



Universidad de Oviedo

Programa de Doctorado en Diseño,
Construcción y Fabricación en Ingeniería

Tesis doctoral:

**Influencia del tipo de matriz y de la
temperatura en el fenómeno de
deslaminación a fractura, en materiales
compuestos, sometidos a sollicitación
estática y dinámica en modo I**

Autor/a: Patricia Coronado Sáez

Julio 2014



Universidad de Oviedo

Programa de Doctorado en Diseño,
Construcción y Fabricación en Ingeniería

Tesis doctoral:

**Influencia del tipo de matriz y de la
temperatura en el fenómeno de
deslaminación a fractura, en materiales
compuestos, sometidos a sollicitación
estática y dinámica en modo I**

Autor/a: Patricia Coronado Sáez

Directores: Antonio Argüelles Amado

Jaime Viña Olay

Junio 2014

*Dedicado a
mi familia*

Agradecimientos

La presente Tesis es un esfuerzo en el cual, directa o indirectamente, participaron varias personas leyendo, opinando, corrigiendo, teniendo paciencia, dándome ánimo y acompañándome en los momentos de crisis y en los momentos de felicidad.

Debo agradecer de manera especial y sincera a mis directores D. Antonio Argüelles Amado y D. Jaime A. Viña Olay por aceptarme para realizar esta tesis doctoral bajo su dirección. Su apoyo y confianza en mi trabajo y su capacidad para guiar mis ideas ha sido un aporte invaluable, no solamente en el desarrollo de esta tesis, sino también en mi formación como investigador. Este trabajo no se puede concebir sin la participación y supervisión de ambos.

Gracias también a los compañeros que me apoyaron y me permitieron entrar en su vida durante estos casi seis años de convivir dentro y fuera de esta Escuela. Gracias por ayudarme, aconsejarme y guiarme cuando era necesario. También quiero dar las gracias a mis amigos que han compartido conmigo los “ires y venires” en el plano personal durante esta larga estancia en Asturias, mi pequeña familia.

De manera especial, quiero agradecer el apoyo incondicional de mi familia: mi madre Clara, mi padre Dante y mis hermanos Lorena y César. A pesar de la distancia siempre los he sentido cerca, me ayudaron a dar mis primeros pasos y me han dado la mano durante todo el camino, no me cabe duda alguna de que nunca podría haber realizado este trabajo si ni hubiera sido gracias a ellos.

Gracias a todos.

“Nada se puede hacer en soledad” Pablo Picasso.

Resumen

El principal objetivo de esta tesis es analizar la influencia de la temperatura y del tipo de matriz en dos materiales compuestos de calidad aeronáutica en uno de los modos de daño con más influencia en la pérdida de propiedades mecánicas en este tipo de materiales, y que es la presencia de grietas interlaminares susceptibles de generar fenómenos de deslaminación tanto sollicitación estática como dinámica. Para ello se ha realizado un análisis experimental donde probetas normalizadas de ambos materiales (tipo DCB) han sido sometidas al proceso de deslaminación en modo I de fractura bajo cargas estáticas y dinámicas. Ambos tipos de ensayo se realizaron empleando diferentes temperaturas en función de las posibles condiciones de servicio del material: 20, 50, 90°C (temperaturas que puede alcanzar la aeronave estacionada) 0, -30 y -60°C (temperaturas de la aeronave en vuelo).

Los composites analizados están formados por el mismo refuerzo unidireccional de fibra de carbono (tipo AS4) y diferentes tipos de matriz: uno con matriz de resina epoxi tipo 3501-6 y el otro con matriz de resina epoxi tipo 8552, modificada para aumentar su tenacidad. Ambos laminados (AS4/3501-6 y AS4/8552) poseen la misma configuración de laminado, $[0^\circ]_{16/s}$, con un inserto en el plano medio como iniciador artificial de la deslaminación.

Bajo modo I y sollicitación estática se obtuvieron las tasas de relajación de energía necesarias para iniciar la deslaminación (G_{IC}) y la tenacidad durante la propagación de la grieta (G_I^{prop}). Para ambas etapas de ensayo y para todo el rango de temperatura analizado, el material de matriz 8552 presentó valores de tenacidad superiores a los alcanzados por el material AS4/3501-6, ofreciendo por lo tanto un mejor comportamiento mecánico frente a deslaminación en modo I de fractura, obteniendo en general valores de tenacidad más elevados con el incremento de la temperatura de ensayo. Se comprobó, para ambos materiales, que la temperatura tiene una influencia significativa en su comportamiento a

fractura, si bien esta fue más notable en los ensayos realizados para el material AS4/3501-6.

De los resultados obtenidos en la experimentación realizada bajo cargas cíclicas se observó un comportamiento similar al obtenido en los ensayos previos, estáticos, donde el material AS4/8552 ofrecía una mayor resistencia a la deslaminación tanto en la iniciación de la deslaminación como durante la propagación de la grieta a fatiga para todo el rango de temperatura considerado. También se observó una mayor resistencia a la deslaminación con el aumento de la temperatura de ensayo dado que ambos materiales presentaron un comportamiento más dúctil de la matriz de la que tienen a temperatura ambiente. Para el material de matriz 8552 fue necesario aplicar un mayor número de ciclos de sollicitación para iniciar la deslaminación (N_a) y su resistencia a la deslaminación ($G_{I_{max}}$) fue más elevada para todas las temperaturas de ensayo. Un comportamiento similar se obtuvo durante la propagación de la deslaminación a fatiga, donde el material de matriz 3501-6 ofreció, durante esta etapa de ensayo, valores de tenacidad inferiores y velocidades de propagación de grieta superiores para todo el rango de temperaturas analizado. Cabe destacar, que durante los ensayos realizados a fatiga la influencia de la temperatura es más importante debido a la mayor duración de los ensayos y por tanto el mayor tiempo de exposición al efecto térmico.

Para analizar en detalle el fenómeno de deslaminación bajo modo I de fractura se realizó un análisis fractográfico (SEM) de las superficies de fractura de las probetas ensayadas previamente con el fin de correlacionar los micro-mecanismos de fractura observados con los resultados obtenidos en el análisis experimental. Los resultados obtenidos en este análisis microscópico muestran una buena concordancia con los resultados obtenidos durante el procedimiento experimental.

Abstract

The main objective of this thesis is to analyze the influence of the temperature and the type of matrix in two aircraft quality composites in one of the damage modes with more influence on the loss of mechanical properties, in such materials, and that is the presence of interlaminar cracks which generate delamination phenomena both static solicitation as dynamic. For this, it has conducted an experimental analysis where, specimens standard of both materials (type DCB) have been subjected to the process of delamination in mode I fracture under static and dynamic loads. Both types of test were performed using different temperatures depending on the possible conditions of service of the material: 20, 50, 90°C (different estimated temperatures of the aircraft parked) 0, -30 and -60°C (different estimated in-flight temperatures aircraft).

The analyzed composites are formed by the same carbon fiber unidirectional reinforcement (type AS4) and different types of matrix: one with epoxy resin matrix type 3501-6 and the other with epoxy resin matrix type 8552, modified to increase its toughness. Both laminates (AS4/3501-6 and AS4/8552) have the same laminate configuration, $[0^\circ]_{16/s}$, with an insert in the midplane as artificial initiator of the delamination.

The interlaminar fracture toughness at crack onset (G_{IC}) and the toughness during crack propagation (G_I^{prop}) were obtained under mode I and static solicitation. For both stages of test and for all the analyzed temperature range, the matrix 8552 material presented higher toughness values to those obtained by AS4/3501-6 material offering therefore, a better mechanical behavior against delamination under mode I fracture, generally obtaining higher toughness values with increasing test temperature. For both materials, was found that temperature has a significant influence on fracture behavior, although this was most noticeable in tests made for AS4/3501-6 material.

Of the results of the experimentation conducted under cyclic loading it was observed a similar behavior to that obtained in previous static tests, where AS4/8552 material offered a greater resistance to the delamination in the onset of delamination and during the propagation of the crack to fatigue for the wide temperature range considered. Also a greater resistance to delamination with the increase of the test temperature was observed since both materials presented more ductile matrix behavior than at room temperature. For the 8552 matrix material it is necessary to apply a greater number of cycles of load to start the delamination (N_a) and its resistance to delamination ($G_{I_{max}}$) is higher for all test temperatures. A similar behavior was obtained during the fatigue propagation of the delamination, where the matrix 3501-6 material offered, during this stage test, lower toughness values and higher velocities of crack propagation for all the temperature analyzed. It should be noted, that during the fatigue tests carried out, the temperature influence is more important due to the longest duration of test and therefore the longer exposure to the thermal effect.

To analyze in detail the phenomenon of delamination under mode I fracture, a fractographic analysis (SEM) of the fracture surfaces of the specimens previously tested was performed in order to correlate the fracture micromechanisms observed with the results of experimental analysis. The results obtained in this microscopic analysis show a good consistency with the results obtained during the experimental procedure.

Índice general

Agradecimientos	III
Resumen	V
Abstract	VII
1. <i>Introducción</i>	1
1.1. Antecedentes	1
1.1.1. Reseña histórica. Aplicaciones.	4
1.1.2. Mecanismos de daño en materiales compuestos reforzados con fibras. Fallo por deslaminación.	10
1.1.3. Principios de la mecánica de la fractura elástica lineal. . .	15
1.2. Planteamientos y objetivos	20
1.3. Estructura del trabajo	21
2. <i>Estado del arte</i>	23
2.1. Introducción	23
2.2. Particularidades del ensayo de tenacidad a la fractura interlami- nar en modo I	24
2.2.1. Geometría y análisis de las probetas tipo DCB.	24
2.2.2. Influencia de la orientación y volumen de las fibras.	35
2.2.3. Influencia de las propiedades de la matriz en el laminado.	41
2.2.4. Parámetros experimentales	45
2.3. Influencia de las condiciones ambientales	56
3. <i>Descripción de los materiales empleados</i>	69
3.1. Descripción	69
3.2. Material AS4/3501-6	72
3.3. Material AS4/8552	74

4. Descripción de los ensayos	77
4.1. Geometría de las probetas	77
4.2. Procedimiento de ensayo general	79
4.2.1. Acondicionamiento de las probetas	79
4.2.2. Equipo empleado	80
4.3. Ensayo en Modo I estático	86
4.3.1. Introducción	86
4.3.2. Procedimiento experimental	90
4.3.3. Cálculo de resultados	92
4.4. Ensayo en Modo I dinámico	96
4.4.1. Introducción	96
4.4.2. Procedimiento experimental	98
4.4.3. Cálculo de resultados	106
5. Resultados experimentales de los ensayos estáticos	109
5.1. Introducción	109
5.2. Modo I estático	109
5.2.1. Proceso de carga inicial. Particularidades.	110
5.2.2. Evolución de la tenacidad a fractura con la longitud de la deslaminación.	117
5.2.3. Curvas de resistencia (R-curves)	120
6. Resultados experimentales de los ensayos a fatiga	125
6.1. Introducción	125
6.1.1. Iniciación de la deslaminación	125
6.1.2. Propagación de la grieta	134
7. Análisis fractográfico	155
7.1. Introducción	155
7.2. Modo I estático	158
7.2.1. Iniciación de la deslaminación bajo sollicitación estática	158
7.2.2. Estudio de la zona de propagación de la deslaminación bajo sollicitación estática	163
7.3. Modo I dinámico	176
7.3.1. Iniciación dinámica de la deslaminación	176
7.3.2. Propagación dinámica de la deslaminación	180

8. Conclusiones	193
8.1. Respecto al comportamiento de ambos materiales bajo solici- ción estática	193
8.2. Respecto al comportamiento a fatiga	194
8.3. Respecto al análisis fractográfico	195
Conclusions	197
8.4. Regarding the behavior of both materials under static solici- tation	197
8.5. Regarding the fatigue behavior	198
8.6. Regarding the fractographic analysis	199
Experiencia Investigadora	201
Bibliografía	205

Índice de figuras

1.1. Comparación de las características de diferentes tipos de fibras [2].	2
1.2. Tipos de compuestos basados en la geometría del refuerzo: materiales compuestos reforzados con partículas (PC, <i>Particulate Composites</i>), con escamas (F-RC, <i>Flake Reinforced Composites</i>) o con fibras (FRC, <i>Fiber Reinforced Composites</i>) [4].	3
1.3. Comparación de resistencias entre materiales compuestos y algunos metales estructurales (http://fog.ccsf.cc.ca.us).	6
1.4. Ejemplos de elementos fabricados con materiales compuestos en diferentes industrias.	7
1.5. Uso aproximado de materiales compuestos a base de polímeros (www.socplas.org [4]).	8
1.6. Evolución del uso de materiales compuestos en aeronaves civiles de Airbus y Boeing (www.madridmasd.org).	9
1.7. Distribución de material en peso en la aeronave Airbus A350 XWB (www.airbus.com).	10
1.8. Jerarquía de procedimiento de análisis basado en los micromecanismos de estructuras de composites (www.wikipedia.org).	11
1.9. Ejemplos de deslaminación en aeronave A310 (Airbus).	12
1.10. Posibles fuentes de iniciación de la deslaminación [8].	13
1.11. Principales modos de carga: Modo I, Modo II y Modo III.	14
1.12. Curva de resistencia, curva R [13].	17
1.13. Tensiones que actúan en un elemento cercano a la punta de una grieta de un material elástico [12].	18
1.14. Ilustración esquemática del campo de tensiones locales en el frente de grieta (adaptado de [15]).	19
2.1. Geometría de la probeta DCB [17]	25
2.2. Valores de G_{IC}^{inic} obtenidos por los dos procedimientos de iniciación de grieta para las diferentes orientaciones de fibras [46].	29

2.3.	Valores medios de G_{IC}^{inic} del material de espesor $[0^\circ]_{24}$ para diferentes longitudes de a_0 [48].	31
2.4.	Vista en sección del sistema de Brandt: a) cuadro de cierre y b) cuadro montado en una probeta [51].	32
2.5.	Sistemas de aplicación de carga diseñados por: a) Brandt [51] y b) Blanco et al. [52].	33
2.6.	Componentes y dimensiones (mm) del sistema de carga SBD diseñado por Renart et al. [55].	34
2.7.	Orientaciones de las fibras en las capas adyacentes al plano medio de las probetas DCB: a) intercara 0/0, b) intercara 0/90 y c) intercara $+\theta/ -\theta$ [59].	35
2.8.	G_{IC} para distintas configuraciones [46].	37
2.9.	Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tasa de relajación de energía (ΔG) para una probeta DCB con distintas orientaciones de fibras [65].	38
2.10.	Variación de G_{IC} para diferentes orientaciones de fibra en la intercara, θ de $\theta/ -\theta$ [59].	39
2.11.	Valores de G_{IC} de dos materiales compuestos con diferentes volúmenes de fibras [70].	40
2.12.	Comparación de las curvas R para diferentes V_f en compuestos tejidos [71].	41
2.13.	Estructura de los materiales estudiados por Hojo et al. [80].	44
2.14.	Tenacidad a la fractura (G_{IC}^{inic}). Modo I y Modo II [83].	45
2.15.	Dispositivo de ensayo empleado por Hojo et al. [89].	49
2.16.	Relación entre la tasa de crecimiento de grieta y los diferentes parámetros analizados por Hojo et al. [89].	49
2.17.	Curvas de fatiga del material ensayado [94].	52
2.18.	Tasa de propagación (da/dN) vs. longitud de la grieta para los coeficientes de asimetría de 0,2 y 0,5 [94].	53
2.19.	Mecanismos de daño en compuestos. a) rotura de fibras, b) pandeo de fibra por esfuerzos de compresión, c) “debonding”, d) agrietamiento de la matriz, e) deslaminación [95].	54
2.20.	Curva G-N para frecuencias de 10Hz y 100Hz [96].	55
2.21.	Tenacidad a la fractura interlaminar en modo I en función de la temperatura de ensayo [101].	57
2.22.	Curvas <i>tensión – deformación</i> para el adhesivo a las distintas temperaturas objeto de estudio [103].	58

2.23. Tasas de crecimiento de grieta a fatiga para los materiales $G-11$ [112] y $SL-EC$ [113].	64
2.24. Curvas de Resistencia para las distintas condiciones de ensayo [117].	66
3.1. Imagen SEM del corte transversal de fibras de carbono (Advanced Composite Manufacturing Centre).	71
3.2. Film desmoldeante (RF-242 Tygavac) en probeta completamente deslaminada.	72
4.1. Probeta DCB con inserto y bloques de carga.	77
4.2. Geometría de la probeta DCB con inserto y bisagras pegadas para aplicar la carga.	78
4.3. Marcas de graduación en una de las probetas	80
4.4. Dispositivo de ensayo.	81
4.5. Videocámara y monitor empleados para visualizar el avance de la grieta.	82
4.6. Montaje de agarres mecánicos empleados en el presente trabajo.	83
4.7. Entalla realizada en una de las probetas.	83
4.8. Probeta con agarres mecánicos.	83
4.9. Disco de corte y probeta con entalla	84
4.10. Agarres mecánicos diseñados durante un ensayo MMELS [52]	84
4.11. Probeta preparada para realizar uno de los ensayos a temperatura ambiente.	85
4.12. Curva de resistencia a la deslaminación (R Curve) obtenida de un ensayo DCB [17].	87
4.13. Criterios de iniciación de grieta.	88
4.14. Dibujo esquemático de la formación de una bolsa de resina en el frente de grieta [124].	89
4.15. Cálculo de Δ	93
4.16. Esquema de la probeta DCB.	94
4.17. Cálculo del parámetro n	95
4.18. Cálculo del parámetro A_1	96
4.19. Curva $G_{I_{max}}$ -N típica.	97
4.20. Curva típica de fatiga que representa el desplazamiento del actuador del equipo de ensayo frente al tiempo.	100
4.21. Lectura del extensómetro en función del avance de la deslaminación obtenida en los ensayos estáticos del material AS4/3501-6 a 20, 50 y 90°C.	101

4.22. Lecturas del extensómetro en función del avance de la deslaminación obtenida en los ensayos estáticos del material AS4/3501-6 a 0, -30 y -60°C.	101
4.23. Lectura del extensómetro en función del avance de la deslaminación obtenida en los ensayos estáticos del material AS4/8552 a 20, 50 y 90°C.	102
4.24. Lectura del extensómetro en función del avance de la deslaminación obtenida en los ensayos estáticos del material AS4/8552 a 0, -30 y -60°C.	102
4.25. Líneas de propagación de la deslaminación por fatiga.	106
4.26. Relación entre la velocidad de crecimiento de la grieta y la energía aplicada [92].	108
5.1. Curva carga-desplazamiento de una probeta del material AS4/3501-6 ensayada a 50°C.	111
5.2. Curvas carga-desplazamiento del compuesto AS4/3501-6.	113
5.3. Curvas carga-desplazamiento del compuesto AS4/8552.	113
5.4. Valores de G_{IC}^{inic} durante la iniciación de la grieta para los dos tipos de compuestos a las distintas temperaturas de ensayo (MBT).	116
5.5. Valores de tenacidad (G_{IC}^{prop}) en función del avance de la deslaminación de las probetas más representativas del material AS4/3501-6.	118
5.6. Valores de tenacidad (G_{IC}^{prop}) en función del avance de la deslaminación de las probetas más representativas del material AS4/8552.	118
5.7. Puentes de fibra durante un ensayo para el material AS4/3501-6.	119
5.8. Curvas de resistencia del material AS4/3501-6 para todas las temperaturas objeto de estudio.	120
5.9. Curvas de resistencia del material AS4/8552 para todas las temperaturas objeto de estudio.	121
5.10. Curvas de resistencia a temperatura criogénica (-196°C) [134].	123
6.1. Número de ciclos necesarios para iniciar la deslaminación (N_a) en función de la tenacidad máxima obtenida, para distintos niveles de sollicitación, para el material AS4/3501-6 a 20, 50 y 90°C.	127
6.2. Número de ciclos necesarios para iniciar la deslaminación (N_a) en función de la tenacidad máxima obtenida, para distintos niveles de sollicitación, para el material AS4/8552 a 20, 50 y 90°C.	127

6.3. Número de ciclos necesarios para iniciar la deslaminación (N_a) en función de la tenacidad máxima obtenida, para distintos niveles de sollicitación, para el material AS4/3501-6 a 20, 0, -30 y -60°C. 129

6.4. Número de ciclos necesarios para iniciar la deslaminación (N_a) en función de la tenacidad máxima obtenida, para distintos niveles de sollicitación, para el material AS4/8552 a 20, 0, -30 y -60°C. . 129

6.5. Curvas de fatiga del material AS4/3501-6 a 20°C. 132

6.6. Curvas de fatiga del material AS4/3501-6 a 50°C. 132

6.7. Curvas de fatiga del material AS4/3501-6 a 90°C. 132

6.8. Curvas de fatiga del material AS4/3501-6 a 20, 50 y 90°C. 132

6.9. Curvas de fatiga del material AS4/8552 a 20°C. 133

6.10. Curvas de fatiga del material AS4/8552 a 50°C. 133

6.11. Curvas de fatiga del material AS4/8552 a 90°C. 133

6.12. Curvas de fatiga del material AS4/8552 a 20, 50 y 90°C. 133

6.13. Tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) en función del avance de grieta (Δa), para el material AS4/3501-6 a 20, 50 y 90°C. 135

6.14. Tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) en función del avance de grieta (Δa), para el material AS4/8552 a 20, 50 y 90°C. 136

6.15. Tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/3501-6 en los ensayos realizados a 20, 0, -30 y -60°C. 137

6.16. Tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/8552 en los ensayos realizados a 20, 0, -30 y -60°C. 138

6.17. Número de ciclos necesarios (N° ciclos) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/3501-6 en los ensayos realizados a 20, 50 y 90°C. 140

6.18. Número de ciclos necesarios (N° ciclos) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/8552 en los ensayos realizados a 20, 50 y 90°C. 140

6.19. Número de ciclos necesarios (N° ciclos) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/3501-6 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C. 141

6.20. Número de ciclos necesarios (N° ciclos) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/8552 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C. 142

6.21. Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función del avance de la deslaminación (Δa) obtenidos para el material AS4/3501-6 ensayado a 20, 50 y 90°C.	143
6.22. Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función del avance de la deslaminación (Δa) obtenidos para el material AS4/8552 ensayado a 20, 50 y 90°C.	144
6.23. Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función del avance de la grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/3501-6 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C.	145
6.24. Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función del avance de la grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/8552 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C.	146
6.25. Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) obtenidos para el material AS4/3501-6 ensayado a 20, 50 y 90°C.	148
6.26. Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) obtenidos para el material AS4/8552 ensayado a 20, 50 y 90°C.	148
6.27. Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) para el material AS4/3501-6 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C.	150
6.28. Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) para el material AS4/8552 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C.	150
7.1. Zonas de observación SEM	156
7.2. Clases de modo de fallo en laminados poliméricos [141].	156
7.3. Dibujo esquemático de las posibles mecanismos de absorción de energía durante el crecimiento de grieta interlaminar en un compuesto de refuerzo unidireccional [142].	157
7.4. Superficies de fractura del material AS4/3501-6 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona iniciación).	159
7.5. Superficies de fractura del material AS4/8552 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona iniciación).	160

7.6. Superficies de fractura del material AS4/3501-6 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona iniciación).	161
7.7. Superficies de fractura del material AS4/8552 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona iniciación).	162
7.8. Superficies de fractura del material AS4/3501-6 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona propagación).	164
7.9. Dibujo esquemático de la dirección de deformación de la matriz en el entorno de la fibra.	165
7.10. Rotura de fibras por formación de puentes de fibra. Material AS4/8552 ensayado a 90°C, x850.	166
7.11. “Hackle markings” en material AS4/3501-6 ensayado a 90°C estáticamente (zona propagación).	167
7.12. Superficies de fractura del material AS4/8552 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona propagación).	168
7.13. Superficies de fractura bajo sollicitación estática en modo I (zona propagación).	170
7.14. Superficies de fractura del material AS4/3501-6 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona propagación).	172
7.15. Superficies de fractura del material AS4/8552 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona propagación).	173
7.16. Superficies de fractura del material bajo sollicitación estática en modo I ensayado a bajas temperaturas (zona propagación).	174
7.17. Superficies de fractura del material AS4/3501-6 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona iniciación).177	
7.18. Superficies de fractura del material AS4/8552 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona iniciación).178	
7.19. Superficies de fractura del material AS4/3501-6 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona iniciación).179	
7.20. Superficies de fractura del material AS4/8552 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona iniciación).180	
7.21. Superficies de fractura del material AS4/3501-6 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona propagación).181	

