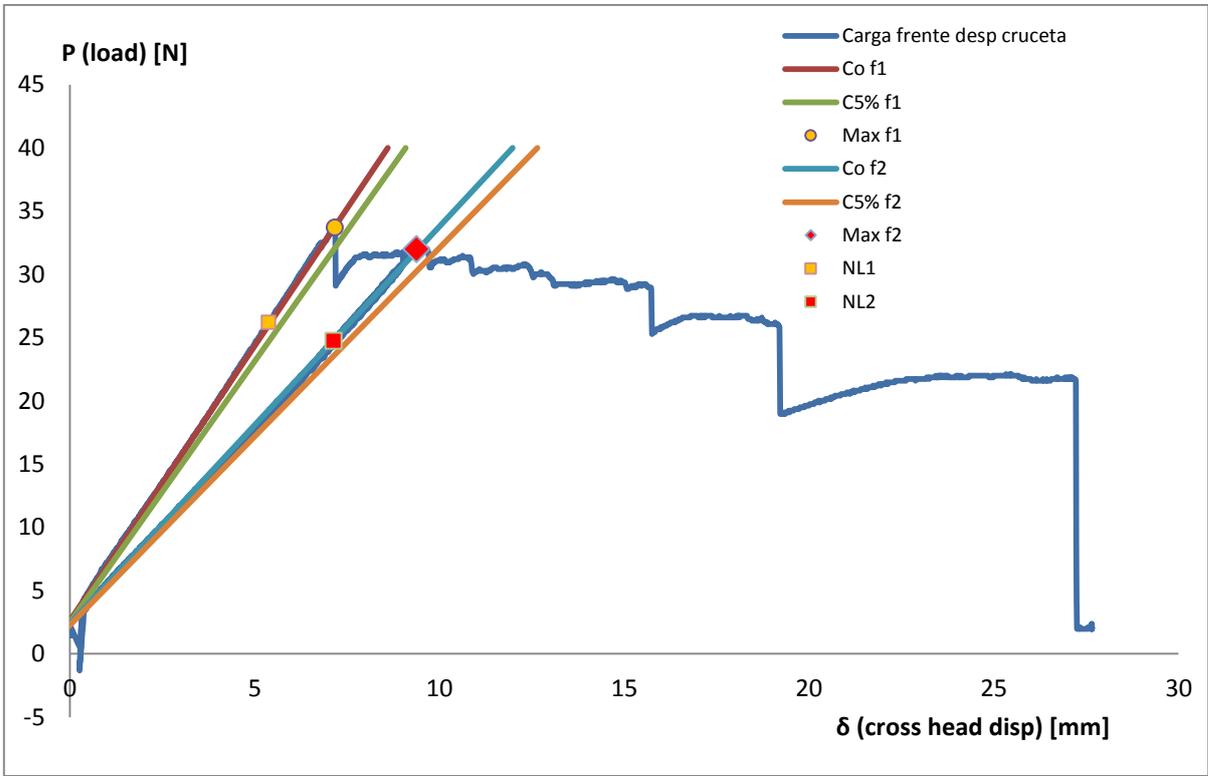
| | |
|--------------------------------------|---------------------------|
| Media G _{1c} Method A (CBT) | 443 (J / m ²) |
| Media G _{1c} Method B (MCC) | 340 (J / m ²) |

- Espécimen 2:



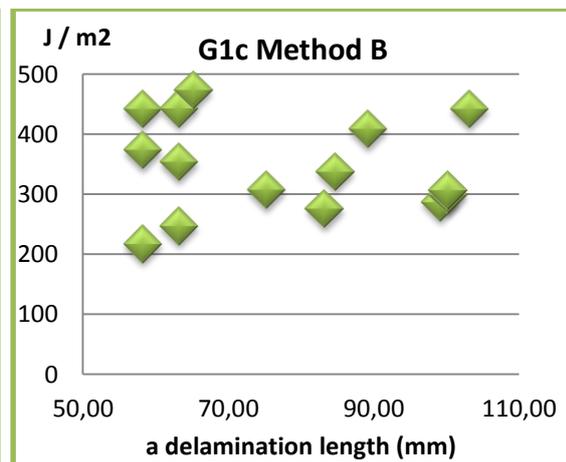
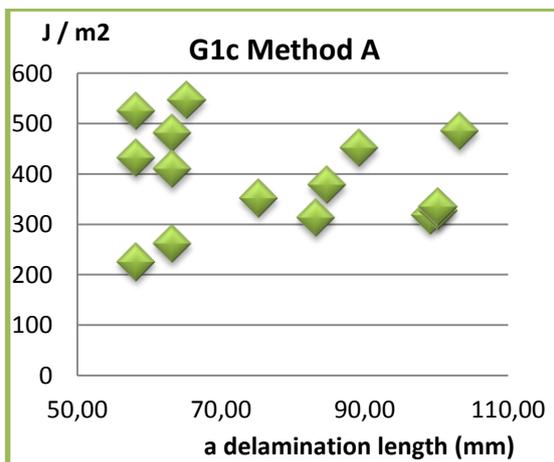
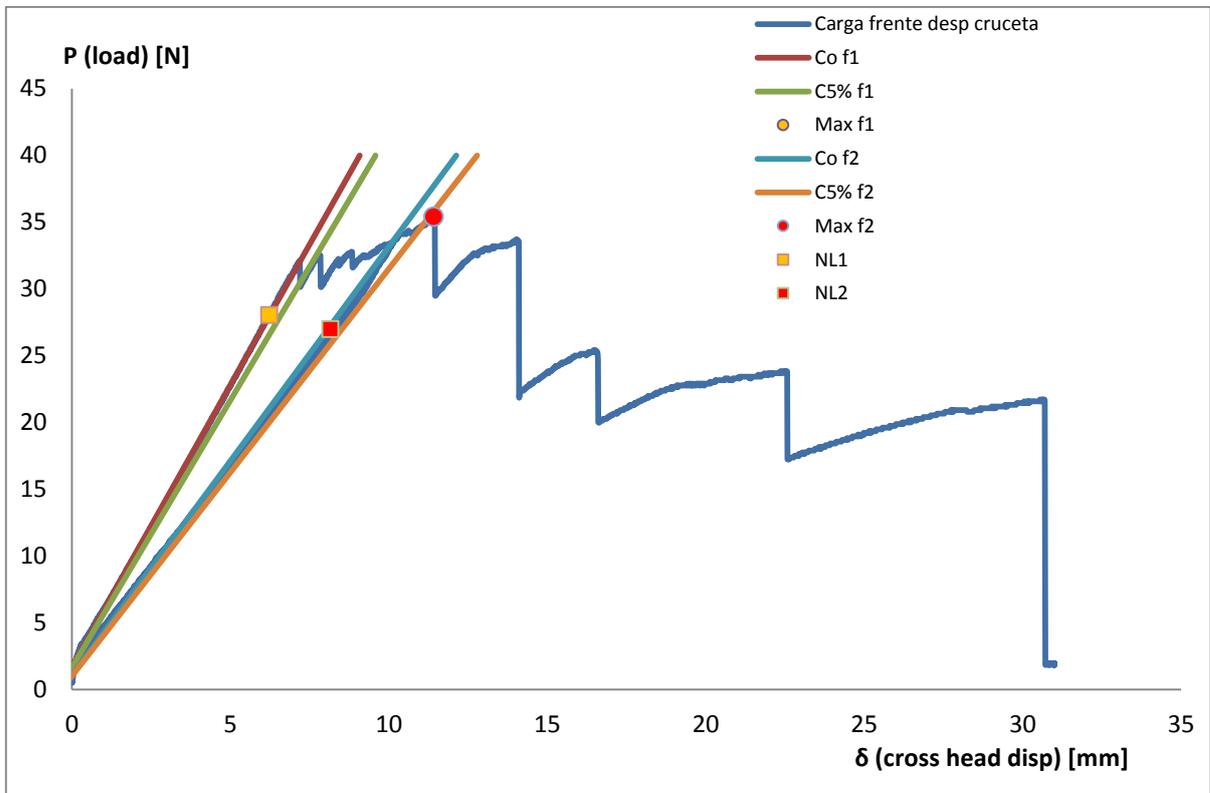
| | |
|--------------------------|---------------------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 362 (J / m ²) |
| Media G1c Method B (MCC) | 323 (J / m ²) |

- Espécimen 3:



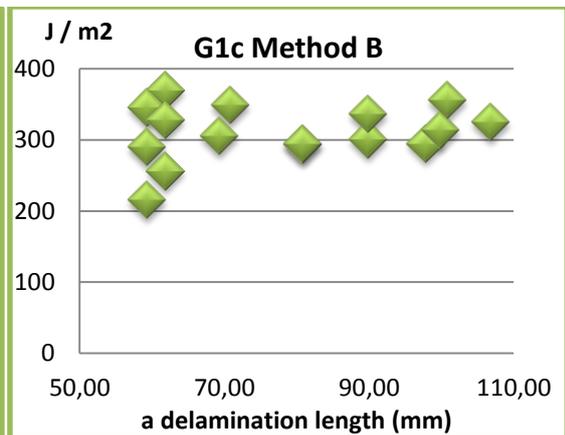
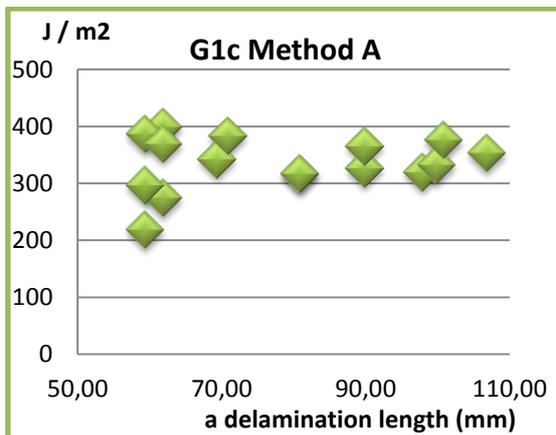
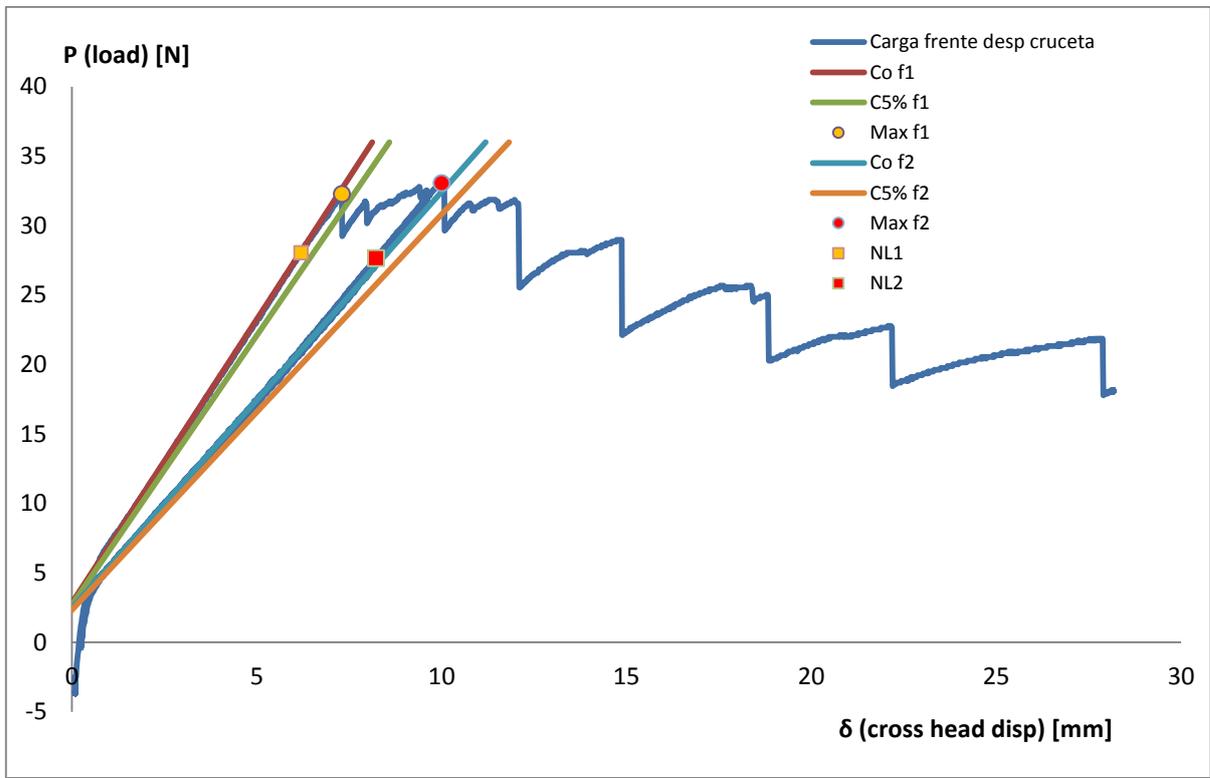
| | |
|--------------------------|---------------------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 355 (J / m ²) |
| Media G1c Method B (MCC) | 493 (J / m ²) |