7.22. Textura de la matriz del material AS4/3501-6 deformada en forma de parábola ensayado a fatiga a 90°C (x500).	182
7.23. Superficies de fractura del material AS4/8552 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona propagación).183	
7.24. Superficies de fractura bajo sollicitación dinámica en modo I (zona propagación).	185
7.25. Textura de la matriz deformada en torno a la fibra del material AS4/3501-6 ensayado a fatiga a 50°C.	186
7.26. Detalle de marcas “hackle” y deformación en forma de parábola en el material AS4/3501-6 ensayado a 50°C bajo cargas cíclicas .	187
7.27. Marcas de fatiga del material AS4/3501- ensayado a 90°C. . . .	187
7.28. Marcas de fatiga del material AS4/3501- ensayado a 90°C. . . .	188
7.29. Superficies de fractura del material AS4/3501-6 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona propagación).	189
7.30. Superficies de fractura del material AS4/8552 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona propagación).	190
7.31. Bolas resina (zona propagación).	191

Índice de tablas

1.1. Materias primas que puede componer un material compuesto [1].	1
1.2. Matrices habituales de un material compuesto [1].	2
1.3. Clasificación de los materiales compuestos [5].	5
2.1. Valores de G_{IC} con y sin preagrietamiento [32].	27
2.2. Valores de iniciación [45].	28
2.3. Valores medios de G_{IC}^{inic} del material de espesor $[0^\circ]_{24}$ para diferentes a_0 [49].	31
2.4. Valores de propagación (máximo)[45].	36
2.5. Propiedades mecánicas de las mezclas viniléster/ABS [79].	43
2.6. Resultados de G_{th} y parámetros de la ley de Paris (Q y m) obtenidos por los diferentes métodos de seguimiento de grieta [97].	56
2.7. Resultados de los ensayos estáticos a deslaminación interlaminar [104].	59
2.8. Constantes de la vida a fatiga (ley de Paris modificada) y valores de G_{th} [104].	59
2.9. Resultados de los ensayos basados en las medidas de carga y desplazamiento, para las probetas secas y húmedas ensayadas en modo I, ensayo DCB [105].	60
2.10. Resultados de los ensayos basados en las medidas de carga, para las probetas secas y húmedas ensayadas en modo I, ensayo DCB [105].	60
2.11. Tenacidad a la fractura interlaminar en función de la temperatura y espesor del material IM7/977-2 [107].	61
2.12. Valores de G_{IC} durante la iniciación y propagación de la deslaminación [108].	61
2.13. Efecto de la temperatura criogénica en la tenacidad [109].	62
2.14. Tenacidad a la fractura del $SL - EC$ (Sumikawa et al.[110])	63

3.1. Propiedades de la fibra de carbono AS4.	70
3.2. Propiedades de la resina pura 3501-6.	73
3.3. Propiedades mecánicas del laminado AS4/3506-1.	73
3.4. Propiedades mecánicas de la resina pura 8552.	74
3.5. Propiedades mecánicas del laminado AS4/8552.	75
4.1. Valores de $ \Delta _{av}$ obtenidos en los ensayos estáticos.	99
4.2. Datos de programación para ensayos a fatiga a 50°C al 90 % para el material a AS4/8552.	104
5.1. Valores de G_{IC} en el punto de iniciación calculados por los distintos métodos para una probeta del material AS4/3501-6 ensayada a 50°C.	112
5.2. Valores medios de G_{IC}^{inic} obtenidos en los ensayos estáticos realizados para el material AS4/3501-6.	115
5.3. Valores medios de G_{IC}^{inic} obtenidos en los ensayos estáticos realizados para el material AS4/8552.	115
5.4. Variación de los valores de G_{IC}^{prop} y G_{IC}^{inic} para el material AS4/3501-6.	122
5.5. Variación de los valores de G_{IC}^{prop} y G_{IC}^{inic} para el material AS4/8552.	123
6.1. Constantes de la vida a fatiga para el Material AS4/3501-6.	151
6.2. Constantes de la vida a fatiga para el Material AS4/8552.	151
6.3. Variación de G_{th} y G_{IC} para el material AS4/3501-6.	152
6.4. Variación de G_{th} y G_{IC} para el material AS4/8552.	152

Capítulo 1

Introducción

1.1. Antecedentes

En términos generales, un material compuesto (también conocido como composite) es aquel que está constituido por dos, o más, componentes formando uno solo y cuyas propiedades son superiores a las que tiene cada uno por separado, permaneciendo perfectamente identificables en la masa del elemento. Los principales constituyentes que forman parte de un material compuesto son la fibra y la matriz, pero existen otros tipos de componentes como cargas y aditivos que dotan a estos materiales de características peculiares para cada tipo de fabricación y aplicación. En la tabla 1.1 se presentan las principales materias primas que pueden formar parte de un material compuesto [1].

FIBRAS	Fibras cerámicas (Carburo de silicio, Alúmina) Fibras metálicas Fibras inorgánicas (Carbono, Vidrio, Boro) Fibras orgánicas (Cemento, Geopolímeros, Yeso)
MATRICES	Matrices inorgánicas (Epoxi, Viniléster, Poliéster, Fenólica, Cianoesteres, Bismaleimidias, Poliimidias, Polieteramida) Matrices termoplásticas (Copolímeros de estireno, Polipropileno, Policarbonato, Acetato, Tereftalato de butileno, Poliamida, Poliéter-éter-cetona, Poliéter-cetone-cetona, Polimidaimida, Poliarileno-sulfuro)
NÚCLEOS	Nidos de abeja (Aluminio, Nomex, Polipropileno) Espumas (Poliuretano, Poliestireno, Policloruro de vinilo) Sandwich, Tejido 3D, Madera de balsa
ADHESIVOS	Epoxi, Poliuretano, Acrílicos
RECUBRIMIENTOS	Cerámicos, Fenólicos, Epoxi + Arena, Intumescentes

Tabla 1.1: Materias primas que puede componer un material compuesto [1].

La matriz es el componente que envuelve y liga las fibras repartiendo los

esfuerzos. Las matrices habituales que forman parte de los compuestos se pueden agrupar fundamentalmente en dos tipos: orgánicas o inorgánicas, en la tabla 1.2 se indican los tipos más frecuentes.

INORGÁNICAS	Cementos, Geopolímeros, Yeso, Carámicas de varios tipos, Metálicas	
ORGÁNICAS	TERMOESTABLES	Epoxi, Vinilester, Poliéster, Fenólicas, Furánicas, Cianoésteres, Bismaleimidias, Poliimidias, Polieteramidias, etc.
	TERMOPLÁSTICAS	Policloruro de vinilo (PVC), Copolímeros de estireno (ABS,SAN), Polietileno (PE), Polipropileno(PP), Policarbonato (PC), Polimetacrilato de metilo (PMMA), Acetato poliestireno (PS), Poliosimetileno (POM), Tereftalato de butileno (PBT), Polieteremida (PEI), Tereftalato de polietileno (PET), Poliamida (PA), Poliéter-éter-cetona (PEEK), Poliéter-cetona-cetona (PEKK)

Tabla 1.2: Matrices habituales de un material compuesto [1].

La fibra es el componente de refuerzo del composite. Aporta resistencia mecánica, rigidez y dureza y es determinante en la obtención de las principales propiedades mecánicas. Las características más sobresalientes de las fibras que componen estos materiales son su alta resistencia a la tracción específica y su elevado módulo elástico específico, figura 1.1.

En función del material base a partir del cual se obtienen, las fibras pueden ser: de origen mineral (cerámicas, metálicas y de origen inorgánico) y de origen orgánico (aramida, polietileno).

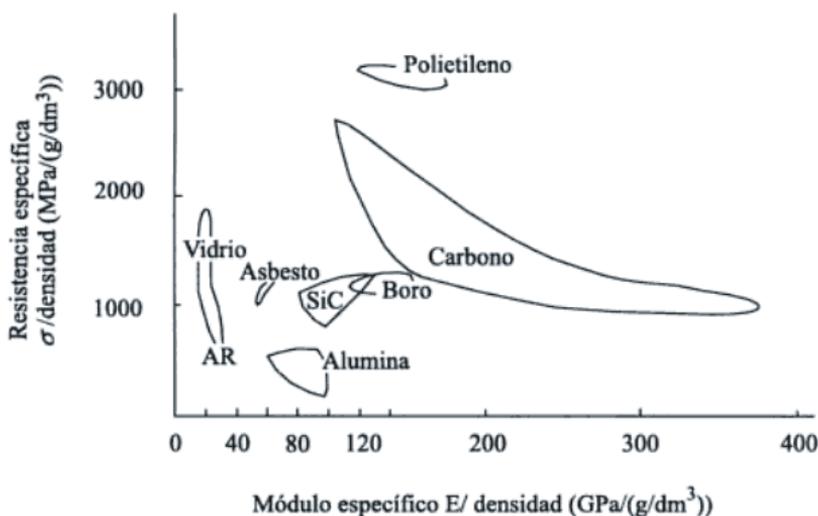


Figura 1.1: Comparación de las características de diferentes tipos de fibras [2].

De las diferentes clasificaciones que se pueden hacer de los materiales compuestos, quizás las más importantes pueden ser:

- en función de la geometría del refuerzo: partículas (se logran propiedades uniformes en toda la masa del compuesto), láminas o fibras (comportamiento en función de la dirección de las cargas respecto a la de las fibras), figura 1.2.
- en función del tipo de matriz: polimérica (resina termoplástica o termoes estable), mineral o metálica [3].

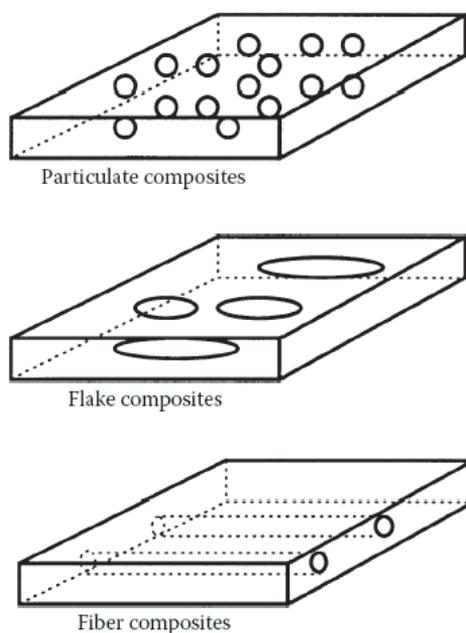


Figura 1.2: Tipos de compuestos basados en la geometría del refuerzo: materiales compuestos reforzados con partículas (PC, *Particulate Composites*), con escamas (F-RC, *Flake Reinforced Composites*) o con fibras (FRC, *Fiber Reinforced Composites*) [4].

Los materiales compuestos reforzados con fibras (FRC) suponen una evolución frente a los materiales tradicionales debido a los beneficios que proporciona su estructura ortótropa. Esta cualidad permite orientar las fibras en las direcciones en las que actúan los esfuerzos dominantes. De esta manera, con los composites no sólo se trabaja sobre la geometría con objeto de dimensionar

una estructura eficiente, sino que también se diseña la propia estructura del material definiendo la orientación de las capas y el espesor de las mismas.

Las fibras pueden estar totalmente alineadas, tener orientación aleatoria en el plano o tener orientación aleatoria en todas las direcciones posibles. Las disposiciones de fibras más utilizadas son: fibras cortas orientadas aleatoriamente (similares propiedades en todos los sentidos) y fibras largas orientadas según algún patrón (tejidos o fibras continuas paralelas).

1.1.1. **Reseña histórica. Aplicaciones.**

Los materiales compuestos no son materiales nuevos, sino que se llevan empleando desde la Antigüedad e incluso hay ejemplos de estos materiales en la naturaleza como son los huesos y la madera, etc.

En la literatura existen diversos ejemplos del uso de composites fabricados por el hombre a lo largo de la historia. El adobe es una pieza para construcción hecha de una masa de barro mezclada con paja, moldeada en forma de ladrillo y secada al sol; con ellos se construyen paredes de variadas edificaciones. La técnica de elaborarlos y su uso están extendidos por todo el mundo, encontrándose en muchas culturas que nunca tuvieron relación. En el Antiguo Egipto (5000 a.C.) se empleó frecuentemente el adobe, elaborado con limo del Nilo, en la construcción de casas, tumbas, fortalezas e incluso palacios. Otro ejemplo de material compuesto comúnmente utilizado es el hormigón armado, cuya invención se atribuye al constructor Willian Wilkinson (Inglaterra) en 1854. En la tabla 1.3 se presenta una amplia clasificación de los materiales compuestos, según D.Hull [5].

	MATERIAL		MATRIZ	FIBRAS
EN LA NATURALEZA	MADERA		RESINAS NATURALES	FIBRAS DE CELULOSA
EN EL CUERPO HUMANO	HUESOS		CEMENTO CÁLCICO	FIBRAS DE COLÁGENO
		ADOBE	BARRO	PAJA
	ANTIGÜEDAD	YESO ARMADO	YESO	CRINES DE CABALLO
		HORMIGÓN ARMADO	HORMIGÓN	ARMADURAS DE ACERO
INVENCIÓN HUMANA PARA LA CONSTRUCCIÓN		AMIANTO CEMENTO	MORTERO CEMENTO	AMIANTO
	MODERNAS	MORTEROS Y HORMIGONES FIBROSOS	MORTERO	ACERO VIDRIO POLIMÉRICAS
			HORMIGÓN	
		YESO ARMADO	MORTERO DE YESO	VIDIRO POLIMÉRICAS
		COMPOSITES	RESINA	VIDRIO CARBONO ARAMIDA POLIMÉRICAS

Tabla 1.3: Clasificación de los materiales compuestos [5].

A pesar de que estos materiales han sido conocidos de diversas formas a lo largo de la historia de la humanidad, la historia de los composites modernos comienza probablemente en 1937 cuando se inició el comercio de fibra de vidrio en Estados Unidos por la empresa *Owens Corning Fiberglass Company*, principalmente para industrias aeronáuticas y la fabricación de componentes eléctricos. Otras industrias como la marina, se adaptaron rápidamente a esta tecnología, el primer barco reforzado con fibra se construyó en el año 1942. Desde la década de 1970, las aplicaciones de estos materiales se han incrementado ampliamente debido al desarrollo de nuevas fibras como la fibra de carbono, boro o aramida y el uso de nuevas matrices, fabricadas a partir de metales y cerámicas [4].

Entre las principales ventajas de estos materiales se pueden citar: bajo peso, alta durabilidad, rigidez y resistencia, adaptación en la fabricación de partes y estructuras, disminución de las operaciones de mantenimiento, se facilita el reciclado, se pueden emplear a temperaturas relativamente altas y mejora las propiedades tribológicas y resistencia a la corrosión.

Con materiales compuestos reforzados con fibras (FRC) se alcanzan resistencias comparables a las obtenidas en metales. Con resinas epoxídicas reforzadas con fibras de grafito las resistencias se pueden comparar con los aceros de mayor resistencia. Si se comparan las relaciones resistencia/peso y rigidez/peso (para

aplicaciones en donde el bajo peso es muy relevante) en compuestos reforzados con fibras se obtienen relaciones muy superiores a los metales estructurales, figura 1.3.

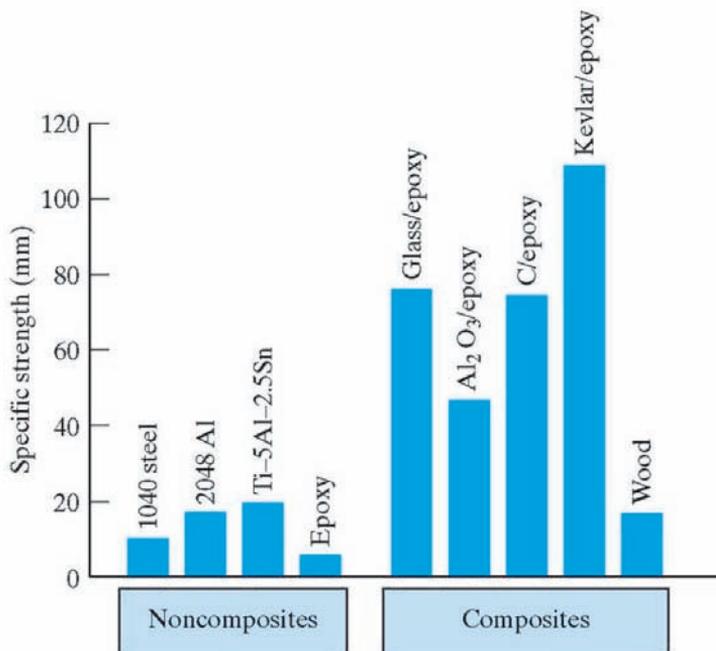


Figura 1.3: Comparación de resistencias entre materiales compuestos y algunos metales estructurales (<http://fog.ccsf.cc.ca.us>).

Estas características son muy importantes en industrias como el transporte ya que, al reducir el peso en la estructura, se incrementa su eficiencia y se obtiene un ahorro de energía. Aunque, gracias a las ventajas que proporcionan este tipo de materiales en comparación con los materiales convencionales, como el acero, se ha desarrollado un amplio abanico de aplicaciones que ofrecen en diferentes industrias: aeronáutica, aeroespacial, transporte terrestre (automóvil turismo, vehículos industriales, autobús y ferrocarril), marina, industria militar (tubos lanza-misiles, placas para blindaje, etc.), energía (turbinas, generadores), construcción e ingeniería civil, industria del petróleo, deportes o electrónica, figura 1.4.



Falcon 9 (SpaceX)



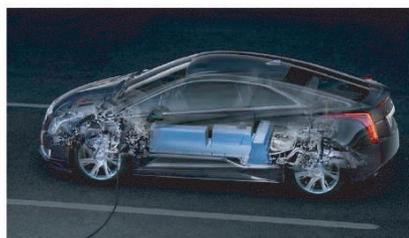
KC 518 (CH Composite Helicopters International)



Molinos eólicos



Buque Esbern Snare



Automovil (Audi MSF)



Material deportivo

Figura 1.4: Ejemplos de elementos fabricados con materiales compuestos en diferentes industrias.

Los materiales compuestos de fibra de carbono/epoxi son los que presentan las mejores propiedades mecánicas con más bajo peso y son, por tanto, habitualmente utilizados en aplicaciones de alta tecnología en general. En la figura 1.5 se presenta un gráfico de uso aproximado de composites a base de polímeros en diferentes sectores industriales.

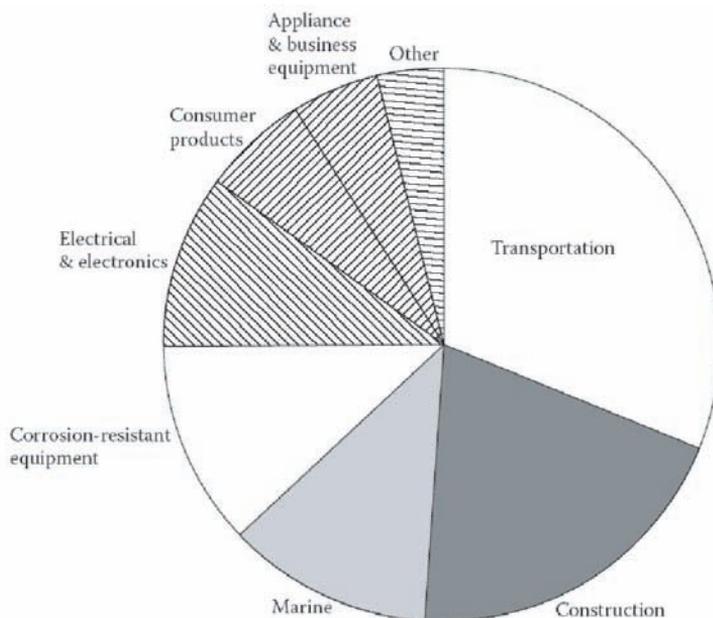


Figura 1.5: Uso aproximado de materiales compuestos a base de polímeros (www.socplas.org [4]).

En los últimos años ha habido un rápido crecimiento de estos materiales, los cuales han ido reemplazando a otros materiales convencionales, en especial a los metales.

La industria aeronáutica es una de las mayores beneficiarias de esta tecnología. Sin embargo, a pesar de su probada eficacia, la introducción de los materiales compuestos en el ámbito aeronáutico tuvo un desarrollo lento por cuestiones de seguridad, debido fundamentalmente a la falta de precedentes y a la incertidumbre sobre su comportamiento a largo plazo bajo condiciones de operación. Los materiales compuestos se introdujeron inicialmente en zonas poco comprometidas de la estructura y posteriormente en estructuras de mayor responsabilidad como estabilizadores de cola, alerones, etc.

Las últimas décadas han sido decisivas para la maduración de la tecnología de los materiales compuestos avanzados. Dos buenos ejemplos de esta afirmación se encuentran en las principales empresas fabricantes de aviones para uso civil en el mundo: los consorcios europeos y americanos Airbus y Boeing, figura 1.6.

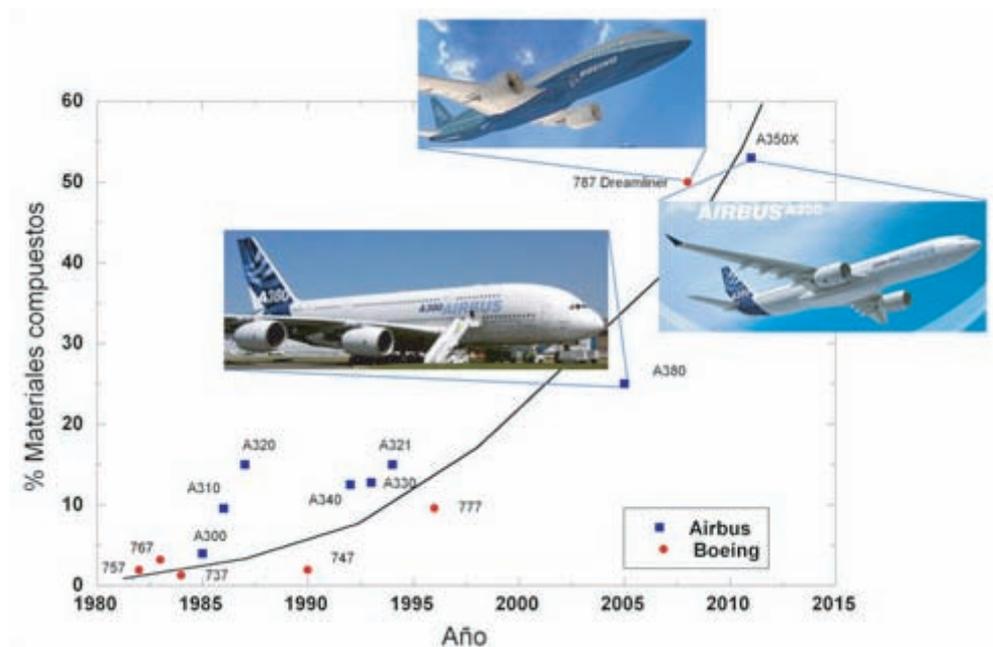


Figura 1.6: Evolución del uso de materiales compuestos en aeronaves civiles de Airbus y Boeing (www.madridmasd.org).

La última aeronave civil de Airbus, el A350, contiene hasta un 53% en peso de materiales compuestos (carbono, vidrio, materiales híbridos metal-compuesto, etc.) utilizados en alas, superficies sustentadoras e incluyendo secciones de fuselaje fabricadas íntegramente con ellos, mediante tecnologías avanzadas y altos rendimientos en la cadencia de producción, figura 1.7. Por su parte, el Boeing 787 Dreamliner reclama el puesto de honor correspondiente a ser el primer avión de ese tamaño con un fuselaje fabricado en materiales compuestos de carbono, con un contenido del 50% de materiales compuestos.

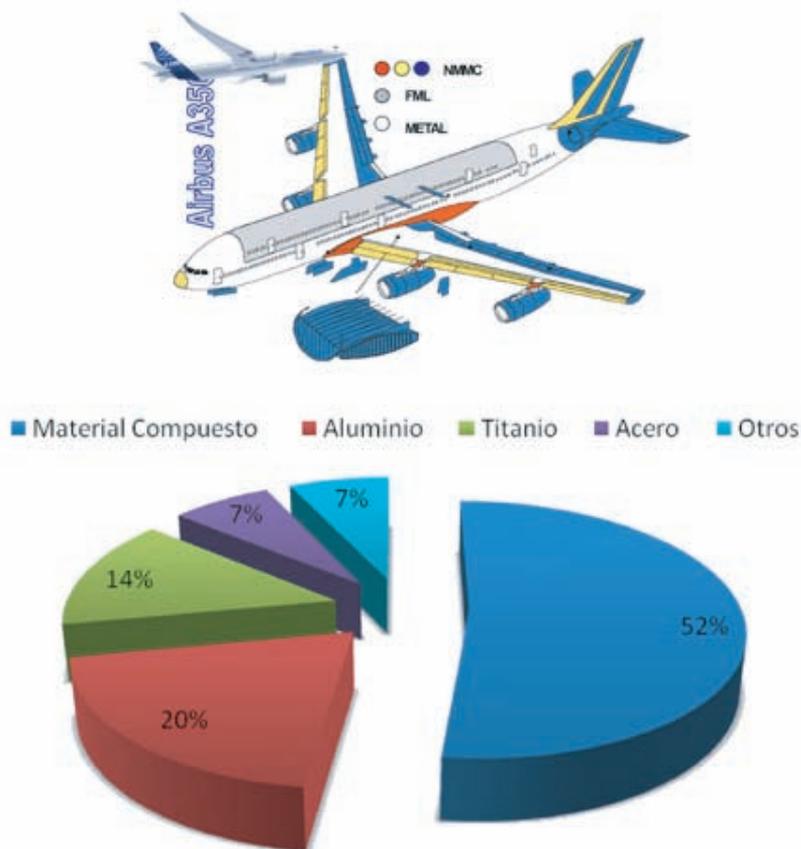


Figura 1.7: Distribución de material en peso en la aeronave Airbus A350 XWB (www.airbus.com).

1.1.2. Mecanismos de daño en materiales compuestos reforzados con fibras. Fallo por deslaminación.

El gran aumento del uso de los materiales compuestos en los últimos años ha dado lugar a la necesidad de un mejor conocimiento de los mecanismos de daño y fallo de este tipo de materiales, ya que a pesar de las ventajas que ofrecen, tiene algunas limitaciones respecto a los materiales convencionales.

Estas limitaciones se basan en el hecho de que los composites estén formados a partir de dos o más componentes, a diferencia de los materiales monolíticos convencionales que se consideran un sistema homogéneo.

Los principales mecanismos de daño de los materiales compuestos reforzados con fibras se dividen, por tanto, en función de la escala a la que se analiza el material:

- Escala *microscópica*: a esta escala los micromecanismos actúan en la fibra (rotura a tracción y pandeo o torsión por compresión), en la matriz (rotura transversal, longitudinal y fallo por agrietamiento angular entre capas “angle-ply cracking” y por degradación de la matriz debido a causas ambientales como la absorción de radiación, temperatura y humedad) y en la intercara fibra/matriz (deslizamiento fibra-matriz, DFM, “debonding”), figura 1.8.
- Escala *macroscópica*: a esta escala las láminas que componen el material compuesto se consideran quasi-homogéneas, los principales macromecanismos son la iniciación y propagación de grietas entre las capas del laminado. La separación a lo largo de la intercara de las capas del material es uno de los principales modos de fallo de los materiales compuestos. Este mecanismo, comunmente conocido como *deslaminación* es el principal mecanismo de daño que se analiza en el presente trabajo, 1.9.

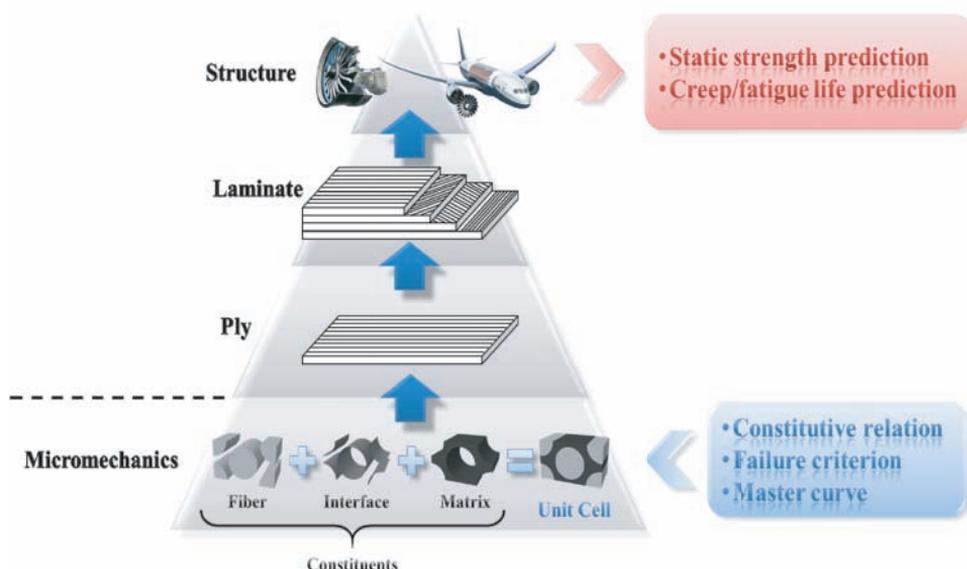


Figura 1.8: Jerarquía de procedimiento de análisis basado en los micromecanismos de estructuras de composites (www.wikipedia.org).



Figura 1.9: Ejemplos de deslaminación en aeronave A310 (Airbus).

Los tipos de daños que se producen, su distribución y sus posibles interacciones dependen de muchos parámetros, como las propiedades del sistema fibra/matriz, el proceso de fabricación (curado y apilamiento del laminado) o las condiciones ambientales.

Aunque es necesario distinguir claramente el estudio del comportamiento de

los compuestos cuando están sometidos a cargas estáticas de cuando lo están a cargas cíclicas, en los dos casos se observan los mismos mecanismos de daño que conducen a la degradación del compuesto [6].

Introducción a la deslaminación

El presente trabajo, centra su atención en el fenómeno de deslaminación o fractura interlaminar, que es uno de los principales mecanismos de fallo en los materiales compuestos reforzados con fibras (FRC). Este tipo de fallo es inducido por tensiones interlaminares y de cortadura que se producen debido a diversos factores como: efectos de bordes libres, discontinuidades estructurales, perturbaciones localizadas durante el proceso de fabricación o en condiciones de trabajo, como impacto por caída de objetos, perforaciones durante el proceso de fabricación, variaciones de la humedad o temperatura y mecanismos de fallo internos como el agrietamiento de la matriz [7]. En la figura 1.10 se presentan algunos de los factores que pueden producir fracturas interlaminares.

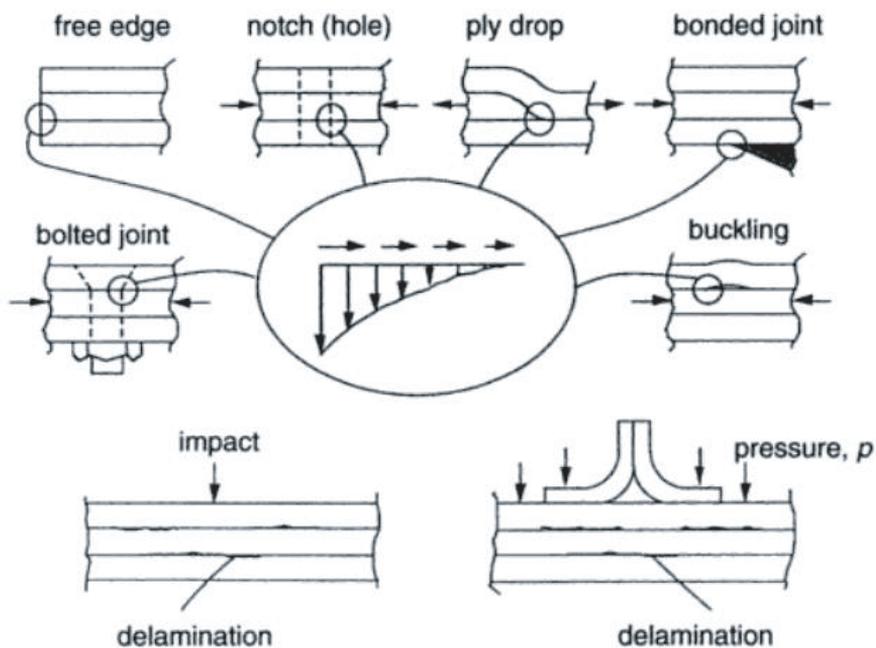


Figura 1.10: Posibles fuentes de iniciación de la deslaminación [8].

Oculto a inspecciones visuales superficiales, la deslaminación aparece frecuentemente entre las capas del compuesto y puede empezar a desarrollarse en respuesta a un apropiado modo de carga, reduciendo drásticamente la rigidez de la estructura y, por lo tanto, su vida útil. Se han desarrollado métodos de ensayo y configuraciones de probetas especiales para la evaluación del comportamiento a fractura de los compuestos reforzados con fibras con un enfoque en la determinación de la tenacidad a la fractura interlaminar (ITF, *Interlaminar Fracture Toughness*). Dependiendo de la carga exterior y los correspondientes movimientos relativos de la superficie de grieta posibles, se pueden distinguir entre tres modos principales de carga que difieren en el movimiento relativo de las superficies de grieta, como se representa en la figura 1.11.

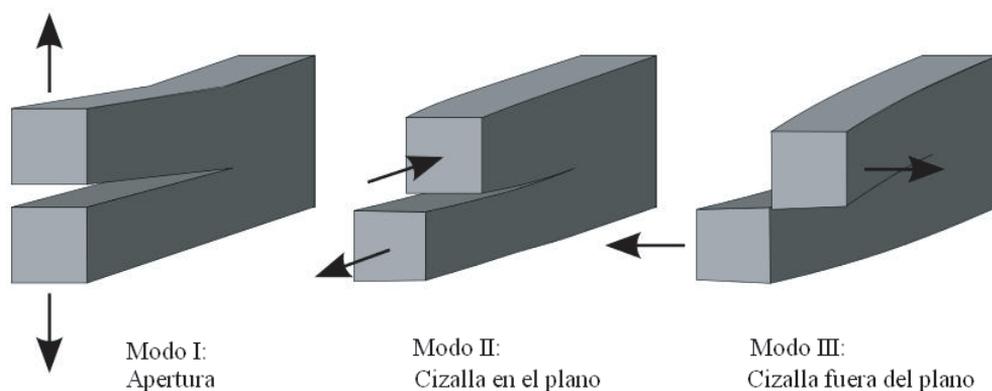


Figura 1.11: Principales modos de carga: Modo I , Modo II y Modo III.

Modo I o modo de apertura, en el cual la grieta se abre debido a la aplicación de tensiones normales al plano de fractura. Modo II o modo deslizante, en el que debido a la aplicación de tensión cortante en el plano de fractura, se producen desplazamientos longitudinales de las superficies en dicho plano, y modo III o modo de rotura transversal, que corresponde al desplazamiento de las superficies de fractura en sentidos opuestos, debido a la aplicación de tensión cortante en planos diferentes al plano de fractura [9].

Los mecanismos de fractura por deslaminación en régimen estático y a fatiga de estos materiales son objeto de amplio estudio en la actualidad ya que, debido a la complejidad que presentan, aún hoy en día estos mecanismos no

están explicados en toda su extensión.

El modo I, modo II y modo mixto I/II de carga son los que tienen la mayor importancia en la práctica. El modo I es el que presenta la condición de carga más crítica y es, por tanto, uno de los que más interés experimental tiene.

El análisis experimental de la deslaminación tanto en régimen estático como a fatiga, tanto a temperatura ambiente como a elevadas y bajas temperaturas, es un campo de estudio fundamental para comprender y predecir este tipo de fallos, así como para el desarrollo de este tipo de materiales y es el marco de estudio en el que se encuadra este trabajo.

1.1.3. Principios de la mecánica de la fractura elástica lineal.

La Mecánica de la Fractura caracteriza la rotura de materiales bajo la influencia de defectos e imperfecciones que existen en todos los componentes reales. Una carga externa puede iniciar una grieta a partir de esos defectos. La primera teoría para explicar la rotura de sólidos fisurados, la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal (MFEL), fue propuesta inicialmente por Griffith en 1920 [10], el cual desarrolló una teoría fundamental para predecir la resistencia a fractura a partir de los trabajos de Inglis sobre el cálculo de las tensiones alrededor de agujeros elípticos [11]. La MFEL proporciona los principios básicos para la mayoría de las investigaciones realizadas en compuestos poliméricos reforzados con fibras (FRP).

Griffith realizó una aportación significativa a la mecánica de la fractura al establecer que la fractura es un proceso de transferencia de energía. La energía de fractura proviene de la energía potencial almacenada en el cuerpo que a su vez es producto de las cargas aplicadas. Según Griffith una grieta comenzará a propagarse cuando la rapidez de la liberación de la energía elástica iguale a la rapidez de creación de energía de superficie al crecer una grieta. El cambio de energía (ΔU) en el cuerpo agrietado es:

$$\Delta U = E_p - 4 \cdot c \cdot \gamma_s \quad (1.1)$$

donde E_p es la energía potencial almacenada y $4 \cdot c \cdot \gamma_s$ es la energía de superficie creada en una grieta de longitud c .

A la larga, a pesar de que los cálculos para materiales muy frágiles fueron muy aproximados, la fórmula de Griffith no resultó ser muy práctica por la dificultad para evaluar la energía de superficie de una fisura, además de que en la fractura siempre hay una porción de deformación plástica que incrementa la demanda de energía y que no es considerada en este modelo.

En 1950, Irwin [12] replanteó el postulado de Griffith y propuso que la rapidez de liberación de energía de un cuerpo agrietado, debe igualar a la resistencia a la fractura, para que una grieta se propague de manera espontánea y a una velocidad tal que fuera prácticamente imposible detenerla. A la propagación de la grieta para estas condiciones Irwin la llamó *inestabilidad* y consecuentemente, cuando una grieta en un cuerpo bajo carga no se propaga, se dice que está en *estabilidad*.

La base de esta propuesta es que toda la energía de disipación asociada con el proceso de fractura y la deformación que ocurren es lineal elástica. La MFEL asume que un cuerpo lineal elástico contiene una grieta afilada y describe la variación de energía que ocurre en ese cuerpo cuando se somete a un incremento en la superficie de la grieta. El parámetro que describe esta energía se denomina tasa de relajación de energía, G , y se define como el cambio diferencial de energía elástica por unidad de área generada en el crecimiento de la grieta:

$$G = \left| \frac{dU}{dA} \right| \quad (1.2)$$

donde dU es la variación de la energía elástica almacenada y dA es el incremento de la superficie de la grieta. Para impulsar el crecimiento de la grieta se necesita una cierta liberación de energía para superar la denominada resistencia a la fractura o tasa de relajación de energía crítica, G_C . Por tanto, la tasa de relajación de energía crítica en el momento de fractura se puede expresar como:

$$G = \left| \frac{dU}{B \cdot da} \right| = G_C \quad (1.3)$$

donde a es la longitud de grieta para una probeta de ancho uniforme, B . G se determina a partir de la carga y la geometría del cuerpo agrietado mientras que G_C es una propiedad del material y es la energía por unidad de área necesaria para crear una nueva superficie de grieta.

Un aspecto importante de la resistencia a la fractura es su dependencia con el crecimiento de grieta. De ahí, que el gráfico que representa la G_C en función del incremento de grieta Δa se denomine curva de resistencia o curva R, figura 1.12.

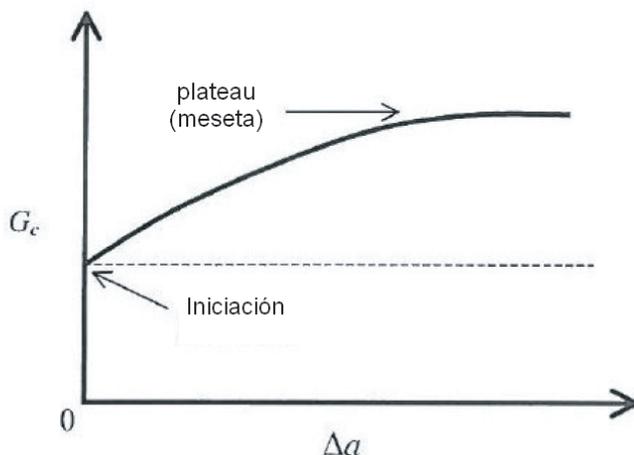


Figura 1.12: Curva de resistencia, curva R [13].

La forma de la curva R depende del comportamiento del material y en menor medida de la configuración de la estructura agrietada. Si la forma es plana como la línea punteada de la figura, el material ofrece una resistencia constante con el crecimiento de grieta (material frágil ideal). Una curva creciente con el incremento de la fisura (línea sólida de la figura) se caracteriza a menudo, por el valor de iniciación de la grieta. Los polímeros reforzados con fibras, normalmente, presentan curvas crecientes. Este efecto se produce habitualmente por condiciones no lineales en el frente de grieta y a la formación de puentes de fibra, fenómeno característico de los FRP de refuerzo unidireccional [13, 14].

Los valores de iniciación suelen ser los más bajos y son considerados los más críticos. La mayoría de las curvas R tienden a estabilizarse a un valor umbral (plateau) considerado límite superior de G_C . Cada tipo de geometría de probeta utilizada, debe ser calibrada, para que las mediciones de energía de la fractura puedan ser expresadas como G_C . Para ello se mide la flexibilidad de las probetas, C (rigidez invertida) en función de la longitud de la grieta a y se relaciona mediante la siguiente ecuación:

$$G = \frac{P^2}{2B} \cdot \frac{dC}{da} \tag{1.4}$$

donde P es la carga aplicada a la probeta [13].

Otra propuesta para determinar la tenacidad a la fractura de materiales además del balance energético, es la que describe el campo tensional en el frente de grieta, figura 1.13. Esta aproximación al problema suele tener una mayor aplicación práctica para resolver problemas planteados en ingeniería.

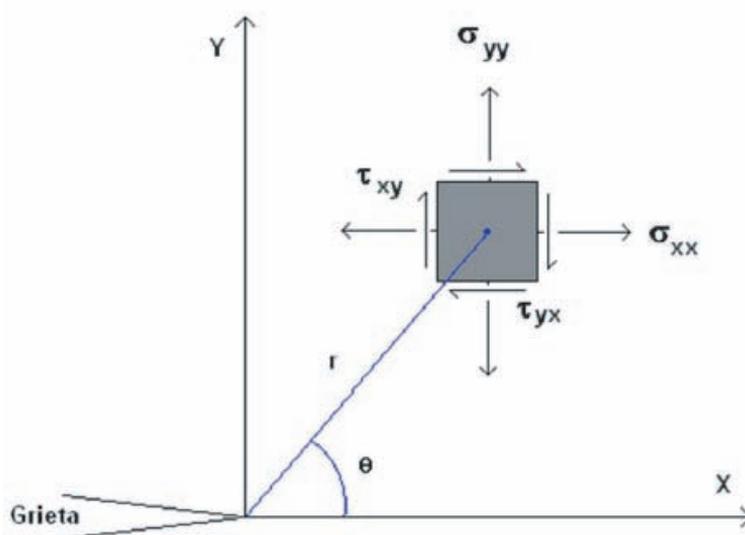


Figura 1.13: Tensiones que actúan en un elemento cercano a la punta de una grieta de un material elástico [12].

De acuerdo con esta propuesta, ciertas tensiones singulares se concentran en el frente de grieta. Esto conduce a la formación de una zona plástica y por tanto, a un comportamiento elasto-plástico, figura 1.14, al contrario de lo considerado en la MFEL.

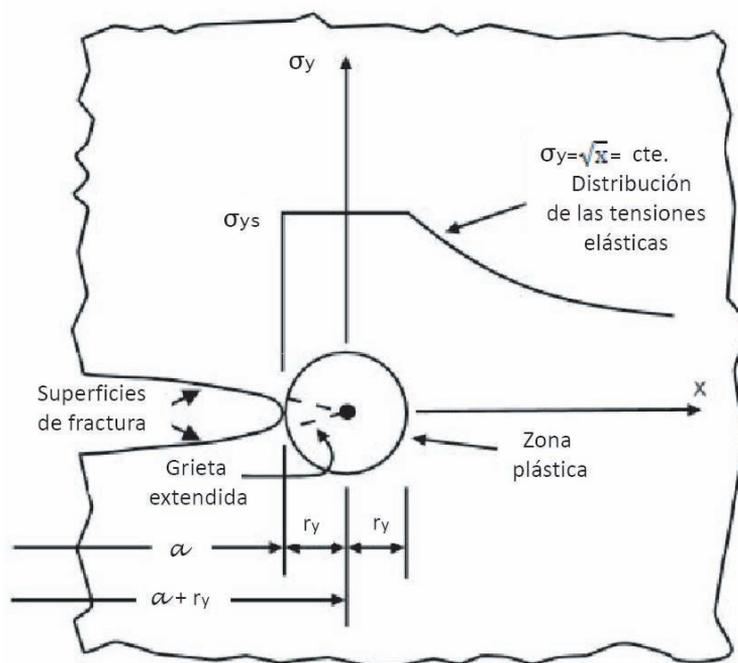


Figura 1.14: Ilustración esquemática del campo de tensiones locales en el frente de grieta (adaptado de [15]).

La distribución de tensiones alrededor de cualquier grieta, en una estructura, es similar y depende sólo del parámetro r y del ángulo medido desde la línea de grieta. La diferencia entre un componente agrietado y otro está en la magnitud de los esfuerzos del parámetro del campo de tensiones, que se define como *factor intensidad de tensiones*, K . Siempre y cuando la zona plástica sea menor que la longitud más pequeña de la probeta, la MFEL puede ser aplicada [16]. Se puede definir K como:

$$K = \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot f(a/w) \tag{1.5}$$

donde σ es la tensión, w el ancho de la probeta y $f(a/w)$ un factor de corrección de forma. Para metales y polímeros, la tenacidad a la fractura a menudo se expresa en términos de factor de intensidad de tensiones crítico, K_c . Para materiales isotrópicos elásticos y lineales, K_{IC} y G_{IC} , pueden relacionarse mediante la expresión 1.6 para el caso de deformación plana, siendo el subíndice I el correspondiente modo de fractura, en este caso, modo I:

$$G_I = \frac{K_{IC}^2}{E} \cdot (1 - \nu^2) \quad (1.6)$$

y para tensión plana:

$$G_I = \frac{K_{IC}^2}{E} \quad (1.7)$$

donde E es el módulo de Young y ν el coeficiente de Poisson.

La tasa de relajación de energía, G , y el factor intensidad de tensiones, K , son los más utilizados para describir la tenacidad a la fractura en polímeros reforzados con fibras. G cuantifica la variación de energía potencial que acompaña a un incremento de longitud de grieta, mientras que K caracteriza las tensiones, deformaciones y desplazamientos cerca del frente de grieta. Esto significa que G describe un comportamiento global y K es un parámetro local.

En general, para la caracterización del comportamiento frente a la deslaminación de materiales reforzados con fibras la tasa de relajación de energía G es el parámetro más usado, ya que al no ser los FRP materiales isotrópicos, se desarrolla un complejo campo de tensiones en el frente de grieta que es difícil de describir mediante el uso del factor intensidad de tensiones, K [8, 13, 16].

1.2. Planteamientos y objetivos

En este trabajo se realiza un análisis del comportamiento a fractura de dos materiales compuestos carbono/epoxi, de calidad aeronáutica, en régimen estático y dinámico en modo I a distintas temperaturas de ensayo: -60, -30 y 0°C (temperaturas estimadas de la aeronave en vuelo), 20, 50 y 90°C (temperaturas estimadas de la aeronave estacionada o incluso calentamiento radiactivo cuando está en un ambiente árido).

Los materiales utilizados en este estudio fueron dos materiales compuestos con el mismo tipo de refuerzo unidireccional de fibra de carbono (AS4) y distintos tipos de matriz de resina epoxi, una modificada para aumentar su tenacidad (tipo 8552) y otra sin modificar (tipo 3501-6).

El principal objetivo del trabajo es determinar la influencia del tipo de matriz y de la temperatura, en materiales compuestos carbono/epoxi, sometidos

al fenómeno de deslaminación bajo sollicitación a fractura en modo I, que es uno de los factores que más limita la vida útil de los materiales compuestos formados a partir de láminas, bajo cargas estáticas y dinámicas.

Para ello, se procede a realizar una descripción y evaluación tanto de las características del material utilizado, como de los cálculos correspondientes a los métodos de ensayo, para la obtención de la tenacidad a la fractura en modo I (G_{IC}), parámetro fundamental para el estudio de la deslaminación.

Una vez realizada la caracterización de los materiales, el procedimiento experimental y el análisis de datos, el trabajo se completa con un análisis fractográfico empleando un microscopio electrónico de barrido (SEM) con el fin de analizar las superficies de fractura de las probetas previamente ensayadas para determinar los diferentes mecanismos de fractura y establecer relaciones con los resultados obtenidos en función del tipo de ensayo, de la temperatura y del material ensayado.

1.3. Estructura del trabajo

A continuación se describen los diferentes capítulos en los que se estructuró la tesis doctoral.