- Espécimen 4:



| | |
|--------------------------|---------------------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 390 (J / m ²) |
| Media G1c Method B (MCC) | 348 (J / m ²) |

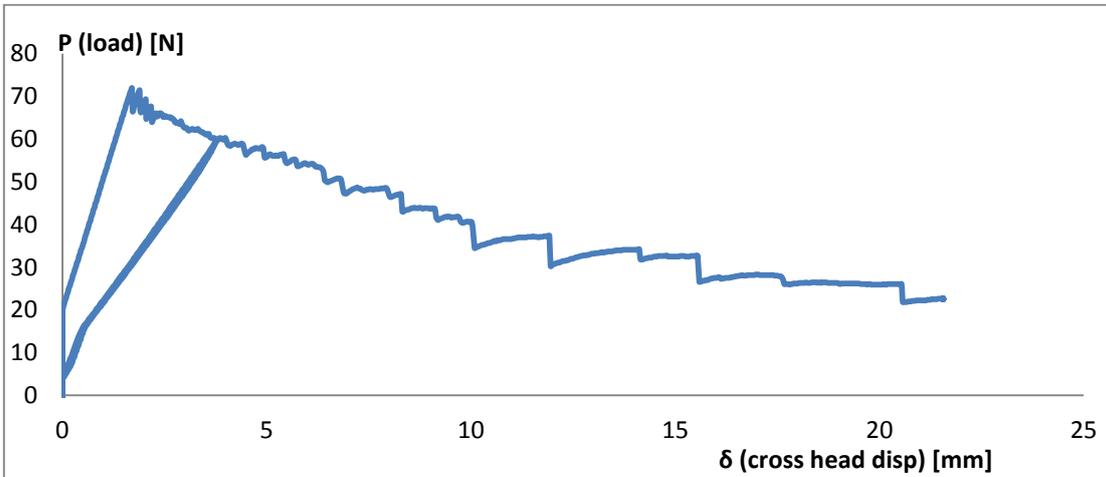
- Espécimen 5:



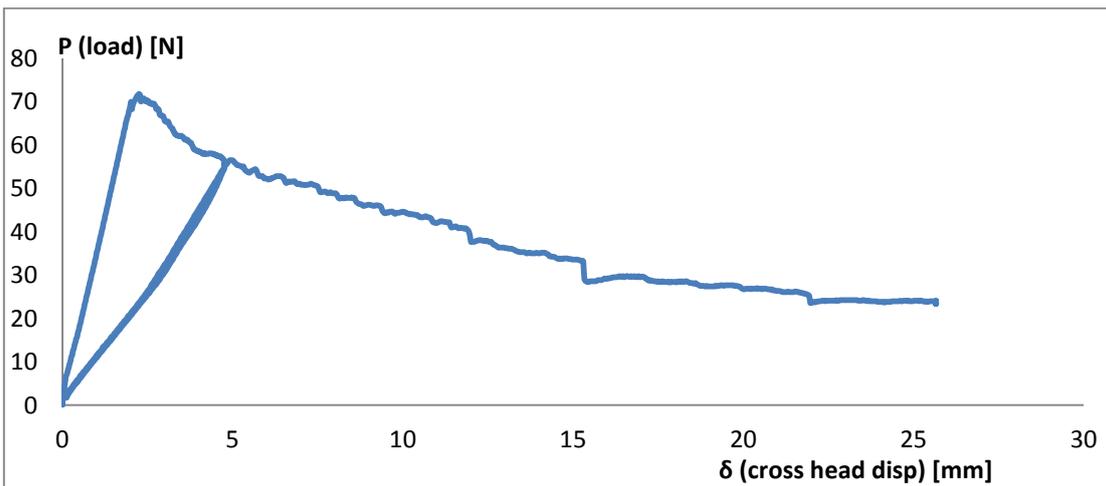
| | |
|--------------------------|--------------|
| Media G1c Method A (CBT) | 336 (J / m2) |
| Media G1c Method B (MCC) | 311 (J / m2) |

- **TFI-P4-AITM-T-55:**

- Espécimen 1: $G_{Ic} = 350 \text{ (J / m}^2\text{)}$



- Espécimen 4: $G_{Ic} = 370 \text{ (J / m}^2\text{)}$



- Espécimen 5: $G_{Ic} = 386 \text{ (J / m}^2\text{)}$