- **Capítulo 1:** en el que se introduce, justifica y estructura la presente tesis doctoral.
- **Capítulo 2:** en el que se presenta el estado actual del arte en el campo de la fractura interlaminar de materiales compuestos en el Modo I de carga, haciendo referencia a trabajos precedentes de otros autores.
- **Capítulo 3:** en el que se describen los materiales empleados (AS4/8552 y AS4/3501-6) y las propiedades mecánicas de la fibra, matriz y laminado unidireccional.
- **Capítulo 4:** en el que se describen los ensayos realizados tanto estáticos como dinámicos, explicando la normativa a seguir, procedimiento experimental y procedimiento de cálculo para la obtención de los resultados.
- **Capítulo 5:** en el que se detallan los resultados experimentales obtenidos en modo I, en régimen estático, a las distintas temperaturas de estudio para ambos materiales.

-
- **Capítulo 6:** en el que se exponen los resultados experimentales obtenidos en modo I, en régimen dinámico, a las distintas temperaturas consideradas, para ambos materiales.
 - **Capítulo 7:** en el que se realiza un estudio fractográfico de las superficies de fractura de probetas ensayadas previamente y se relaciona la topografía observada con los resultados de los ensayos estáticos y de fatiga.
 - **Capítulo 8:** en el que se resumen las distintas conclusiones obtenidas a lo largo del trabajo.
 - **Experiencia investigadora:** en el que se realiza un listado de las participaciones en congresos y publicaciones realizadas.
 - **Bibliografía:** en el que se detallan todas las referencias bibliográficas citadas a lo largo del presente trabajo.

Capítulo 2

Estado del arte

2.1. Introducción

En este capítulo se presenta una revisión de las investigaciones llevadas a cabo para analizar la tenacidad a la fractura interlaminar (ITF, *Interlaminar fracture toughness*) en materiales compuestos, especialmente en materiales poliméricos reforzados con fibras (FRP, *Fiber Reinforced Polymers*) que es el tipo de material que se analiza en el presente trabajo.

En los últimos años se han desarrollado numerosos estudios relacionados con la fractura de materiales compuestos en sus diversos modos de sollicitación: modo I, modo II y modo mixto I/II en régimen estático, siendo los modos I y II puros los que más atención han atraído. Otra cosa bien distinta es la fractura en régimen dinámico, la cual ha sido poco analizada posiblemente debido a la dificultad que entraña su ejecución a nivel experimental.

El estudio de los distintos factores que pueden influir en el comportamiento frente a la deslaminación (parámetros experimentales, configuración del laminado, propiedades de la matriz y fibras, condiciones ambientales, etc.) son de vital importancia a la hora de diseñar las estructuras de este tipo de materiales. En este trabajo se analizará el comportamiento a fractura interlaminar en Modo I bajo sollicitación estática y dinámica tanto a temperatura ambiente como para elevadas (50 y 90°C) y bajas temperaturas (0, -30 y -60°C).

2.2. Particularidades del ensayo de tenacidad a la fractura interlaminar en modo I

Con el objeto de adquirir una mejor comprensión del comportamiento de los materiales analizados frente a la deslaminación bajo modo I de fractura se presentan a continuación una serie de investigaciones llevadas a cabo por distintos autores en los que se analizan diferentes factores (configuración de la probeta, influencia de los componentes o parámetros experimentales) que pueden condicionar de manera significativa los resultados de los ensayos.

Hasta la fecha, la probeta más utilizada en los ensayos de fractura interlaminar en modo I es la probeta de Viga de Doble Voladizo, comúnmente conocida como probeta tipo DCB (Double Cantilever Beam), tanto para los ensayos estáticos como a fatiga.

Son numerosas las investigaciones que se han llevado a cabo para interpretar los resultados de los ensayos DCB. En esta sección se presentan diferentes puntos de vista en cuanto a cuestiones prácticas típicas que implican los ensayos en modo I como por ejemplo, el tipo de defecto inicial, longitud del mismo, orientación de las fibras, etc.

2.2.1. Geometría y análisis de las probetas tipo DCB.

Existen algunas normas nacionales e internacionales que describen los ensayos de deslaminación bajo modo I de fractura.

Las normas americanas ASTM [17] y [18] que utilizan una probeta tipo DCB fueron publicadas por primera vez en 1994. Este tipo de probeta también se utilizó en la norma japonesa JIS K 7086 [19] y en la norma europea ASD-STAN preEN 6063 [20]. También está disponible una norma internacional ISO 15024 [21]. La figura muestra un esquema de la probeta DCB según la norma ASTM.

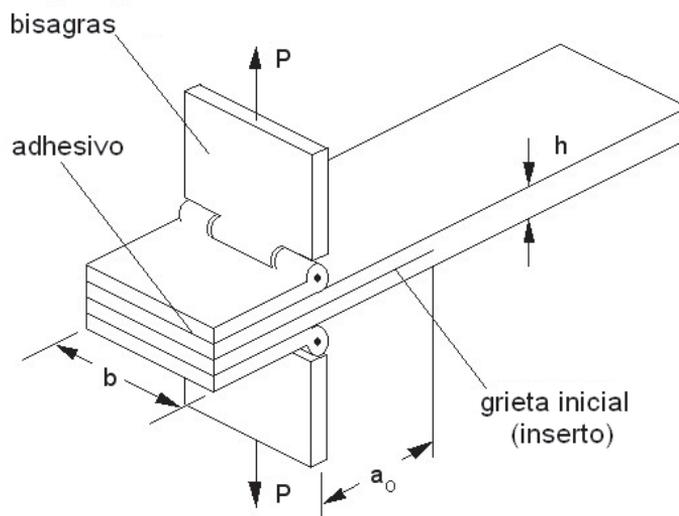


Figura 2.1: Geometría de la probeta DCB [17]

La probeta DCB de la norma ASTM consta en una pieza rectangular de ancho y espesor constante. Las fuerzas de apertura (tracción) se aplican a la probeta mediante bloques o bisagras pegados al extremo donde se sitúa el inserto iniciador de la deslaminación. Este es el tipo de probeta utilizado en el presente trabajo y sus características se detallan en el capítulo de descripción de los ensayos de la presente tesis, capítulo 4.

Los tres grupos fundamentales de normalización (ASTM, ESIS y JIS) desarrollaron y adoptaron protocolos de ensayo en modo I prácticamente idénticos. Sin embargo existen algunas diferencias entre ellos. Mientras que la ASTM y ESIS utilizan un film no adhesivo (de espesor no superior a $13\mu m$ para la ASTM y no superior a $15\mu m$ para la ESIS) para generar la grieta artificial, la norma japonesa sugiere, además del inserto, generar una grieta inicial con una cuña para estimar la iniciación de la deslaminación en el frente del film. Debido a este procedimiento, la norma japonesa permite insertos de mayor espesor (hasta $30\mu m$). Por tanto esta es una de las primeras cuestiones que hay que tener en cuenta a la hora de determinar la iniciación de la deslaminación.

Influencia del proceso de preagrietamiento en el valor de G_{IC}

Davies et al. [22] en su estudio sobre los métodos de ensayo para determinar la resistencia a la deslaminación, demostraron que el valor de la tenacidad a la

fractura interlaminar en el punto de iniciación de la grieta (G_{IC}^{inic}) es independiente del espesor del film, siempre y cuando éste sea menor a $15\mu m$.

Estudios realizados por diversos autores demostraron que por encima de las $15\mu m$ los valores de tenacidad aumentaban a medida que aumentaba el espesor del film [23, 24, 25, 26, 27]. Después de varios ensayos *Round Robin*, incluyendo un ensayo conjunto internacional [28], la American Society for Testing Materials (ASTM) publicó una norma [17] basada en los valores de iniciación obtenidos a partir de una película de polímero de menos de $13\mu m$ de espesor, mientras que la asociación japonesa (JIS)[19] publicó una norma basada en una pregrieta de acuerdo a otro ensayo *Round Robin* realizado en Japón [27].

Cuando la ASTM presentó su documento a la Organización Internacional de Normalización (ISO) en 1996 se produjo un debate considerable y se adoptó un procedimiento de conciliación que implicaba un primer ensayo con el film iniciador seguido de la carga y descarga de la pregrieta formada [21].

Se ha demostrado que ambos procedimientos tienen sus ventajas y desventajas. La principal ventaja de utilizar un inserto no adhesivo como iniciador de la grieta es la facilidad de preparación del laminado y el hecho de ensayar sin ninguna preparación adicional de la probeta. Además permite conocer la localización exacta del frente de grieta y su forma exacta, normalmente perpendicular a la anchura de la probeta, al menos a escala macroscópica [29]. Como se ha mencionado en líneas anteriores, se ha demostrado que los espesores del film han de ser igual o inferiores a $13\mu m$, al menos para composites de matriz polimérica y refuerzo unidireccional. Espesores superiores de inserto pueden producir amplias regiones ricas en resina en el frente de grieta durante el proceso de fabricación del laminado, lo que produce valores de G_{IC}^{inic} diferentes de los que debería ofrecer el compuesto [30].

Una de las ventajas para el uso de la pregrieta es que ésta hace disminuir la influencia de la zona rica en resina en el frente de grieta al tratarse de un frente de grieta afilado y no romo como el formado por el film. De esta manera, se hace más realista la subsiguiente iniciación de la grieta, más cercana a las condiciones de servicio reales. Por otra parte, se evita cualquier irregularidad del inserto (arrugas, pliegues, bolsas de resina, etc.).

Todo y Jar [31] realizaron ensayos en modo I con los dos tipos de pregrieta,

crearon un modelo de elementos finitos para probetas tipo DCB de compuestos de fibra de vidrio y dos tipos de matriz polimérica. Dicho estudio mostraba que conforme aumentaba el enromamiento de la grieta iniciadora de la deslaminación, la localización de los máximos esfuerzos se desplazaban de la punta de la grieta a una esquina, induciendo un crecimiento hacia la intercara fibra/matriz, lo cual corrobora la gran influencia del proceso de preagrietamiento en la iniciación de la deslaminación.

Stevanovic et al. [32] realizaron un estudio comparativo de ambos procedimientos, la grieta con la punta no afilada (roma) y otra con una grieta crecida por fatiga (afilada), para compuestos unidireccionales de viniléster y fibra de vidrio en modos I y II. En cuanto al modo I de fractura, observaron que ambos métodos proporcionaban la misma curva de resistencia (curva R), es decir, los mismos valores de propagación (G_{IC}^{prop}). Sin embargo, los valores de iniciación (G_{IC}^{inic}) eran distintos. En la tabla 2.1 se presentan los resultados obtenidos en su investigación.

<i>Condiciones de inicio</i>	$G_{IC}^{ini}(J/m^2)$	$G_{IC}^{prop}(J/m^2)$
<i>Inserto</i>	426,56 (26,50)	703,44 (28,83)
<i>Inserto+crec. por fatiga</i>	535,12 (23,25)	702,25 (39,71)

Tabla 2.1: Valores de G_{IC} con y sin preagrietamiento [32].

Los resultados muestran una desviación estándar (indicada entre paréntesis) en consonancia con los datos encontrados por otros investigadores. La propagación de la grieta fue estable en todos los casos lo que es una evidencia de los puentes de fibra, fenómeno habitual en los composites de refuerzo unidireccional y analizado por gran número de autores [33, 34, 35, 36, 37], en los que las fibras se salen de la superficie de fractura formando un puente entre los dos brazos de la probeta. Este fenómeno es también la razón de los altos valores de tenacidad en los procesos de propagación de la grieta (G_{IC}^{prop}) independientemente del proceso de preagrietamiento utilizado y es importante considerarlo siempre que se analice este tipo de composites. A medida que se incrementa el número de puentes de fibra aumenta G_{IC} , hasta alcanzar un valor límite donde se estabiliza coincidiendo con una saturación de puentes de fibra. Por tanto, las condiciones de preagrietamiento no tienen ninguna influencia en los valores de resistencia a la propagación de la deslaminación (G_{IC}^{prop}).

Después del inicio de la grieta en un compuesto unidireccional, la mayor causa de la resistencia a la deslaminación es la formación de puentes de fibra. Se sabe que este fenómeno se presenta con menos probabilidad en el caso de laminados multidireccionales ya que existen menos posibilidades de separación de las fibras [38, 35]. Debido a esto, las normas ASTM [17, 18] advierten que los valores de G más allá de la iniciación pueden ser cuestionables. Realizando análisis numéricos y empleando la modelización de ensayos mediante técnicas de elementos finitos, son varios los autores que han querido profundizar en el análisis de este fenómeno desarrollando leyes de formación de puentes de fibra (*bridging laws*) en materiales compuestos de refuerzo unidireccional sometidos a deslaminación bajo modo I estático y a fatiga [39, 40, 41, 42, 43, 44].

En cuanto a la iniciación, Morais et al. [45] también realizaron ensayos en modo I con los dos procedimientos para dos compuestos con distintas configuraciones de laminado, uno unidireccional $[0^\circ]_{24}$ y otro con capas cruzadas $[0^\circ/90^\circ]_{12}$. En su investigación, al igual que Stevanovic et al. [32] obtuvieron valores de (G_{IC}^{inic}) más altos en el caso de la grieta generada por fatiga, tabla 2.2.

Sistema	Film		DCB preagrietada	
Configuración	$[0^\circ]_{24}$	$[0^\circ/90^\circ]_{12}$	$[0^\circ]_{24}$	$[0^\circ/90^\circ]_{12}$
$G_{IC}^{inic} (J/m^2)$	273	317	304	518
Desv. est. (%)	2,07	5,74	2,82	4,13

Tabla 2.2: Valores de iniciación [45].

Como se puede observar en la tabla anterior, cabe destacar que la orientación de las fibras del laminado tiene una importante influencia en los resultados de tenacidad a la fractura, este factor se tratará con mayor amplitud en líneas posteriores.

En la figura 2.2 se presentan los resultados de G_{IC}^{inic} obtenidos por Pereira et al. [46] en su análisis de la fractura interlaminar en modo I de composites con distintas orientaciones de fibras y con los dos procedimientos de agrietamiento.

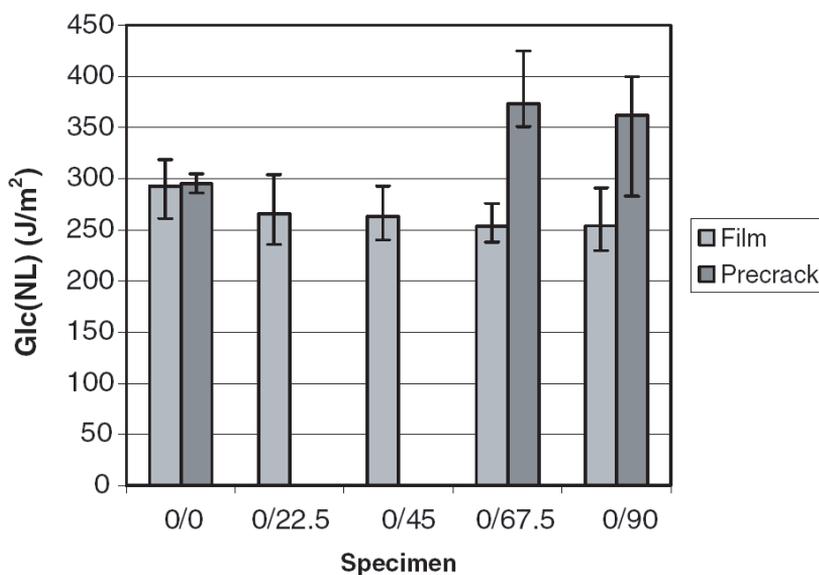


Figura 2.2: Valores de G_{IC}^{inic} obtenidos por los dos procedimientos de iniciación de grieta para las diferentes orientaciones de fibras [46].

Al igual otros autores, Pereira et al. obtuvieron resultados de G_{IC}^{inic} superiores en el caso de la pregrieta. Como se puede observar en los resultados presentados, la diferencia entre los valores de tenacidad obtenidos por ambos métodos varía en función de la orientación de las fibras de manera considerable.

El empleo del preagrietamiento es válido solamente si la pregrieta se puede conducir de tal manera que sea interlaminar y no se produzca en la intercara fibra/matriz. Sin embargo, es probable que este mecanismo de preagrietamiento provoque la aparición de puentes de fibra antes del ensayo con lo que lo que justifica un valor de tenacidad a la fractura superior a las probetas sin preagrietamiento.

Según lo expuesto anteriormente, se puede concluir que tanto en el trabajo llevado a cabo por Todo y Jar [31] como el realizado por Stevanovic et al. [32], Morais et al. [45] y Pereira et al. [46], demuestran el importante papel que tiene la morfología de la pregrieta en las probetas tipo DCB durante el inicio de la grieta, y que debe ser considerado para el diseño de los ensayos de fractura interlaminar en compuestos.

Longitud del inserto o pregrieta, a_0

Continuando con la influencia de la geometría de la probeta DCB y los métodos de iniciación, se han realizado varios estudios que analizan la influencia de la longitud de la pregrieta o inserto, es decir, de a_0 .

Rhee et al. [47] realizaron un estudio sobre la influencia de la longitud de la pregrieta en laminados con distintas orientaciones de fibra. Utilizaron longitudes de $a_0 = 50, 90$ y 115 mm, llegando a la conclusión, en el caso de materiales de refuerzo unidireccional $[0^\circ]_{24}$, de que los valores de G_{IC}^{inic} varían tan solo en un 10%. Esto significa que la resistencia a la deslaminación es independiente de la longitud de la pregrieta, aunque en su investigación, los autores sugieren que se realicen más investigaciones respecto a la influencia de este factor en las curvas de resistencia.

Shokrieh et al. [48, 49, 50] realizaron recientemente diversos estudios donde utilizaron varias longitudes de pregrieta. Realizaron ensayos de fractura en modo I en composites de refuerzo unidireccional de fibra de vidrio y resina epoxi. En sus investigaciones utilizaron longitudes de $a_0 = 15, 35, 45, 55, 65$ y 75 mm en probetas tipo DCB con distintos espesores, $[0^\circ]_{18}$ y $[0^\circ]_{24}$.

A partir de los resultados obtenidos en la experimentación establecieron un rango en la relación de tamaño, $8,5 < a_0/h < 19$, siendo h la mitad del espesor de la probeta DCB, y donde tres características de las curvas R se mantienen prácticamente constantes. Estas características son: tenacidad a la iniciación de la deslaminación (G_{IC}^{inic}), longitud de la zona de formación de puentes de fibra (a_{FB}^*) y el valor umbral de la tenacidad durante la propagación (G_{IC}^{prop}).

En la tabla 2.3 se presentan los resultados obtenidos por estos autores para el laminado de espesor $[0^\circ]_{24}$, donde se puede apreciar la poca influencia de la longitud de la pregrieta en los valores de tenacidad en el momento de iniciación de la deslaminación (G_{IC}^{inic}).

Initial crack length (a_0) (mm)	Critical values at NL		G_{IC}^i (J/m ²) (\pm SDV) MBT method
	Displacement (mm)	Load (N)	
35.18	1.77	31.49	80.56 (\pm 1.66)
45.13	3.14	25.6	87.68 (\pm 3.73)
55.29	4.13	20.94	85.31 (\pm 3.41)

Tabla 2.3: Valores medios de G_{IC}^{inic} del material de espesor $[0^\circ]_{24}$ para diferentes a_0 [49].

En cuanto a la influencia del espesor del laminado, Shokrieh et al. [48] demostraron que tanto para la iniciación como para la propagación de la grieta, los valores de G_{IC} aumentan con el espesor para el material analizado, figura 2.3.

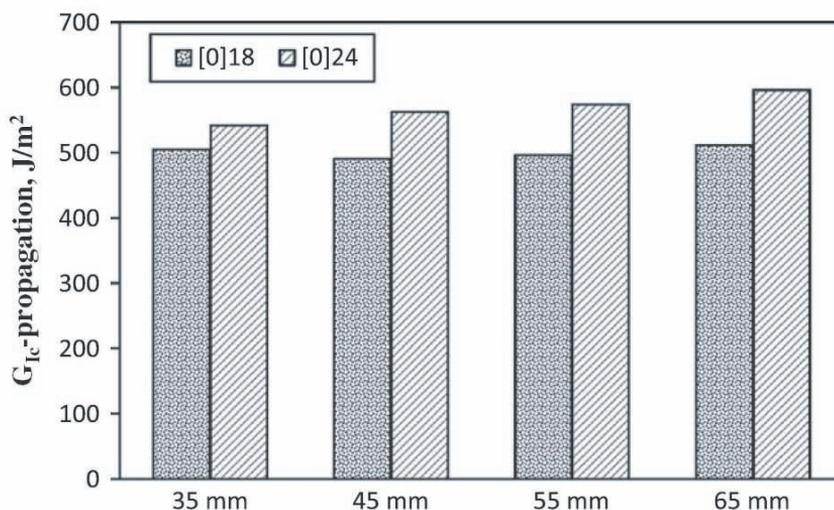


Figura 2.3: Valores medios de G_{IC}^{prop} del material de espesor $[0^\circ]_{24}$ para diferentes longitudes de a_0 [48].

Una vez determinada la influencia que tienen las características del defecto artificial de las probetas DCB en la obtención de la tenacidad a la fractura interlaminar el siguiente paso sería la determinación del punto exacto de iniciación de la deslaminación. La norma ASTM recomienda tres criterios: NL, 5%Offset y VIS (método visual). La definición y características de estos métodos se detallan en el capítulo 4 del presente trabajo.

Una de las particularidades que, a día de hoy, sigue siendo analizada por diversos autores y que es un punto fundamental previo a la realización de los ensayos a fractura en modo I, es el sistema de aplicación de carga a la probeta. Como se ha mencionado en líneas superiores, las cargas son aplicadas a la probeta mediante bloques o bisagras pegados a la probeta DCB en la zona del inserto según la norma ASTM.

Estos sistemas presentan una serie de desventajas. La primera es que introducen la carga con una cierta excentricidad respecto al plano medio de la probeta apareciendo, por tanto, efectos no lineales. Estos efectos son producidos normalmente por el acortamiento del brazo superior de la probeta entre el punto de aplicación de la carga y el frente de grieta. Además, cuando se añaden los bloques de carga los brazos de la probeta se refuerzan artificialmente debido a la elevada rigidez de estos bloques, siendo la flexibilidad de la probeta más baja que la esperada.

Otra de las desventajas es el tiempo de preparación de las probetas (preparación de las superficies y tiempo de curado del adhesivo) y el hecho de que hay que alinear tanto las bisagras como los bloques correctamente y evitar que se desplacen durante el tiempo de curado del adhesivo.

Para superar estos problemas, Brandt [51] diseñó un nuevo sistema de aplicación de la carga que consiste en dos partes: un cuadro de cierre, que se fija a la probeta a través de tornillos y una placa de sujeción que se adapta a la máquina de ensayos, figura 2.4.

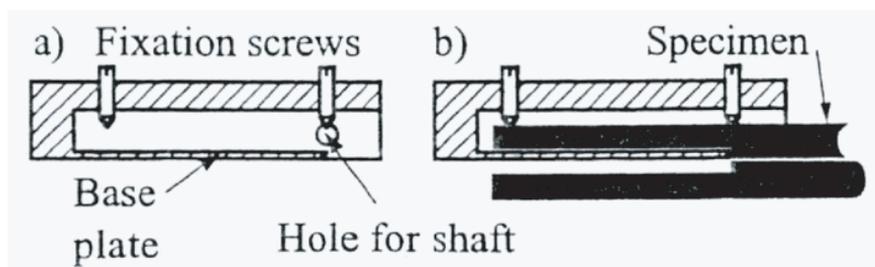


Figura 2.4: Vista en sección del sistema de Brandt: a) cuadro de cierre y b) cuadro montado en una probeta [51].

Como se observa en la figura la probeta DCB ha de ser modificada con el fin de poder acoplar el sistema de introducción de la carga. Para ello se hace

una ranura o entalla en el extremo donde está situado el inserto iniciador de la deslaminación. De esta forma, Brandt consigue una unión segura entre la probeta y los agarres y ajustable para simplificar la alineación de la carga.

Casi una década más tarde, siguiendo el tipo de sistema propuesto por Brandt, Blanco et al. [52] diseñaron un nuevo tipo de agarre. En la figura 2.5 se muestra una comparación de ambos sistemas.

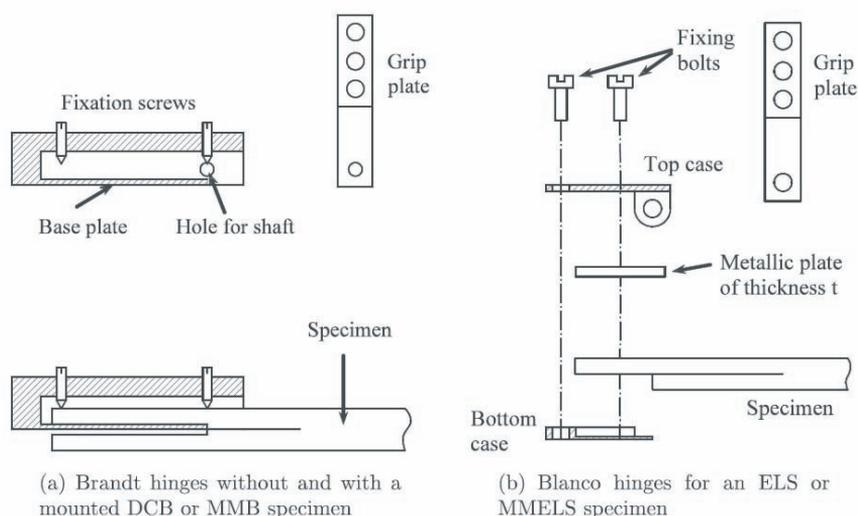


Figura 2.5: Sistemas de aplicación de carga diseñados por: a) Brandt [51] y b) Blanco et al. [52].

A diferencia de Brandt, en el diseño realizado por Blanco et al. el sistema está formado sólo por el bloque de carga y un agarre. El bloque de carga posee dos partes: la cubierta o placa inferior y la superior. Además el diseño de Blanco evita la generación de tensiones previas en el frente de grieta antes de aplicar la carga, como se demostró en varios estudios [53, 54]. En ambos casos es necesario la realización de una entalla en la probeta.

Posteriormente, Renart et al. [55] diseñaron otro sistema que denominaron SCB (Side Clamped Beam), figura 2.6, donde no es necesario ni adhesivo como los sistemas de la ASTM, ni modificación de las probetas como los diseños de Brandt y Blanco.

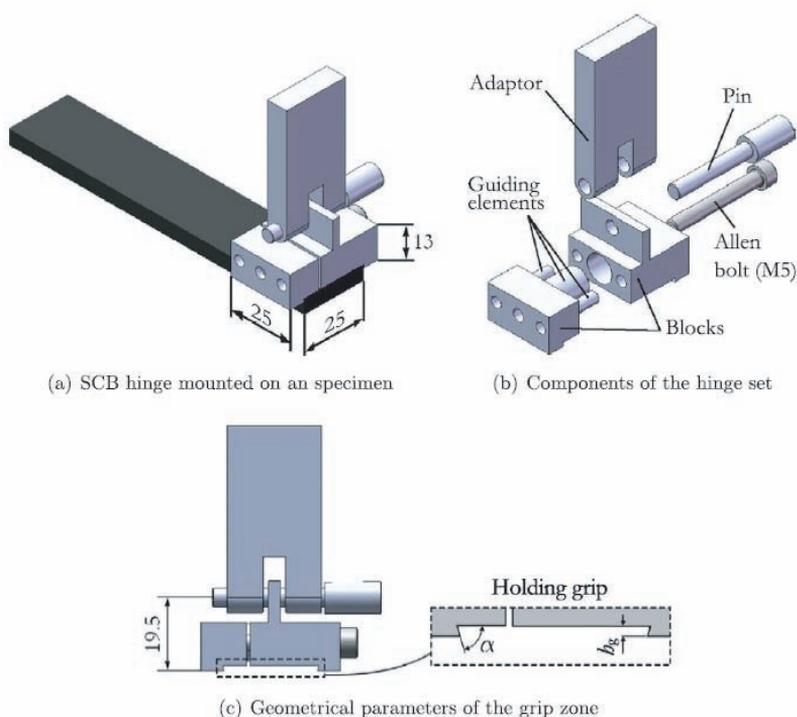


Figura 2.6: Componentes y dimensiones (mm) del sistema de carga SBD diseñado por Renart et al. [55].

Renart et al. realizaron ensayos en modo I estático, donde observaron que su método de introducción de la carga no influye en los valores de tenacidad obteniendo resultados similares a los obtenidos empleando el sistema diseñado por Blanco et al.

Recientemente Viña et al. [56] analizaron la influencia del sistema de aplicación de la carga en la deslaminación en modo I. Para ello compararon los resultados obtenidos en ensayos realizados en materiales carbono/epoxi utilizando bisagras, bloques (ASTM) y un sistema similar al diseñado por Blanco et al. y que es el método de aplicación de carga utilizado en el presente trabajo. De los tres métodos analizados observaron que los bloques de carga ofrecían mayores aperturas del frente de grieta, además de una mayor dispersión en los resultados de tenacidad. Las bisagras y los agarres mecánicos dan buenos resultados pero los autores recomiendan el uso de agarres para evitar problemas con el adhesivo durante ensayos de larga duración (fatiga) o bajo condiciones ambientales adversas (elevadas o bajas temperaturas).

2.2.2. Influencia de la orientación y volumen de las fibras.

Como se ha avanzado en la sección anterior, las características del refuerzo (tipo, volumen, orientación, etc.) tienen una elevada influencia en el comportamiento de los FRP frente a la deslaminación [57, 58].

Se han realizado diversos estudios sobre la influencia que ejerce la orientación de las láminas sobre la tenacidad del material compuesto, figura 2.7.

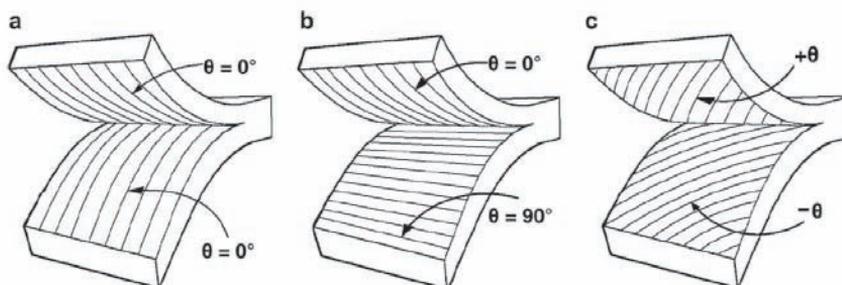


Figura 2.7: Orientaciones de las fibras en las capas adyacentes al plano medio de las probetas DCB: a) intercara 0/0, b) intercara 0/90 y c) intercara $+\theta/-\theta$ [59].

Pereira y Morais, además de evaluar el procedimiento de preagrietamiento en sus investigaciones, también evaluaron la orientación de las fibras en el laminado en varios tipos de materiales compuestos sometidos a deslaminación [60] y [46]. Realizaron un estudio basado en ensayos mecánicos y análisis por elementos finitos en composites formados por tejidos de vidrio/epoxi multidireccionales. En su estudio, además del progreso de la grieta observaron roturas intralaminares, y ramificaciones de la grieta. A pesar de ello, demostraron que eran aplicables los cálculos de G_{IC} [17] para obtener los valores de iniciación de la grieta y la existencia de una buena concordancia entre los resultados experimentales y teóricos. Los valores de G_{IC} obtenidos para laminados $\theta^\circ/-\theta^\circ$ fueron más altos que para laminados $0^\circ/0^\circ$. Sin embargo el número de ensayos realizados a $\theta = 15^\circ$ y $\theta = 30^\circ$ fueron demasiado bajos para establecer unas conclusiones definitivas. Por otra parte, los valores de iniciación para laminados $0^\circ/\theta^\circ$ fueron prácticamente independientes del ángulo θ [60].

Por otra parte, Morais et al. [45] realizaron ensayos en Modo I con probetas de fibra de carbono y resina epoxi con fibras orientadas perpendicularmente en el plano, $[0^\circ/90^\circ]_{12}$ y unidireccionales $[0^\circ/0^\circ]_{24}$. La grieta se configuró en

el plano medio entre las capas $0^\circ/90^\circ$. Sin embargo, durante los ensayos, la grieta se propagó entre las capas de $0^\circ/90^\circ$ y también dentro de la capa de 90° (intralaminar). A pesar de ello, los resultados de los ensayos son coherentes con la hipótesis de la Teoría de la Viga Modificada utilizada para obtener los valores de G_{IC} interlaminar. Los valores obtenidos fueron más altos que los encontrados para una configuración $[0^\circ]_{24}$ especialmente en los valores finales de propagación de la grieta, tabla 2.4.

Configuración	$[0^\circ]_{24}$	$[0^\circ/90^\circ]_{12}$
$G_{IC}(J/m^2)$	369	1295
Desv. est. (%)	1,93	14,52

Tabla 2.4: Valores de propagación (máximo)[45].

En los resultados se observa que los valores de G_{IC} son más altos para las configuraciones $[0^\circ/90^\circ]_n$ que para las $[0^\circ]_n$.

Pereira y Morais [46] también realizaron un estudio experimental de la fractura interlaminar en Modo I de materiales compuestos multidireccionales de carbono/epoxi con estructura $0^\circ/\theta^\circ$. Evaluaron la idoneidad de las probetas tipo DCB mediante un análisis de elementos finitos en 3D, donde se abordaron los problemas asociados a este tipo de probetas.

El mayor problema encontrado en esta configuración fue el desarrollo del daño dentro de la lámina, frecuentemente asociado con puentes de fibra y no linealidades. Estos fenómenos dan lugar a curvas R pronunciadas, con una G_{IC} final entre 3 y 4 veces superior a la correspondiente a muestras de configuración $[0^\circ]_n$, figura 2.8. Según estos autores, dichos valores no pueden ser considerados medidas válidas de la resistencia a la deslaminación.

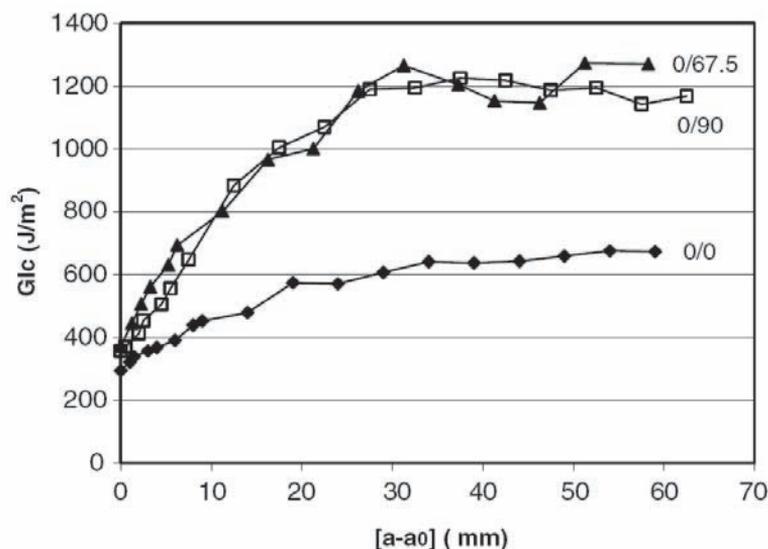


Figura 2.8: G_{IC} para distintas configuraciones [46].

Recientemente, Sebaey et al. [61] analizaron el comportamiento frente a la deslaminación bajo modo I de materiales compuestos carbono/epoxi (AS4/8552) multidireccionales para validar el modelo numérico que habían utilizado en investigaciones previas [62]. Entre las conclusiones obtenidas, cabe destacar que comprobaron que la formación de puentes de fibra ofrece una mayor influencia en los valores de tenacidad que la orientación de las fibras, del orden del 47% al 29%, respectivamente. También observaron que, para los materiales analizados, la orientación de las fibras no influye en los valores de G_{IC}^{inic} , ya que en el frente del inserto los efectos de los ángulos en la intercara son insignificantes debido a la existencia de una zona rica en resina en el frente de grieta.

Respecto a la propagación de la grieta observaron, al igual que otros autores [63, 64], que los valores de G_{IC}^{prop} de los laminados multidireccionales son más elevados que los unidireccionales. Al igual que Morais et al. [45], demostraron a partir de un análisis fractográfico que en los laminados $0^\circ/\theta^\circ$ la fractura no era totalmente interlaminar si no que tenía parte de intralaminar.

Otros trabajos como los realizados por Schon et al. [65] y Shivakumar et al. [66] analizan la influencia de la orientación de las fibras pero bajo deslaminación a fatiga en modo I.

En su trabajo Schon et al. realizan un análisis experimental, numérico (mediante elementos finitos) y fractográfico (SEM) para tres tipos de materiales compuestos con distintas configuraciones de laminado ($0^\circ/0^\circ$, $45^\circ/45^\circ$ y $90^\circ/90^\circ$). En la figura 2.9 se presentan las curvas $da/dN - \Delta G$ obtenidas en los ensayos a fatiga realizados para las distintas orientaciones de uno de los compuestos.

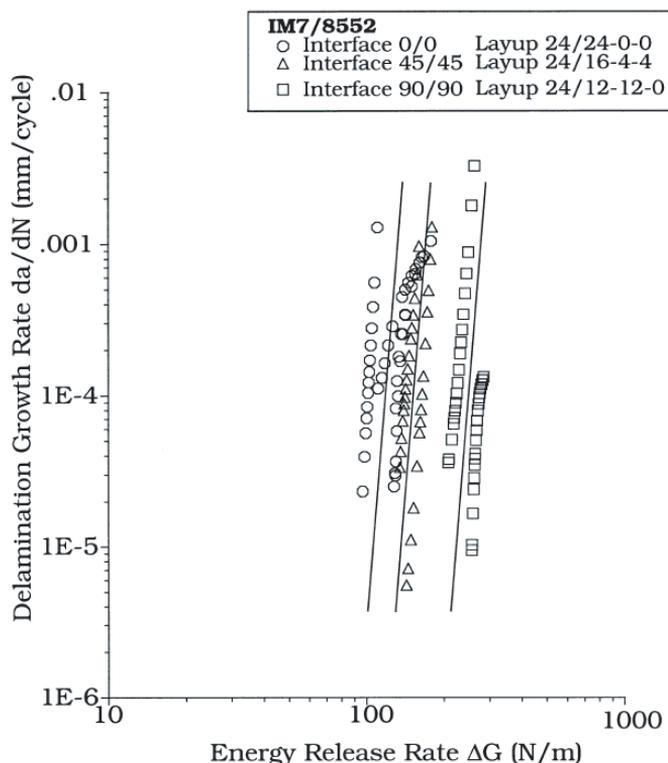


Figura 2.9: Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tasa de relajación de energía (ΔG) para una probeta DCB con distintas orientaciones de fibras [65].

Como se puede observar en la figura, los laminados unidireccionales $0^\circ/0^\circ$ ofrecen una menor resistencia a la deslaminación a fatiga, mientras que los de configuración $90^\circ/90^\circ$ son los que ofrecen mayor resistencia con tasa de crecimiento de grieta más bajas. Este comportamiento es similar al observado en los ensayos estáticos realizados por otros autores.

Por otra parte, Shivakumar et al. [66] desarrollaron un modelo de vida a fatiga para laminados con distintas orientaciones de fibras a partir de ensayos

en modo I estáticos y a fatiga. Para caracterizar los diferentes mecanismos de fractura en función de la orientación del laminado realizaron un análisis fractográfico. En los compuestos unidireccionales observaron que la resistencia a la deslaminación aumentaba debido a la formación de puentes de fibra y de microgrietas en la matriz.

Solaimurugan y Velmurugan [59] analizaron la influencia de la orientación de las fibras en el plano de la intercara para un composite reforzado con tres tipos de cosidos (fibras perpendiculares a las láminas) y sin coser. Como cabe esperar los materiales cosidos presentaron mayores resistencias a la fractura interlaminar en modo I. En la figura 2.10 se presentan los valores de G_{IC} del material sin reforzar en función de las distintas orientaciones de fibras de la intercara.

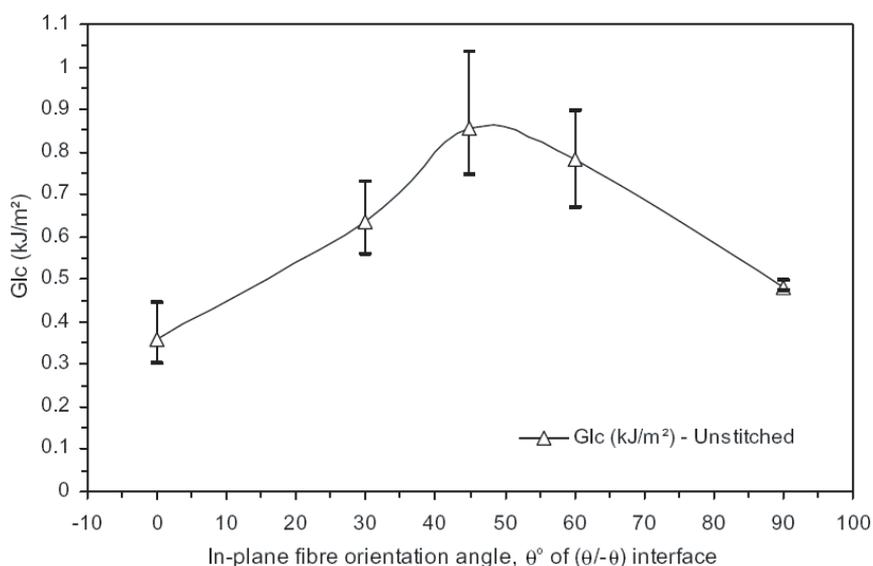


Figura 2.10: Variación de G_{IC} para diferentes orientaciones de fibra en la intercara, θ de $\theta / -\theta$ [59].

Se puede observar que los valores de G_{IC} aumentan hasta llegar a los 45° y después disminuyen, presentado los valores de mayor resistencia los que tienen una orientación cercana a los $45^\circ / -45^\circ$. Esta tendencia se observó tanto en los valores de iniciación como de propagación de grieta, al contrario que Sebaey et al.[61], que no determinaron una influencia de la orientación de las fibras en la resistencia a la deslaminación durante la iniciación.

Otros autores, para aumentar la resistencia a la deslaminación reforzaron la intercara fibra/matriz mediante el uso de nanopartículas [67, 68] o mediante el tratamiento de fibras en el laminado, aumentando en algunos casos el volumen de fibras [69].

Deng y Ye [70] analizaron la influencia de la unión fibra/matriz en las propiedades mecánicas de un compuesto de grafito/epoxi sometido a deslaminación bajo modo I y II de fractura. Los compuestos tenían diferentes volúmenes de fibra (V_f) y las fibras fueron tratadas durante el proceso de fabricación con el fin de aumentar la adhesión fibra/matriz y por tanto aumentar la resistencia a la deslaminación.

En la figura 2.11 se presentan los resultados de G_{IC} obtenidos durante la iniciación (VIS) y propagación (PROP) de la grieta para diferentes fracciones volumétricas de fibras (V_f) en dos composites con y sin tratamiento de fibras.

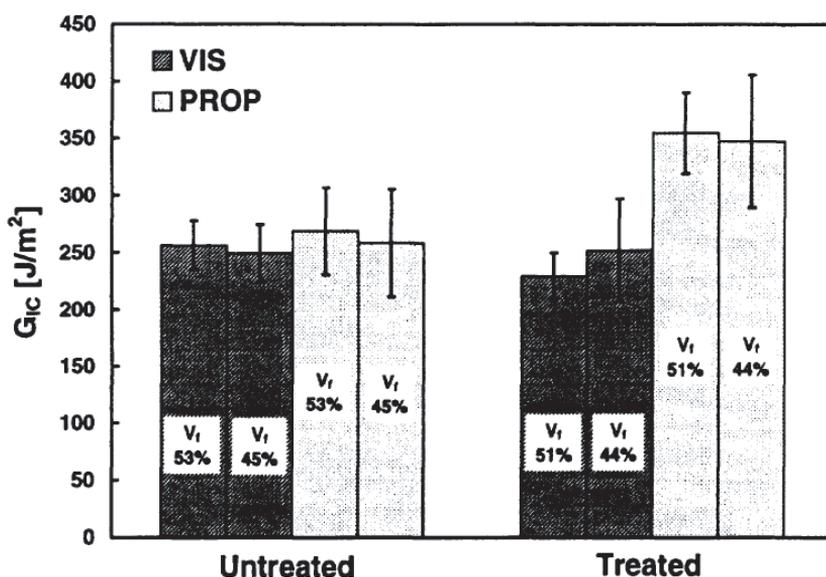


Figura 2.11: Valores de G_{IC} de dos materiales compuestos con diferentes volúmenes de fibras [70].

Como se puede observar, los valores de G_{IC}^{inic} (VIS) no se ven afectados de manera significativa, ni por V_f ni por el tratamiento de fibras. Sin embargo, los valores de G_{IC}^{prop} son del orden del 30 % superiores en el caso de los compuestos

con fibras tratadas. Deng y Ye demostraron que para los compuestos unidireccionales analizados, el V_f no influye en los valores de tenacidad. No ocurre lo mismo en compuestos formados mediante tejidos donde el volumen de fibras afecta considerablemente a la resistencia a la deslaminación como demostraron Gill et al. [71], figura 2.12.

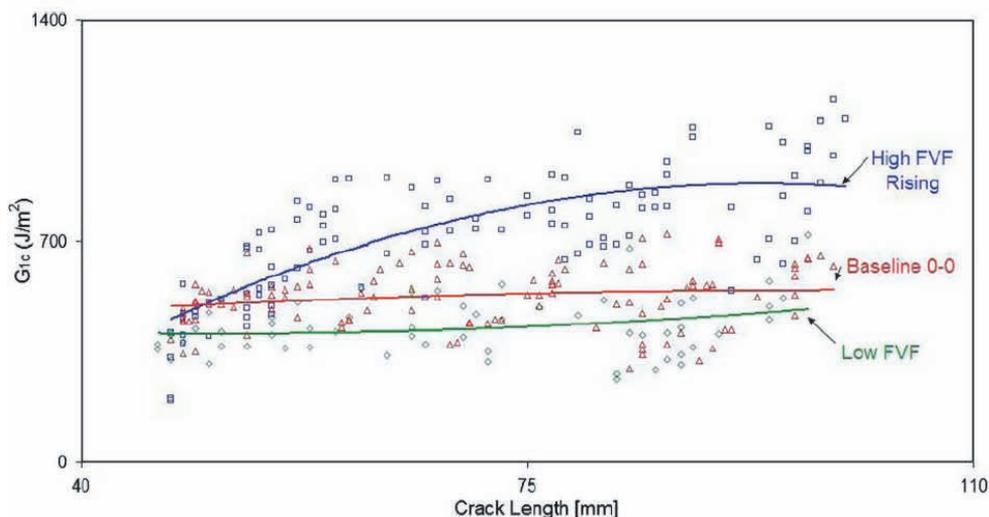


Figura 2.12: Comparación de las curvas R para diferentes V_f en compuestos tejidos [71].

En el gráfico de Gill et al. se puede apreciar como aumenta la tenacidad a medida que aumenta el volumen de fibras (FVF), en el caso de compuestos tejidos.

En base a la literatura consultada se puede concluir que la orientación de las fibras tiene una mayor influencia que el volumen de fibras, ya que éste está condicionado por la orientación del laminado.

2.2.3. Influencia de las propiedades de la matriz en el laminado.

Como ya se ha comentado, la matriz es el componente que envuelve y liga las fibras repartiendo los esfuerzos en el composite, no menos importante que las fibras, su influencia en la tenacidad a la fractura interlaminar (IFT, “Interlaminar Fracture Toughness”) ha de tenerse en cuenta.

En el trabajo actual, se experimenta con dos tipos de compuestos reforzados con fibras de carbono y dos tipos matriz de resina epoxi, una tipo 3501-6 y la otra tipo 8552 modificada para aumentar su tenacidad.

En los últimos años, se ha desarrollado un trabajo muy extenso para determinar la influencia que tiene la tenacidad de la matriz sobre la tenacidad del material compuesto [72]. Los ensayos realizados en un gran número de materiales han demostrado que entre la tenacidad de la matriz y la del laminado existe una relación no lineal [73]. La relación entre la tenacidad en modo I para el compuesto y la matriz es ligeramente superior a la unidad para matrices frágiles (principalmente matrices termoestables) y es inferior a uno para matrices dúctiles (fundamentalmente matrices termoplásticas).

Se han realizado intentos de predecir la tenacidad de los materiales compuestos a partir de sus propiedades constitutivas [74, 75]. Estos esfuerzos no han dado lugar a predicciones correctas, pero han identificado las propiedades esenciales de la matriz que determinan la tenacidad del laminado.

Otros trabajos experimentales y analíticos han puesto de manifiesto la necesidad de restringir las superficies de la matriz con objeto de realizar predicciones correctas sobre la tenacidad del material compuesto [76]. En este sentido Chai [77] demostró experimentalmente que la tenacidad de la matriz restringida en sus condiciones de contorno (obtenida mediante un film extremadamente fino de resina como adhesivo) era similar a la tenacidad del material compuesto.

La principal conclusión extraída de la literatura consultada respecto a la influencia de la matriz, es que el comportamiento de la matriz puede ser utilizado para comprender los mecanismos de deformación en los composites, pero es difícil utilizar las propiedades de la matriz para predecir cuantitativamente las propiedades a fractura del laminado. A medida que la mecánica de la fractura está siendo progresivamente más utilizada para predecir la vida a fatiga del material, es importante determinar si las propiedades de la matriz y del laminado siguen las mismas relaciones observadas para la resistencia del material compuesto. Reeder et al. [78] midieron la resistencia a la deslaminación en modo I de un composite de fibra de carbono y matriz termoplástica en función de la temperatura y la velocidad de carga y observaron que los valores de tenacidad no formaban una curva “master” viscoelástica (curva WLF).

Fractura de materiales compuestos con matrices modificadas

Algunos autores estudiaron procedimientos para incrementar la resistencia a la deslaminación del material compuesto modificando las propiedades de la matriz o disponiendo capas intermedias entre las distintas láminas con objeto de aumentar la energía consumida durante el proceso de crecimiento de la grieta.

Stevanovic et al. [79] utilizaron mezclas de resina viniléster y ABS (Acrilonitrilo Butadieno Estireno) como capas intermedias entre láminas de un compuesto de fibra de vidrio/viniléster con objeto de incrementar su resistencia a la deslaminación bajo los modos de carga I y II. Para ello mezclaron ABS en polvo con resina líquida de viniléster en las siguientes proporciones en peso: 3, 5, 7, 11 y 15 partes de ABS por cada 100 partes de resina. Las capas tenían un espesor entre 150 y 500 μm . Los resultados obtenidos muestran una mejora notable de la resistencia a fractura. Estos autores observaron que el modo I era dependiente del espesor de la película y del contenido en ABS. Los mecanismos que incrementan la tenacidad son los procesos de deformación plástica y la generación de microfisuraciones en los materiales que formaban el compuesto. En la tabla 2.5 se muestran los resultados obtenidos por estos autores para distintas mezclas de viniléster/ABS.

% ABS	E (MPa)	σ_y (MPa)	σ_{max} (MPa)	ϵ_{max} (%)	G_{IC} (J/m^2)	K_{IC} ($MPa\sqrt{m}$)	r_p (μm)
0	3.297	51,2	72,8	3,9	307	1,1	23
3,5	3.043	39,8	57,6	2,9	737	1,6	86
7	2.948	34,2	49,2	2,8	711	1,5	108
11	2.781	31,7	46,5	3,5	993	1,8	166
15	2.585	30,8	41,4	3,3	1182	1,9	195
100	2.540	35,6	35,6	1,6	1382	2	167

Tabla 2.5: Propiedades mecánicas de las mezclas viniléster/ABS [79].

Según los estudios realizados por Stevanovic et al. [79] existe un cambio de tendencia de las propiedades en torno al 7% de adición de ABS. Esto es debido a que se produce un fenómeno de migración del butadieno hacia el viniléster después de los procesos de mezclado y curado. Por encima del 7%, se produce la saturación en butadieno causando un cambio significativo en las propiedades a fractura.

Hojo et al. [80] estudiaron el modo I de deslaminación a fatiga de compuestos carbono/epoxi con dos tipos de materiales interlaminares: una lámina heterogénea con partículas finas de poliamida (T800H/3900-2) y otra con un nuevo tipo de ionómero termoplástico (UT500/111/ionómero), figura 2.13.

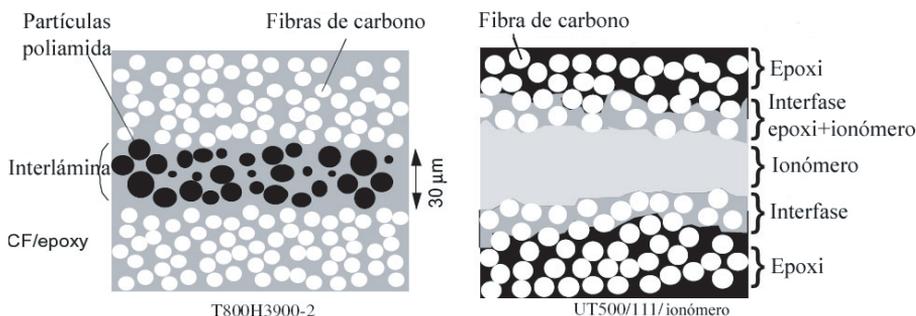


Figura 2.13: Estructura de los materiales estudiados por Hojo et al. [80].

Con el material T800H/3900-2 entre láminas, el proceso de crecimiento de la grieta sufrió dos etapas. En la primera etapa la grieta creció a través de esta interlámina mientras que en la segunda etapa la grieta se movió desde esta lámina a la intercara con el material base.

La tenacidad del material se multiplicó por 3 respecto a la tenacidad del material base CFRC en la primera etapa. En la segunda etapa, la tenacidad resultó ser 1,5 veces superior a la del material base. En el caso del material UT500/111/ionómero, la tenacidad se mantuvo en un orden tres veces superior al del material base CFRC.

En un estudio similar realizado por los mismos autores pero en los que incluían el modo II de fractura [81], llegaron a la conclusión de que la tenacidad de la interlámina era el factor clave para mejorar las propiedades de la fractura interlaminar en modo I tanto bajo cargas estáticas como a fatiga. Sin embargo, para el modo II determinaron que el factor clave no era la tenacidad de la interlámina sino su espesor.

Argüelles et al. realizaron estudios recientes [82, 83], donde analizaron experimentalmente la influencia del tipo de matriz bajo modo I y II de fractura en condiciones de sollicitación estática y a fatiga. Utilizaron el mismo tipo de

compuestos que en el presente trabajo, dos compuestos con refuerzo unidireccional de fibra de carbono (tipo AS4) y distintas matrices, una de ellas resina epoxi tipo 3501-6 y la otra epoxi modificada tipo 8552.

En su investigación, demostraron que el material de matriz modificada presenta una mayor resistencia a la deslaminación bajo modo I de fractura tanto en los ensayos estáticos como a fatiga. Sin embargo, cuando analizaron el modo II, el material que ofrecía un mejor comportamiento era el de matriz más frágil, resina epoxi sin modificar. En la figura 2.14 se presentan los valores de tenacidad en el momento de iniciación estática obtenidos por varios métodos de reducción de datos para ambos materiales en los diferentes modos de fractura.

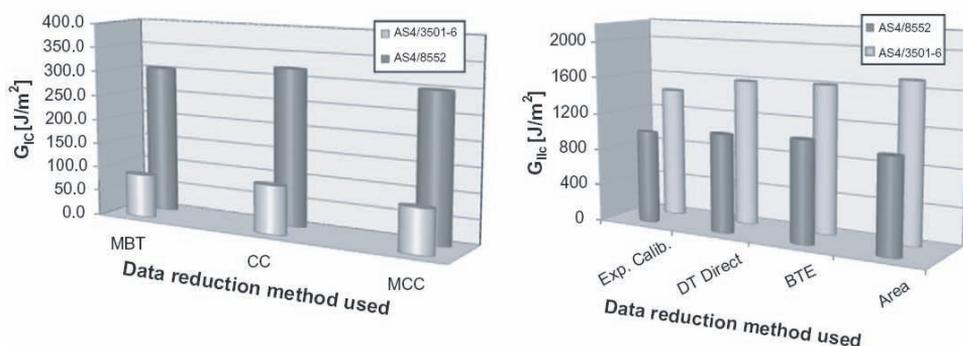


Figura 2.14: Tenacidad a la fractura (G_{IC}^{inic}). Modo I y Modo II [83].

2.2.4. Parámetros experimentales

Dentro de los aspectos experimentales que pueden influir en la determinación de la IFT (tenacidad a la fractura interlaminar) cabe destacar en primer lugar que en el presente trabajo se realizan ensayos tanto estáticos como dinámicos y por tanto, son varios los factores que pueden influir en los cálculos de tenacidad: velocidad de sollicitación, frecuencia, coeficientes de asimetría (R), etc. A continuación se presenta una revisión de la literatura de los factores más relevantes.

Influencia de la velocidad de sollicitación sobre la tenacidad a la fractura interlaminar

Son varios, los autores que han analizado la influencia de la velocidad de sollicitación sobre la tenacidad a la fractura interlaminar estática (IFT). La norma ASTM [17] recomienda utilizar una velocidad de carga entre 1 y 5 mm/min.

Yaniv et al. [84] y Aliyu et al. [85] utilizaron probetas DCB con diferentes configuraciones para medir la tenacidad a fractura en modo I en materiales compuestos carbono/epoxi. En sus ensayos, las probetas fueron cargadas en una máquina Instron empleando control de desplazamiento. Limitados por la velocidad de desplazamiento de la cruceta, la máxima velocidad de propagación de grieta que alcanzaron fue de 26 ms^{-1} . La tasa de sensibilidad a la tenacidad a la fractura en modo I en compuestos está controlada fundamentalmente por la matriz. Se ha observado que los compuestos poliméricos presentan tres comportamientos en función de la velocidad de sollicitación: insensible a la velocidad (rate-insensitivity), sensibilidad positiva a la velocidad (positive rate sensitivity) y sensibilidad negativa a la tasa (negative rate sensitivity), siendo posible que un material compuesto muestre más de un tipo dependiendo de factores como la temperatura, estructura molecular o rango de velocidad de sollicitación. Yaniv et al. demostraron que la tasa de relajación de energía aumentaba con el incremento de la velocidad de grieta hasta 1m/s. A partir de ese valor observaron que la tasa de relajación de energía disminuía con el incremento de la velocidad de sollicitación. Esta variación característica de la tenacidad a la fractura en función de la velocidad de propagación fue relacionada con la tasa de sensibilidad positiva y negativa que pueden presentar los materiales compuestos de matriz polimérica.

Otros autores como Kusaka et al. [86] estudiaron la influencia de la velocidad de sollicitación en el modo I de fractura en un rango de velocidades desde régimen cuasiestático ($d\delta/dt = 0,01 - 500 \text{ mm/min}$), hasta velocidades propias de impacto ($d\delta/dt = 5 - 20 \text{ m/s}$). Observaron que la tenacidad a fractura iba disminuyendo a medida que se incrementaba la velocidad de aplicación de la carga. El comportamiento a fractura frente a la velocidad de sollicitación podía dividirse en tres zonas de comportamiento diferenciado: dos zonas insensibles a la velocidad y una zona sensible a este parámetro. El comportamiento del crecimiento de la grieta varía con la velocidad de carga: en la región de transición y antes, la grieta crece de manera inestable con crecimientos a grandes velocidades y paradas. Por encima de la región de transición la grieta crece de

manera estable y continua. Este comportamiento lo justificaron en base a la influencia de la velocidad en la tenacidad a fractura y la influencia de la energía cinética.

Gong et al. [87] también evaluaron la influencia de la velocidad de la carga en el comportamiento a fractura dinámica y el proceso de propagación de la grieta interlaminar en modo I en compuestos reforzados con fibras de vidrio unidireccionales. Para ello realizaron ensayos dinámicos de reflexión cáustica (técnica óptica potente en los mecanismos de fractura debido a su elevada sensibilidad a los gradientes de esfuerzos) a dos velocidades de aplicación de carga distintas: una de $7,68 \cdot 10^4$ N/s y otra de $3,53 \cdot 10^6$ N/s. Utilizaron dos tipos de probetas, una denominada GFPF-0 con la superficie de grieta paralela a las fibras y otra denominada GRPF-90 con la grieta perpendicular a las fibras.

Observaron que la tenacidad a la fractura dinámica bajo una elevada velocidad de carga es significativamente mayor que para una velocidad de carga baja, esto indica que la concentración de esfuerzos alrededor del frente de grieta es más intensa en el primer caso. Una velocidad de carga elevada conduce a una mayor velocidad de crecimiento de grieta y a una iniciación de la misma más temprana. Además, estudiaron las rutas de crecimiento de la grieta y las superficies de fractura mediante SEM. Del análisis fractográfico se observó que la ruta de crecimiento de grietas del compuesto GFRP-90 es más recta que para el otro compuesto bajo elevadas velocidades de carga. Por tanto, la velocidad de carga juega un papel muy importante, y debe ser considerado en los análisis del comportamiento a fractura de los materiales compuestos reforzados con fibras.

Crecimiento de grietas por fatiga

La degradación de un material compuesto puede ser debida a la aplicación de una carga estática a un elemento estructural o bien puede producirse progresivamente al someter el material a esfuerzos cíclicos, daño por fatiga.

A pesar de que las metodologías tradicionales para abordar la problemática del cálculo de la vida a fatiga en el diseño estructural en componentes de materiales compuestos, son las mismas que para los metales, la degradación de los compuestos por la acción continuada de cargas cíclicas, conllevan una serie de particularidades que requieren distintos tratamientos.

El valor del coeficiente de asimetría, $R = F_{min}/F_{max} \simeq \delta_{min}/\delta_{max}$, puede tener una gran influencia en la tasa de propagación de grieta bajo sollicitación dinámica (da/dN). En diversas investigaciones se ha observado que para determinados composites, la velocidad de crecimiento de la deslaminación aumenta con el aumento del valor de R. Sin embargo, para otros laminados el efecto de R en la tasa de propagación es el contrario, bajos valores de da/dN para valores altos de R, o simplemente una influencia insignificante.

Gustafson y Hojo [88] analizaron la influencia de R en la propagación de grietas sometidas a fatiga bajo modo I y modo mixto de fractura. Determinaron los valores umbrales de iniciación de grieta a fatiga (G_{th}), y observaron que el coeficiente R no tenía influencia en estos valores para el modo I. A continuación, analizaron la influencia de diferentes valores de R en los valores de tasa de crecimiento de grieta observando una gran dependencia en las curvas $da/dN - G_{I_{max}}$, sin embargo, sólo obtuvieron una curva cuando representaron da/dN en función de ΔG . En su investigación, los autores recomiendan realizar un mayor número de ensayos para determinar un modelo a fatiga aceptable.

Hojo et al. [89] analizaron la influencia de R en el crecimiento de grieta en modo I en dos tipos de laminados grafito/epoxi (uno con una intercara más débil y otro con una matriz más tenaz). Durante los ensayos realizados emplearon un sistema de desconexión de carga para mantener normalizado el gradiente de velocidad de propagación de grieta, $(1/G)dG/da$, entre -0,3 y -0,8 mm^{-1} , figura 2.1.

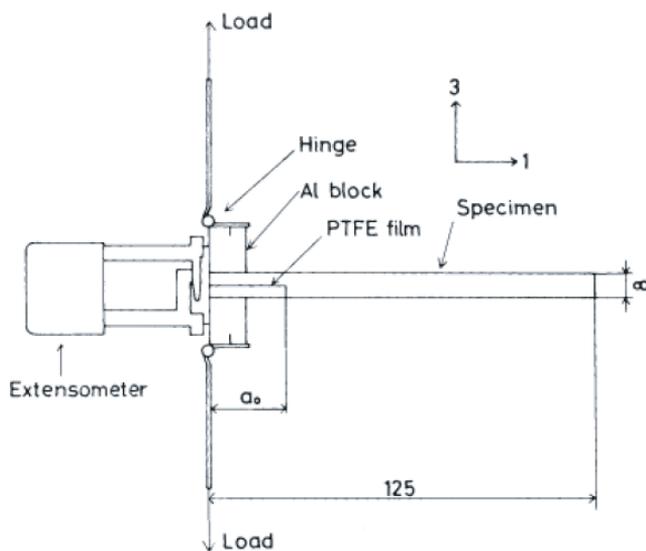


Figura 2.15: Dispositivo de ensayo empleado por Hojo et al.[89].

Representaron gráficamente los valores da/dN en función del rango del factor de intensidad de tensiones (ΔK), los valores máximos de tenacidad ($G_{I_{max}}$) y el rango de velocidad de relajación de energía (ΔG), para diferentes valores de R, figura 2.16.

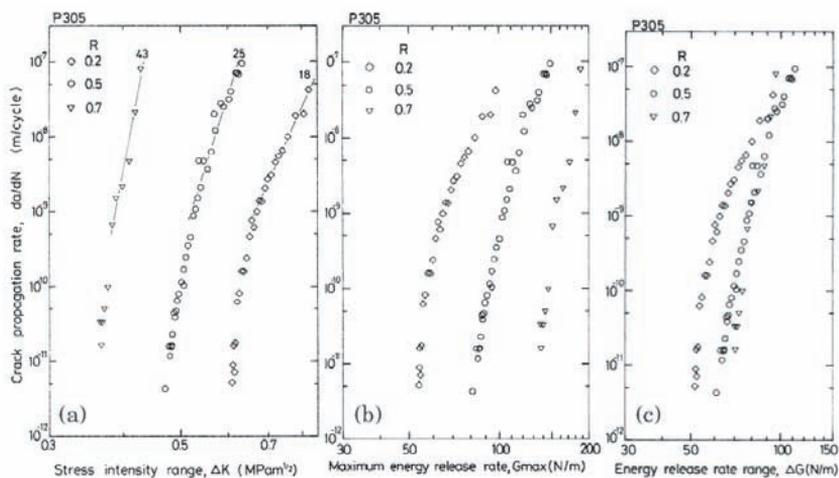


Figura 2.16: Relación entre la tasa de crecimiento de grieta y los diferentes parámetros analizados por Hojo et al. [89].

Observaron que la tasa de crecimiento de grieta aumenta con el valor de R cuando es representada en función de (ΔK) , sin embargo al representarla en función de $(G_{I_{max}})$ la tendencia es la inversa. Cuando representaron da/dN en función de ΔG observaron que la influencia de R era muy pequeña, especialmente para uno de los laminados analizados.

Apoyándose en el análisis fractográfico realizado en su investigación, Hojo et al. determinaron un nuevo parámetro para realizar una mejor correlación de los datos experimentales, que denominaron factor de intensidad de tensiones equivalente (ΔK_{eq}):

$$\Delta K_{eq} = \Delta K(1 - R)^{-\gamma} = \Delta K^{1-\gamma} K_{max}^{\gamma} \quad (2.1)$$

donde, γ es un parámetro que representa el efecto de R y varía de 0 a 1. Cuando el valor de γ está cerca de 0 el parámetro que controla la fractura es ΔK mientras que para valores cercanos a 1, la fractura está controlada por K_{max} . En el caso de los laminados analizados por Hojo et al. los valores corresponden al rango controlado por K_{max} . Los resultados muestran claramente una única curva cuando se representan las curvas $da/dN - \Delta K_{eq}$ para los distintos valores de R .

Posteriormente, Hojo et al. [90] analizaron el efecto de R cerca de los valores umbrales de la deslaminación a fatiga (G_{th}) en modo I y modo II. Para ello utilizaron laminados con diferentes combinaciones de fibra de carbono y diferentes matrices (epoxi frágil, epoxi tenaz y una termoplástica PEEK). En base a los resultados obtenidos observaron que el tipo de fibra tenía un pequeño efecto en la deslaminación a fatiga, mientras que la matriz jugaba un papel fundamental. Para matrices frágiles la tasa de crecimiento de grieta estaba controlada por el factor K_{max} y en menor medida, por los componentes de la ley de Paris. Sin embargo, para las matrices tenaces el parámetro que controlaba la deslaminación era ΔK . Determinaron que los parámetros de la ley de Paris dependían de los valores de R , para valores elevados de R , exponentes más elevados y viceversa. Sin embargo, concluyeron que a pesar de que R influía en los exponentes de la Ley de Paris, esta influencia era despreciable comparada con la que ofrecía la tenacidad de la matriz en el laminado.

Las diferentes investigaciones empíricas realizadas para relacionar la influencia de R con la tasa de propagación de la deslaminación a fatiga, se puede clasi-

ficar en dos categorías. Las que a través de un parámetro efectivo obtienen una curva master para los diferentes R y los estudios que analizan los exponentes de la Ley de Paris en función de R o con valores diferentes de los exponentes en función de R.

Anderson et al. [91] propusieron un modelo empírico, basado en la Ley de Paris, para evaluar el efecto del nivel de tensión sobre la velocidad de crecimiento de la grieta por fatiga bajo un modo de carga simple:

$$\frac{da}{dN} = C \left(\frac{\Delta K - \Delta K_{th}}{K_C - K_m} \right)^b \quad (2.2)$$

donde C y b son parámetros característicos del material, K_C es la tenacidad a fractura para un determinado modo de sollicitación, K_m el factor medio de intensidad de tensiones aplicado y K_{th} es factor intensidad de tensiones umbral.

El modelo está basado en consideraciones heurísticas de acumulación de daño en el frente de la grieta. Para comprobar el modelo realizaron numerosos ensayos en compuestos reforzados con fibras de carbono, vidrio y alúmina. El modelo proporciona valores muy próximos a los resultados experimentales.

Shivakumar et al. [92] por su parte proponen una expresión para modelizar las tres zonas de comportamiento de la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga: subcrítica, lineal y fractura final. La expresión es la siguiente:

$$\frac{da}{dN} = A \left(\frac{G_{I_{max}}}{G_{IR}} \right)^m \frac{[1 - (\frac{G_{I_{th}}}{G_{I_{max}}})^{D_1}]}{[1 - (\frac{G_{I_{max}}}{G_{IR}})^{D_2}]} \quad (2.3)$$

donde los valores de A, m, D_1 y D_2 son parámetros característicos del material que deben ser determinados por ajuste mediante ensayos de fatiga.

Otros autores como Turon et al. [93] desarrollaron un modelo para simular la propagación del daño en fatiga de alto número de ciclos. La base de la formulación es una ley de cohesión que relaciona la fractura con los mecanismos de fallo para establecer la evolución de la variable daño en términos de velocidad de crecimiento de grieta da/dN . El estado del daño se obtiene como una función del estado de carga y de los coeficientes de la ley de Paris determinados experimentalmente. Estos autores demostraron que utilizando este modelo de daño a fatiga, los resultados obtenidos en los ensayos se pueden reproducir sin

la necesidad de otros ajustes experimentales.

Argüelles et al. [94] investigaron recientemente la iniciación y el crecimiento de grieta de un compuesto unidireccional carbono/epoxi bajo sollicitación dinámica en Modo I para diferentes coeficientes de asimetría ($R = 0,2$ y $R = 0,5$). Los objetivos del trabajo fueron: determinar el número de ciclos necesarios para iniciar la deslaminación para una tasa de relajación de energía dada y caracterizar la fase de propagación por medio de la curva de propagación de la grieta $da/dN-\Delta G$, figuras 2.17 y 2.18. También analizaron las superficies de fractura mediante un análisis fractográfico.

—cm

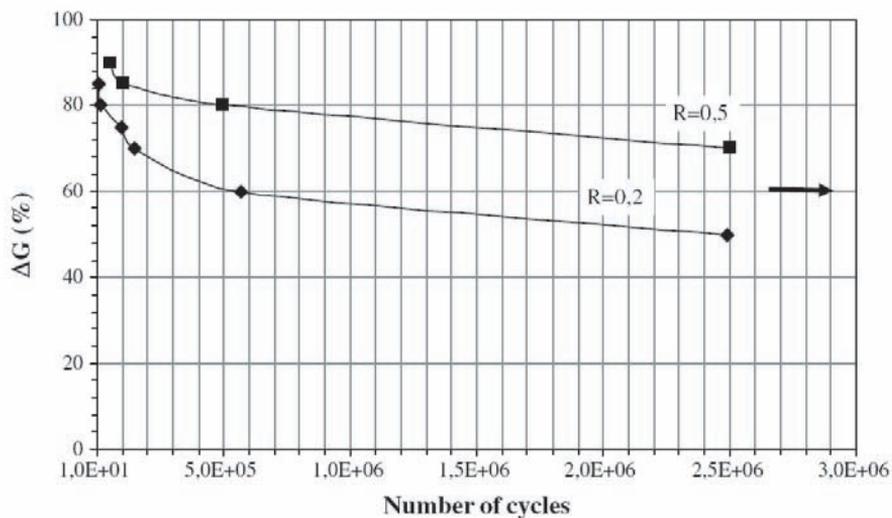


Figura 2.17: Curvas de fatiga del material ensayado [94].

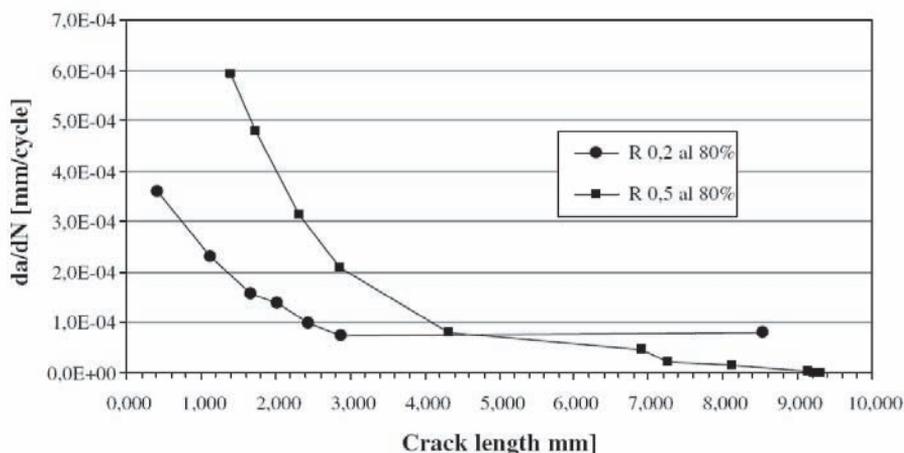


Figura 2.18: Tasa de propagación (da/dN) vs. longitud de la grieta para los coeficientes de asimetría de 0,2 y 0,5 [94].

De los ensayos realizados por Argüelles et al. [94] se concluyó que las curvas a fatiga para la iniciación de la grieta están fuertemente influenciadas por el proceso de fabricación del laminado, la acumulación de resina en el frente de grieta y probablemente por el espesor del inserto. Por lo que el análisis a fatiga de este tipo de materiales requiere ensayar un elevado número de probetas. En cuanto a la propagación de la grieta se observó que se ralentiza conforme avanza la grieta, esto puede ser debido al aumento de la flexibilidad en los brazos de la probeta bajo carga cíclica por efectos viscoelásticos o por la formación de puentes de fibra como muestran las curvas R del material.

Pagés et al. [95] trataron el tema de la fatiga en el diseño estructural con materiales compuestos, describiendo los distintos mecanismos microscópicos que conducen a la degradación del material y, posteriormente, propusieron una estrategia para predecir la esperanza de vida de un elemento estructural sometido a cargas de fatiga. A nivel microestructural, el daño en un compuesto, como propusieron Pagés et al., sólo puede obedecer a alguno de los siguientes mecanismos: rotura de fibras, formación de grietas en la matriz, rotura en la interfase entre la fibra y la matriz (“debonding”), pandeo de la fibra bajo esfuerzos de compresión y el despegue entre láminas adyacentes o deslaminación, figura 2.19.

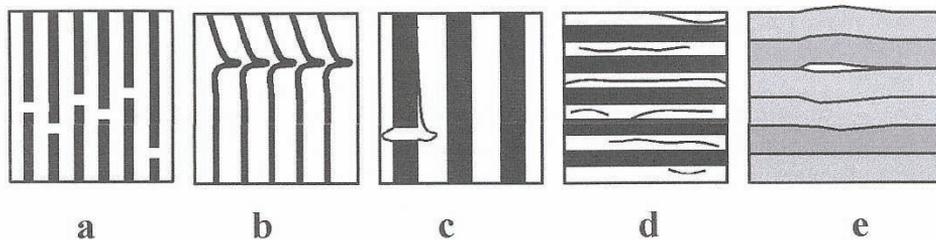


Figura 2.19: Mecanismos de daño en compuestos. a) rotura de fibras, b) pandeo de fibra por esfuerzos de compresión, c) “debonding”, d) agrietamiento de la matriz, e) deslaminación [95].

Estos autores realizaron un modelo macroscópico empírico a partir de las curvas S-N (o de Whöler) y la Ley de Goodman Modificada que permite reducir el número de ensayos necesarios. A la degradación microestructural se le asocia una variable de daño que se suele identificar con una propiedad del compuesto (resistencia o rigidez residual, S_R).

El problema del tratamiento a fatiga de los materiales compuestos se acentúa al estudiar la degradación del compuesto sometido a un estado complejo de tensiones (no coincidiendo mayoritariamente la tensión principal con dirección de la fibra). Pagés et al. [95] intentan solventar este problema dividiendo la problemática de la anisotropía de un compuesto en dos. Partiendo de las tensiones cíclicas, las curvas S-N y de la regla lineal de disminución de la resistencia residual del compuesto para cada una de las dos orientaciones, se puede conocer la degradación microestructural en la dirección de las fibras y en la perpendicular a ella. Es decir, estima el daño acumulado en los refuerzos y en la matriz por separado.

Aportaciones recientes

Estudios recientes realizados por Maillet et al. [96] demostraron la influencia que tiene la frecuencia (f) en los ensayos a fatiga en modo I. Desarrollaron una nueva metodología de ensayo basada en resonancia vibratoria donde, manteniendo las condiciones de ensayo que recomienda la norma ASTM, lograron realizar ensayos a 100Hz reduciendo notablemente el tiempo de duración de los ensayos y sin generar efectos de calor perjudiciales. En esta nueva aportación los autores observaron mediante la comparación de los resultados obtenidos con

otros resultados estándar a 10Hz, que al aumentar la frecuencia la tenacidad disminuía durante la propagación de la grieta. Mediante una modificación del método de reducción de datos lograron que ambas frecuencias fueran unificadas, obteniendo una curva G-N fidedigna y reduciendo el tiempo de ensayo en un factor de 10, figura 2.20.

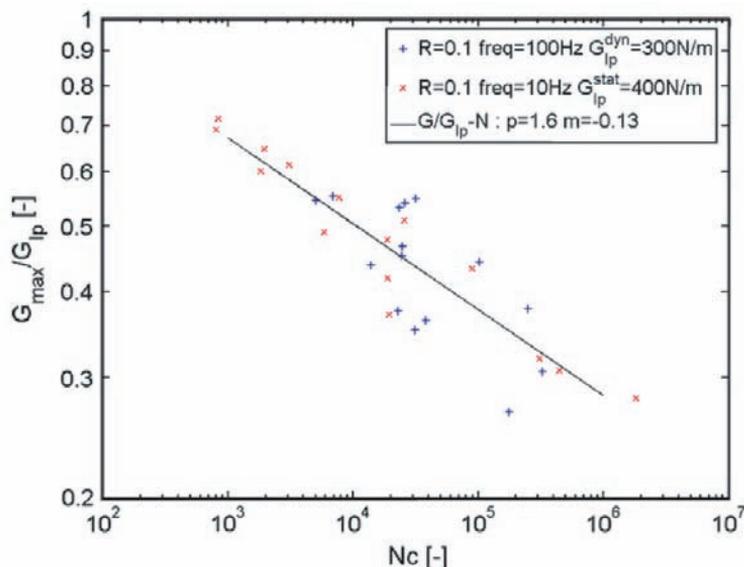


Figura 2.20: Curva G-N para frecuencias de 10Hz y 100Hz [96].

Además de la larga duración de los ensayos a fatiga, uno de los principales problemas de los ensayos de deslaminación es el seguimiento de la grieta que normalmente se realiza mediante dispositivos ópticos o mediante el método de calibración de la flexibilidad. Sans et al. [97] mediante el uso de sensores FGBs [98, 99] han superado estas limitaciones ya que proporcionan una medida directa y objetiva de las longitudes de grieta. Además este método es completamente independiente del operador y la ubicación del sensor en el centro del frente de grieta evita cualquier problema con la forma del frente de grieta que puede causar medidas erróneas cuando el seguimiento se realiza en uno de los laterales.

El estudio realizado por Sans et al. propone el uso de los sensores FGBs para seguir el crecimiento de grieta en ensayos a fatiga en modo I, calculando las curvas de tasa de crecimiento de grieta a partir de los datos obtenidos. Realizaron una comparación del método con las técnicas comunes (medidas visuales). Los resultados mostraron que, aunque todas las curvas presentaban las mismas

pendientes, los valores umbrales de tenacidad (G_{th}) son muy dependientes del método de medida utilizado. Teniendo en cuenta la elevada precisión de esta metodología, este estudio demuestra que, para los GFRP ensayados, los errores en los cálculos de G_{th} por el método visual son del orden del 11 %. Es decir, los valores de tenacidad son infraestimados por el método visual (VIS), tabla 2.6.

Specimen	Method	A_1	n	r^2	Q	m	G_{Ith} (J/m ²)
FAT1	VIS	42.47	-3.01	0.985	2.62×10^{-50}	20.57	129.93
	FBG	46.37	-4.06	0.995	4.62×10^{-50}	20.83	119.25
FAT2	VIS	46.88	-6.42	0.993	1.55×10^{-45}	18.77	135.82
	FBG	51.87	-6.42	0.997	3.64×10^{-45}	18.83	117.22
FAT3	VIS	46.12	-4.49	0.991	6.50×10^{-50}	20.74	120.34

Tabla 2.6: Resultados de G_{th} y parámetros de la ley de Paris (Q y m) obtenidos por los diferentes métodos de seguimiento de grieta [97].

2.3. Influencia de las condiciones ambientales

Las condiciones ambientales, como pueden ser la temperatura o la humedad, tienen una elevada influencia en el fenómeno de deslaminación de materiales compuestos y han de ser consideradas en función de las futuras aplicaciones de estos materiales (navales, aeronáuticas, civiles, etc.).

A continuación se presentan algunos de los estudios realizados hasta el momento donde se analiza la influencia que las condiciones ambientales tienen sobre la degradación de los materiales compuestos, en concreto, en la deslaminación bajo modo I de fractura.

Uematsu et al. [100] analizaron el comportamiento de un material compuesto reforzado con fibra de carbono unidireccional y matriz polimérica termoplástica (PEEK) a fractura interlaminar en modo I, a temperatura ambiente y a elevadas temperaturas (50, 100, 150 y 200°C). Examinaron las propiedades elásticas del material a las distintas temperaturas para evaluar el factor intensidad de tensiones, K, como un parámetro principal de los mecanismos de fractura. De las conclusiones obtenidas en su trabajo se puede destacar que demostraron que la tenacidad a la fractura aumenta a elevadas temperaturas para este tipo de material, mientras que por encima de los 150°C (423K), la fluencia debilita la resistencia al agrietamiento a bajas velocidades de carga. Además bajo cargas

continuas y a elevadas temperaturas, la deformación a fluencia de la matriz se limita cerca de la punta de la grieta como resultado de las restricciones de las fibras, por lo cual aparecen las condiciones de fluencia a pequeña escala (SSC), y se produce una buena correlación de la tasa de propagación de la grieta con el factor de intensidad de tensiones.

Cowley et al. [101] analizaron la resistencia a la fractura interlaminar en modos I y II de dos composites (ITA/IM8 y 954-2/IM8, ambos con dos configuraciones de laminado $[0^\circ]_{24}$ y $[0_8/90/0_8]$) a temperatura ambiente y a elevadas temperaturas (60, 80 y 100°C). Al igual que demostraron Uematsu et al. [100], observaron un aumento de la tenacidad en modo I al incrementarse la temperatura de ensayo. En la figura 2.21 se presentan los resultados obtenidos para la configuración unidireccional de ambos materiales.

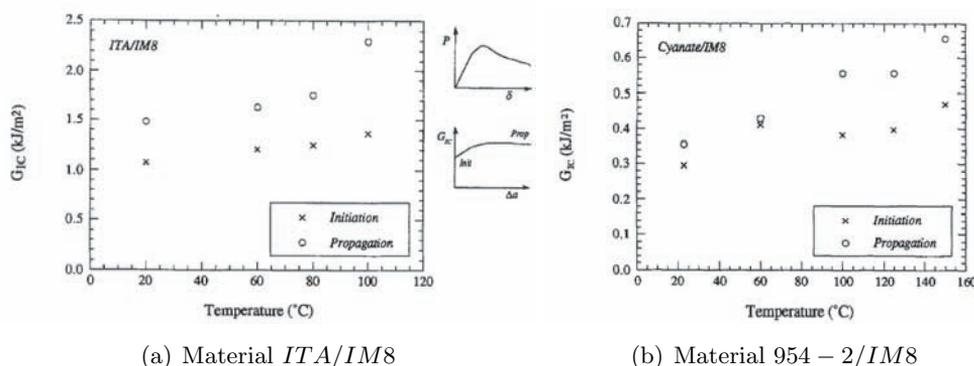


Figura 2.21: Tenacidad a la fractura interlaminar en modo I en función de la temperatura de ensayo [101].

Ashcroft et al. [102], llevaron a cabo ensayos a fractura en modo I estático en materiales compuestos reforzados con fibra de carbono y matriz polimérica. Las probetas DCB estaban constituidas por dos laminados reforzados con fibras unidireccionales de 2 mm de espesor cada uno, unidos en el plano medio por una capa de resina epoxi. Los ensayos se realizaron a distintas temperaturas: -50 , 22 y 90°C , que es el rango de temperaturas típico de los límites esperados por una aeronave. En los ensayos estáticos se observaron que los modos de fractura, la zona de fallo y la energía de fractura están totalmente influenciadas por la temperatura: a bajas temperaturas (-50°C) predomina la fractura frágil mientras que a 22°C existe un crecimiento de grieta discontinuo tipo “stick-slip”. A 90°C se promueve un crecimiento de grieta estable y dúctil. También la zona de

fractura varía con la temperatura cambiando de dentro del compuesto a bajas temperaturas, a la zona del adhesivo a elevadas temperaturas.

Posteriormente Ashcroft et al. [103] realizaron ensayos a fatiga a partir de los datos obtenidos en los ensayos estáticos. Observaron que a medida que aumenta la temperatura aumenta G_{th} y disminuye la relación G_{th}/G_{IC} , figura 2.22. También se observó que la zona de rotura, al igual que ocurría en los ensayos estáticos, se transfiere del composite a la zona del adhesivo conforme aumenta la temperatura. En todos los casos se observaron predicciones razonables, excepto para las muestras ensayadas a 90°C , en las que se produjo una rotura prematura probablemente debido a los efectos de la fluencia en el adhesivo.

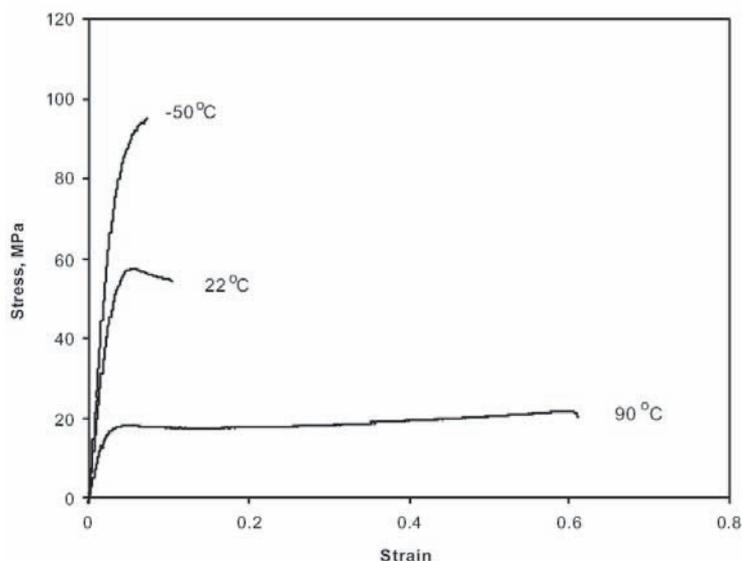


Figura 2.22: Curvas *tensión – deformación* para el adhesivo a las distintas temperaturas objeto de estudio [103].

La investigación experimental ha demostrado que la temperatura, en el rango visto de aplicaciones aeroespaciales, tiene un efecto significativo en la propagación de grietas a fatiga en uniones de CFRP.

Otros autores como Sjögren et al. [104] analizaron los efectos de la temperatura (20 y 100°C) en compuestos carbono/epoxi bajo cargas a fatiga en modo I, modo II y modo mixto. Para la realización de los ensayos a fatiga utilizaron los valores de G_C obtenidos en investigaciones previas realizadas con el mismo

material y mismas temperaturas de ensayo por Asp [105] y Juntti et al. [106]. Posteriormente realizaron un análisis fractográfico de las probetas ensayadas previamente para relacionar los resultados obtenidos con los mecanismos de daño observados en las superficies de fractura.

En las tablas 2.7 y 2.8 se presentan los resultados obtenidos durante los ensayos estáticos y a fatiga respectivamente.

Método de ensayo	Tasa de relajación de energía crítica, G_c (J/m^2)	
	20°C	100°C
DCB, puro Modo I	260 (± 10)	249 (± 26)
MMB; $G_{II}/G = 0,5$	447 (± 23)	535 (± 26)
ENF, puro Modo II	1002 (± 63)	701 (± 84)

*Los valores entre paréntesis indican la variación estándar para 5 probetas.

Tabla 2.7: Resultados de los ensayos estáticos a deslaminación interlaminar [104].

Método de ensayo	20°C			100°C		
	C	r	$G_{th}(J/m^2)$	C	r	$G_{th}(J/m^2)$
DCB	$1.2 \cdot 10^{-7}$	5.5	60	$4.2 \cdot 10^{-6}$	4.2	30
MMB	$2.5 \cdot 10^{-7}$	6.3	66	$1.4 \cdot 10^{-6}$	4.6	42
ENF	$7.5 \cdot 10^{-7}$	4.4	100	$9.1 \cdot 10^{-7}$	4.6	70

Tabla 2.8: Constantes de la vida a fatiga (ley de Paris modificada) y valores de G_{th} [104].

Sjögren et al. [104] observaron que los valores de G_{th} están significativamente afectados por la carga a fatiga siendo notablemente inferiores a los valores críticos (G_C) obtenidos en los ensayos estáticos para los tres modos ensayados. En cuanto a la influencia de la temperatura en la resistencia a la fractura en modo I a fatiga observaron una disminución de los valores de G_{th} con el aumento de la temperatura. En las superficies de fractura analizadas para este modo no apreciaron una influencia de la temperatura, observando las mismas morfologías que en el modo I estático.

Asp [105] además de evaluar los efectos de la temperatura, también investigó la influencia de la humedad en la resistencia a la deslaminación interlaminar de materiales compuestos de carbono/epoxi bajo cargas estáticas en modos I,

II y mixto. Los ensayos se realizaron a -50°C , 20°C y 100°C , con probetas secas y con una humedad relativa del 95%. La configuración de los laminados era $[0_{12}/\!(\pm 5/0_4)_s]$. Realizaron dos tipos de ensayos, unos basados únicamente en la carga y otros basados en la carga y el desplazamiento. En las tablas 2.9 y 2.10 se presentan los resultados obtenidos para las distintas metodologías de ensayo, para el modo I de carga.

Temperatura de ensayo ($^{\circ}\text{C}$)	Muestras secas		Muestras húmedas	
	G_{IC} (J/m^2)	G_{IS} (J/m^2)	G_{IC} (J/m^2)	G_{IS} (J/m^2)
-50	242.4 ($\pm 26,8$)	251.1 ($\pm 19,4$)	229.8 ($\pm 12,4$)	243.9 ($\pm 3,1$)
20	219.5 ($\pm 29,9$)	229.4 ($\pm 24,8$)	229.7 ($\pm 13,6$)	248.3 ($\pm 9,9$)
100	249.1 ($\pm 25,9$)	263.5 ($\pm 14,3$)	261.9 ($\pm 30,4$)	313.7 ($\pm 19,5$)

*Los valores entre paréntesis indican la variación estándar para 5 probetas.

Tabla 2.9: Resultados de los ensayos basados en las medidas de carga y desplazamiento, para las probetas secas y húmedas ensayadas en modo I, ensayo DCB [105].

Temperatura de ensayo ($^{\circ}\text{C}$)	Muestras secas		Muestras húmedas	
	G_{IC} (J/m^2)	G_{IS} (J/m^2)	G_{IC} (J/m^2)	G_{IS} (J/m^2)
-50	201.5 ($\pm 26,1$)	205.4 ($\pm 17,8$)	209.5 ($\pm 28,9$)	241.8 ($\pm 15,7$)
20	207.7 ($\pm 19,2$)	230.6 ($\pm 18,2$)	192.1 ($\pm 6,4$)	237.8 ($\pm 9,2$)
100	256.7 ($\pm 25,6$)	298.6 ($\pm 32,4$)	227.5 ($\pm 21,3$)	313.0 ($\pm 45,1$)

*Los valores entre paréntesis indican la variación estándar para 5 probetas.

Tabla 2.10: Resultados de los ensayos basados en las medidas de carga, para las probetas secas y húmedas ensayadas en modo I, ensayo DCB [105].

En su estudio, Asp [105] comprobó que los valores de G_{IC} no se ven afectados por los cambios de humedad pero sí detectó que aumentaba ligeramente a elevadas temperaturas, tanto en la iniciación como durante la propagación de la grieta. También observó que durante la propagación de la grieta, aumentaba la formación de puentes de fibra al aumentar la temperatura y el contenido en humedad. También demostró que los métodos basados únicamente en la carga ofrecen resultados poco fiables.

Pavlick et al. [107] analizaron la influencia de la temperatura y del espesor del material de un composite grafito/epoxi sometido a deslaminación estática bajo modo I. Las temperaturas de ensayo fueron de -196 , 22 y 196°C y las configuraciones del laminado eran de 8 y 16 capas. A partir de los resultados obtenidos observaron que los valores de tenacidad para los dos laminados

aumentan al subir la temperatura de ensayo debido a un incremento de la ductilidad de la matriz. No se observó influencia del espesor del laminado, excepto en los ensayos realizados a 196°C, donde el material con mayor número de capas presentó una mayor resistencia a la deslaminación, tabla 2.11.

8-ply IM7/977-2 [0 ₃ / + 3/ - 3/0 ₃]		16-ply IM7/977-2 [0 ₇ / + 3/ - 3/0 ₇]	
Temperature °C (°F)	G _I J/m ² (Ib/in)	Temperature °C (°F)	G _I J/m ² (Ib/in)
-189.5 (-309.1)	241.9 (1.382)	-191.0 (-311.7)	266.4 (1.521)
26.1 (78.9)	297.3 (1.698)	21.5 (70.7)	316.4 (1.806)
N/A	N/A	94.3 (201.8)	390.0 (2.227)
157.9 (316.1)	577.0 (3.295)	165.1 (329.1)	709.4 (4.051)

Tabla 2.11: Tenacidad a la fractura interlaminar en función de la temperatura y espesor del material IM7/977-2 [107].

Algunos autores analizaron el efecto de las bajas temperaturas y temperaturas criogénicas en la deslaminación de composites debido, en gran parte, a las condiciones de trabajo de una aeronave.

Perrin et al. [108] realizaron ensayos en modo I bajo cargas estáticas a temperatura ambiente y a -40°C en un material compuesto de fibra de vidrio y matriz de polipropileno que fue fabricado utilizando tres condiciones diferentes de moldeo: NM (moldeo normal), SC (enfriado lentamente) y LT (baja temperatura). En la tabla 2.12 se presentan los valores de G_{IC} obtenidos durante la iniciación y los valores medios obtenidos en la propagación de la grieta para las distintas temperaturas y condiciones de moldeo analizadas.

Temperatura de ensayo	Condiciones de moldeo	$G_{IConset}$ (J/m ²)	G_{ICprop} (J/m ²)
23°C	NM	1270	2000
	SC	200	770
	LT	220	960
-40°C	NM	1060	1900
	SC	220	920
	LT	230	900

Tabla 2.12: Valores de G_{IC} durante la iniciación y propagación de la deslaminación [108].

De los resultados obtenidos por Perrin et al. se puede observar que los valores de tenacidad aumentan ligeramente con la disminución de la temperatura de ensayo, excepto para la condición de moldeo NM. Para las temperaturas analizadas y las diferentes condiciones de moldeo observaron, al igual que otros investigadores, que los valores de tenacidad durante la propagación de la grieta son mayores que durante la iniciación debido a la formación de puentes de fibra.

Otros autores como Kalarikkal et al. [109] realizaron estudios sobre la influencia de las temperaturas criogénicas ($-196^{\circ}C$) en la tenacidad a la fractura interlaminar en materiales compuestos. Ensayaron distintos tipos de probeta DCB de grafito y resina epoxi. Adicionalmente, también obtuvieron la tenacidad a la fractura de algunos tejidos de compuestos y probetas tratadas con nanopartículas ($38\mu mm$ de Al_2O_3) en la intercara de la capa, para determinar su efecto en la tenacidad a la fractura.

Los valores de G_{IC} obtenidos por Kalarikkal et al. [109] para las probetas unidireccionales muestran que las probetas 90D90 ofrecen una mayor resistencia a la fractura comparada con las muestras 0D0 (unidireccionales). En cuanto a la influencia de la temperatura, observaron que todos los laminados muestran un deterioro de la tenacidad a temperaturas criogénicas, excepto el tejido. En la tabla 2.13 se presentan los resultados obtenidos por los autores para ambas temperaturas.

Probeta	Tenacidad a la fractura G_{IC} (N/m)		Variación respecto a la temperatura ambiente G_{IC} (%)
	Temperatura ambiente	Temperatura criogénica (77K)	
0D0	225 (1,28)	164 (0,94)	-27
90D90	395 (2,25)	236 (1,34)	-40
90T0	177 (1,01)	174 (0,99)	-2
0D0 20% nano	216 (1,23)	189 (1,08)	-12
0D0 9% nano	443 (2,53)	251 (1,43)	-43
TEX	422 (2,41)	827 (4,72)	96

Tabla 2.13: Efecto de la temperatura criogénica en la tenacidad [109].

Los resultados de este estudio señalan las ventajas potenciales del uso de tejidos de compuestos en estructuras a temperaturas criogénicas.

Sumikawa et al. [110] investigaron teórica (CBT) y numéricamente (me-

diante un análisis de elementos finitos) el comportamiento frente al daño y a la fractura interlaminar de compuestos laminados reforzados con tejidos de fibra de vidrio y matriz polimérica (GFRP) a temperaturas criogénicas en probetas tipo CT (Compact Tension). Dichos resultados se compararon con un análisis experimental efectuado en investigaciones previas realizadas por Shindo et al. [111] donde los valores de G_{IC} fueron calculados mediante el método BT (Teoría de la Viga).

Las temperaturas de ensayo fueron: temperatura ambiente (22°C), temperatura del nitrógeno líquido (-196°C) y temperatura del helio líquido (-269°C). Utilizaron dos compuestos de tejidos de fibra de vidrio y resina epoxi (bisfenol-A) con diferente grosor, anchura y distintas fracciones volumétricas, del 47 % para el compuesto denominado G-11 y del 56 % para el denominado *SL – EC*.

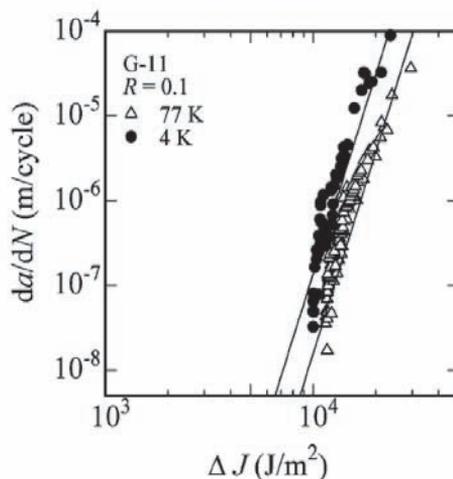
Sumikawa et al. [110] demostraron en su estudio una buena concordancia entre los resultados numéricos obtenidos por la Teoría de la Viga Modificada (CBT) y el análisis lineal de elementos finitos (linear FEA), tabla 2.14.

	P_c (N)	a_c (mm)	G_{IC} (kJ/m ²)		
			Linear FEA	CBT	BT [111]
RT	86.4	15.5	0.450	0.505	0.385
	96.4	14.9	0.576	0.584	0.445
77 K	128.8	13.4	0.629	0.652	0.517
	145.1	12.8	0.730	0.760	0.603
	164.6	13.1	0.983	1.021	0.818
4 K	114.1	13.3	0.441	0.460	0.376
	115.7	13.3	0.454	0.473	0.384

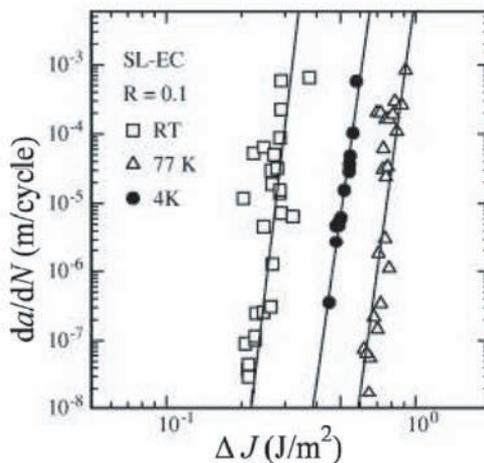
Tabla 2.14: Tenacidad a la fractura del *SL – EC* (Sumikawa et al.[110])

De los resultados obtenidos cabe destacar que al igual que Perrin et al. [108] y que Kalarikkal et al. [109], el material analizado por Sumikawa et al. presenta un aumento de la tenacidad con la disminución de la temperatura de ensayo. Cabe destacar que todas las configuraciones de laminado utilizadas por los autores eran tejidos, excepto Perrin et al., que utilizaron composites unidireccionales pero con distintas condiciones de moldeo (SC y LT). También cabe destacar que el análisis de elementos finitos realizado puede ser utilizado para predecir las zonas de daño y los valores de G_{IC} .

Basándose en el estudio realizado por Sumikawa et al., Shindo et al. investigaron la influencia de las temperaturas criogénicas en el comportamiento a fractura interlaminar en modo I, pero bajo cargas dinámicas empleando los mismos materiales, *G – 11* [112] y *SL – EC* [113]. En la figura 2.23 se presentan las curvas $da/dN - \Delta J$ obtenidas para cada material a las diferentes temperaturas de ensayo.



(a) Material *G – 11* [112]



(b) Material *SL – EC* [113]

Figura 2.23: Tasas de crecimiento de grieta a fatiga para los materiales *G – 11* [112] y *SL – EC* [113].

De los resultados obtenidos se puede observar como las tasas de crecimiento de grieta son mucho más bajas al disminuir la temperatura de ensayo respecto a la temperatura ambiente, para ambos materiales. Además al igual que ocurría en los ensayos estáticos [110] se observa un aumento de la resistencia al crecimiento de grieta al disminuir de la temperatura ambiente a 77K (-196°C). Sin embargo, a 4K (-269°C) la resistencia disminuye respecto a 77K para ambos materiales. Este comportamiento es atribuido a una rotura molecular por congelación de la matriz de resina epoxy a la temperatura de 4K.

Recientemente los mismos autores han realizado una investigación donde emplearon condiciones similares de ensayo y uno de los materiales (G-11). Estudiaron la posibilidad de controlar la deslaminación en modo I a temperatura ambiente [114] y a temperaturas criogénicas [115] con actuadores piezoeléctricos de cerámica. Demostraron, en ambos casos, que bajo determinadas condiciones era posible controlar las tasas de relajación de energía en modo I en las probetas DCB mediante el campo eléctrico proporcionado por los actuadores.

Además de la temperatura, Franco et al. [116] analizaron el contenido en humedad. Para ello, realizaron una investigación consistente en el análisis fractográfico de las superficies de fractura. Este estudio, permite relacionar la resistencia a fatiga en distintas condiciones ambientales a partir del análisis fractográfico realizado. Las temperaturas de ensayo utilizadas fueron: -55°C, 20°C y 80°C, las condiciones de humedad fueron: seco y con un 75% de humedad, y el material estaba compuesto de fibra de carbono y matriz PPS con una configuración (0, 90, 45)_s.

De los ensayos se puede observar que: a -55°C, la humedad parece aumentar la resistencia a la fatiga en comparación con los resultados obtenidos sin humedad. A 20°C y principalmente a 80°C la humedad es un factor de degradación para la resistencia a fatiga de los compuestos. La temperatura ambiente es la única donde los compuestos muestran una mayor resistencia a la fatiga, sin importar el contenido en humedad. Por tanto, la influencia del contenido de humedad en la vida a fatiga del material analizado depende de la temperatura. En general, para el material analizado observaron que, a temperaturas por debajo del punto de congelación del agua, la humedad potencia la resistencia a fatiga y por encima de esta temperatura la humedad disminuye la resistencia.

La fractografía permitió a los autores identificar donde ocurría preferente-

mente la rotura: a -55°C , la rotura es frágil y se produce principalmente en la matriz. A 20°C , la fractura es dúctil y principalmente se produce en la intercara. A 80°C , la fractura es frágil y se produce principalmente en la matriz. El análisis fractográfico también señaló las características que explican porque la rotura ocurre en cada componente del compuesto.

Davidson et al. [117] determinaron la tenacidad a la fractura interlaminar en modo I de un material compuesto carbono/epoxi en un rango de ambientes típicos de las condiciones de operación de aeronaves y naves espaciales. Ensayaron probetas tipo DCB secas y saturadas a -43 , 21 y 98°C , y a 125°C , secas.

Para obtener los valores de G_{IC} utilizaron un método de reducción de datos (LBCC) que los autores determinaron que obtenía con precisión la tenacidad en las diferentes condiciones de ensayo en una investigación paralela [118].

En la figura 2.24 se presentan las curvas de resistencia obtenidas en el estudio para las distintas condiciones de ensayo, siendo: LTD (-43°C , seco), LTW (-55°C , húmedo), RTD (21°C , seco), RTW (-21°C , húmedo), ETD (98°C , seco), ETW (98°C , húmedo) y HTD (125°C , seco).

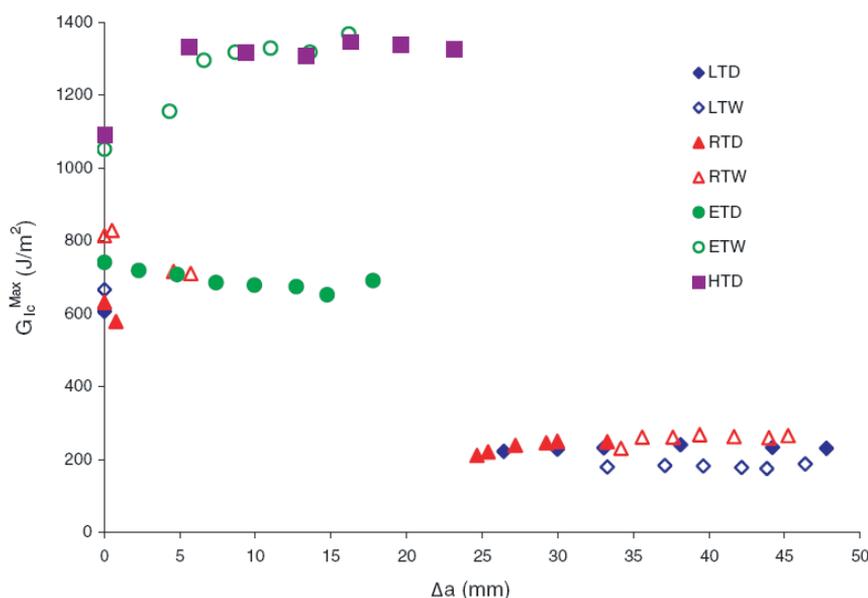


Figura 2.24: Curvas de Resistencia para las distintas condiciones de ensayo [117].

De los resultados obtenidos por Davidson et al. se puede observar como los valores de G_{IC} aumentan con el aumento de temperatura que se corresponde con un incremento de la ductilidad de la matriz. La humedad no influye de manera significativa excepto para la temperatura de 98°C donde disminuye notablemente la tenacidad respecto a la misma temperatura en seco. Cabe destacar que para los ensayos realizados a temperatura ambiente y bajas temperaturas las curvas de resistencias muestran una tendencia atípica, decrecen con el avance de la grieta. Este comportamiento es debido, según el análisis fractográfico realizado por los autores, a que la grieta se inicia a partir del inserto con una punta roma en una región (relativamente) dúctil, la propagación sin embargo, una vez iniciada la deslaminación se produce a partir de un frente de grieta afilado y en una región más frágil.

Algunos investigadores como Selzer y Friedrich [119] analizaron la influencia de la humedad en las propiedades mecánicas y el comportamiento a fractura en modo I y II de compuestos FRP. En su investigación utilizaron tres tipos de materiales compuestos, dos de ellos con matriz termoestable (epoxi y epoxi modificada) y uno termoplástica (PEEK), todos ellos con refuerzo de fibra de carbono y distintas configuraciones del laminado. Para analizar las propiedades mecánicas estos autores también realizaron ensayos a tracción, compresión y fatiga.

La saturación de las probetas se realizó con agua a diferentes temperaturas y demostraron que esta condición no tenía influencia en el comportamiento de los laminados. De las conclusiones obtenidas, y en cuanto a la deslaminación en modo I se refiere, cabe destacar que la humedad no influye en el comportamiento a fractura del laminado con matriz termoplástica. En cuanto a los laminados de matrices termoestables, sólo se ven afectados por la absorción de humedad en los materiales cuyas fibras están orientadas perpendicularmente a la carga, disminuyendo la adhesión fibra/matriz.

Otros autores como Cândido et al. [120] realizaron recientemente, un estudio sobre los efectos higrotérmicos en laminados carbono/epoxi con distintos tipos de bordes (mecanizados y moldeados, lijados). Realizaron ensayos a tracción de tres tipos de probetas $[45/90/0/-45]_s$, $[0/90/+45/-45]_s$ y $[+45/-45/0/90]_s$.

Los compuestos de matriz polimérica, cuando se exponen a condiciones de humedad y temperatura, se someten a cambios en el estado tensional y dimen-

sionales debido a que la humedad induce hinchamiento y expansión térmica. Los resultados obtenidos por Cândido et al. [120] indican que la humedad puede aumentar o disminuir la resistencia a tracción estática de los laminados con bordes moldeados o mecanizados dependiendo del mecanismo que predomine (endurecimiento de la matriz o degradación de la intercara) que, a su vez, depende de la secuencia de apilamiento y el tipo de acabado de los bordes.

En general, los resultados obtenidos por Cândido et al. muestran que el contenido en humedad del compuesto aumenta rápidamente con el tiempo en la primera semana de acondicionamiento higrotérmico y alcanza el nivel de equilibrio después de 4 semanas de exposición a un ambiente de elevada humedad. También los resultados indican que la secuencia de apilamiento y la orientación de las fibras influyen en el proceso de absorción de la humedad, como comprobaron Selzer et al. [119]. Una distribución no favorable de fibras y matriz en la región de los bordes libres, con la presencia de zonas ricas en resina en la capa superior e inferior del laminado de bordes moldeados, puede explicar la disminución de la resistencia a tracción, de aproximadamente un 20 %, en comparación con los laminados de bordes mecanizados. No obstante, esta última explicación requiere de una mayor investigación según los autores.

En base a la literatura consultada, cabe destacar que la temperatura tiene una gran influencia en el comportamiento de los materiales compuestos frente a la deslaminación, mucho mayor que la influencia de la humedad que, por norma general, está condicionada por la temperatura de ensayo.

Capítulo 3

Descripción de los materiales empleados

3.1. Descripción

En la caracterización del comportamiento ante el proceso de deslaminación de los materiales compuestos es importante conocer la influencia de los materiales constituyentes. En particular, el comportamiento de la matriz juega un papel esencial en la determinación de la resistencia a la deslaminación.

El material más común usado como matriz para la fabricación de laminados es la resina epoxi que consiste en un polímero termoestable frágil que apenas sufre deformación ni plastificación antes del fallo aportando una buena resistencia a la deslaminación.

Para el desarrollo de la presente tesis se han empleado dos materiales compuestos de calidad aeronáutica fabricados a partir de preimpregnados comerciales.

El material base empleado fue fabricado por *Hexcel Composites*. Uno de ellos está compuesto por cinta preimpregnada de resina epoxi 3501 – 6 y refuerzo de fibra de carbono tipo AS4 (comercialmente denominado *Hexply*® AS4/3501-6 RC37 AW190) y el otro sistema está compuesto por cinta preimpregnada de resina epoxi 8552 y refuerzo de fibra de carbono tipo AS4 (comercialmente denominado *Hexply*® AS4/8552 RC34 AW196). Para ambos compuestos el refuerzo es unidireccional de fibra carbono de alta resistencia y alta deformación,

fabricado utilizando poliacrilonitrilo (PAN) como precursor, cuyas propiedades (de acuerdo con el fabricante) se muestran en la tabla 3.1.

Propiedad	Valor SI
Resistencia a tracción	4433 (MPa)
Módulo elástico	231 (GPa)
Deformación máxima	1.8 %
Densidad	1.79 (g/cm^3)
Peso/longitud	
3K	0.210 (g/m)
6K	0.427 (g/m)
12K	0.858 (g/m)
Rendimiento aproximado	
3K	4.76 (m/g)
6K	2.34 (m/g)
12K	1.17 (m/g)
Área transversal Tow	
3K	0.12 (mm^2)
6K	0.24 (mm^2)
12K	0.48 (mm^2)
Diámetro del filamento	7.1 micras
Contenido de carbono	94 %

Tabla 3.1: Propiedades de la fibra de carbono AS4.

En la figura 3.1 se muestra una imagen del corte transversal de las fibras de carbono donde se puede apreciar su microestructura interna:

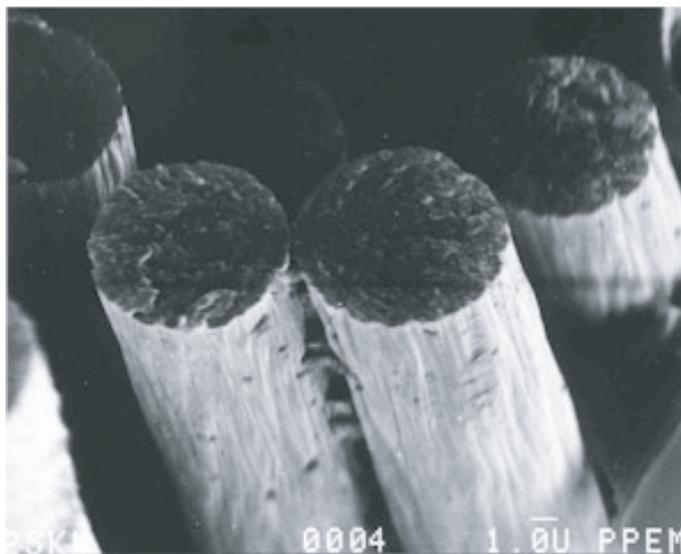


Figura 3.1: Imagen SEM del corte transversal de fibras de carbono (Advanced Composite Manufacturing Centre).

El proceso de fabricación de ambos materiales consiste en el apilamiento secuencial de láminas de preimpregnado y curado mediante autoclave que permite altos volúmenes de fibra y bajo contenido en poros, resultando una fracción volumétrica de fibra de carbono del 62% para el material AS4/3501-6 y del 60% para el material AS4/8552.

La configuración del laminado para ambos compuestos es de 32 láminas con 0° de orientación (16 láminas a 0°/*inserto*/16 láminas a 0°), empleando un film desmoldeante de 13 μm de espesor (*RF* – 242 Tygavac) para crear la deslaminación artificial de las probetas para los ensayos de crecimiento de grieta, como se puede observar en la figura 3.2.

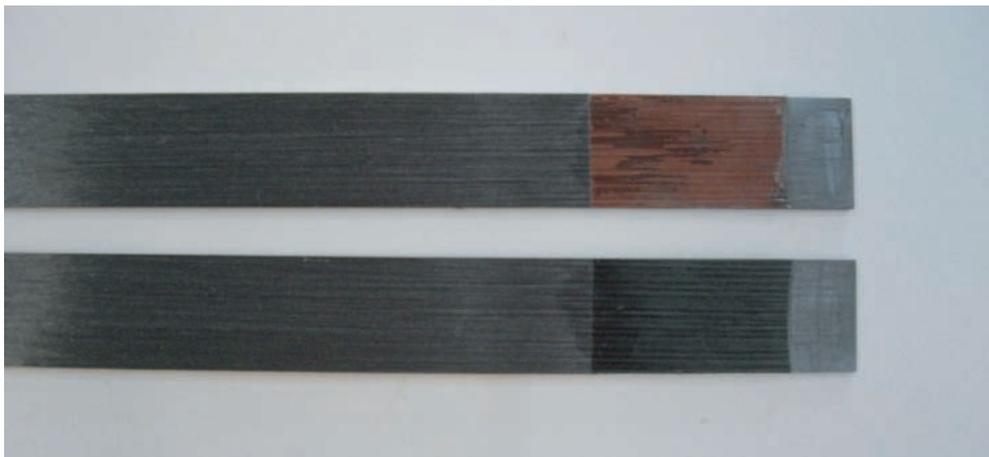


Figura 3.2: Film desmoldeante (RF-242 Tygavac) en probeta completamente deslaminada.

3.2. Material AS4/3501-6

Este material se compone de fibra de carbono unidireccional tipo AS4 y matriz de resina epoxi tipo 3501-6. El nombre comercial del compuesto es AS4/3501-6, también denominado en el presente trabajo como “L”, siendo la identificación de las probetas para este material 5LX/XX/XX, que corresponde a 5LX/nº de panel/orden de probeta.

De acuerdo con la información obtenida del fabricante del preimpregnado, la resina 3501 – 6 es una resina epoxi curada por amina reforzada habitualmente con fibras de carbono o vidrio, unidireccionales o formando tejidos. Esta resina fue desarrollada para trabajar en condiciones de temperatura inferiores a $177^{\circ}C$. El compuesto AS4/3501-6 está recomendado para aplicaciones estructurales de propósito general. En la tabla 3.2 se presentan las propiedades de la resina pura proporcionadas por el fabricante.

Propiedad	Valor SI
Densidad	1.265 (g/cm^3)
Temperatura de transición vítrea en seco	210 ($^{\circ}C$)
Temperatura de transición vítrea en húmedo	151 ($^{\circ}C$)
Resistencia a tracción	45.51 (MPa)
Módulo elástico	4.24 (GPa)
Deformación máxima	1.10 (%)
Tenacidad a fractura, K_{IC}	0.454 (MPa \sqrt{m})
Tasa de liberación de energía, G_{IC}	128.13 (J/m^2)
Tiempo de gel	4-10 (min)

Tabla 3.2: Propiedades de la resina pura 3501-6.

El laminado fabricado para este trabajo es simétrico, de estructura $[0^{\circ}]_{16/S}$. Los laminados fueron caracterizados previamente con el objeto de determinar las constantes elásticas y resistencias últimas en dirección longitudinal (dirección de las fibras) y transversal de acuerdo a la norma ASTM D 3039 [121] y a cortadura utilizando la norma ASTM D 3518 [122].

En la tabla 3.3 se muestran los resultados medios obtenidos a partir de los 7 ensayos realizados para la determinación de cada constante.

Propiedad	Valor SI
Módulo elástico longitudinal, E_{11}	131 (GPa)
Módulo elástico transversal, E_{22}	8.9 (GPa)
Resistencia a tracción longitudinal, σ_{11}	1954 (MPa)
Resistencia a tracción transversal, σ_{22}	24 (MPa)
Módulo de elasticidad a cortadura, G_{12}	5.09 (GPa)
Tensión de rotura a cortadura, τ_{12}	79.3 (MPa)

*11- paralelo a las fibras, 22- perpendicular a las fibras

Tabla 3.3: Propiedades mecánicas del laminado AS4/3506-1.

3.3. Material AS4/8552

Material compuesto de fibra de carbono tipo AS4 y matriz de resina epoxi tipo 8552. El nombre comercial del compuesto es AS4/8552, también denominado en el presente trabajo como “K”, siendo la identificación de las probetas para este material 5KX/XX/XX, que corresponde a 5KX/nº de panel/orden de probeta.

De acuerdo con la información obtenida por el fabricante del preimpregnado, la resina 8552 es una resina epoxi curada por amina reforzada habitualmente con fibras de carbono o vidrio, unidireccionales o formando tejidos. Esta resina fue desarrollada para trabajar en aplicaciones estructurales que requieran alta resistencia, rigidez y tolerancia al daño. La temperatura límite de servicio de esta resina es de 121°C . Las propiedades básicas de la matriz proporcionadas por el fabricante se muestran en la siguiente tabla 3.4:

Propiedades	Valor SI
Densidad	1.301 (g/cm^3)
Temperatura de transición vítrea en seco	200 ($^{\circ}\text{C}$)
Temperatura de transición vítrea en húmedo	154 ($^{\circ}\text{C}$)
Resistencia a tracción	121 (MPa)
Módulo elástico	4.67 (GPa)
Deformación máxima	1.7 (%)
Tenacidad a fractura, K_{IC}	1.62 ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)
Tasa de liberación de energía, G_{IC}	679.7 (J/m^2)
Tiempo de gel	13 (min)

Tabla 3.4: Propiedades mecánicas de la resina pura 8552.

El laminado fabricado para este trabajo es simétrico de estructura $[0^{\circ}]_{16/S}$. Los laminados fueron caracterizados previamente con el objeto de determinar las constantes elásticas y resistencias últimas en dirección longitudinal (dirección de las fibras) y transversal de acuerdo a la norma ASTM D 3039 [121] y a cortadura utilizando la norma ASTM D 3518 [122].

En la tabla 3.5 se muestran los resultados medios obtenidos a partir de los 7 ensayos realizados para la determinación de cada constante.

Propiedad	Valor SI
Módulo elástico longitudinal, E_{11}	144 (GPa)
Módulo elástico transversal, E_{22}	10.6 (GPa)
Resistencia a tracción longitudinal, σ_{11}	1703 (MPa)
Resistencia a tracción transversal, σ_{22}	30.8 (MPa)
Módulo de elasticidad a cortadura, G_{12}	5.36 (GPa)
Tensión de rotura a cortadura, τ_{12}	67.7 (MPa)

*11- paralelo a las fibras, 22- perpendicular a las fibras

Tabla 3.5: Propiedades mecánicas del laminado AS4/8552.

Capítulo 4

Descripción de los ensayos

4.1. Geometría de las probetas

Para caracterizar la deslaminación en modo I tanto estáticamente como a fatiga, se utilizaron probetas tipo DCB (Double Cantilever Beam) de acuerdo con las normas ASTM D 5528-01 [17] y ASTM D 6115-97 [18], respectivamente.

La geometría de las probetas DCB (también denominadas doble viga en voladizo) consisten en un compuesto laminado rectangular, de espesor uniforme (h) y refuerzo unidireccional, con un inserto no adhesivo de longitud a_0 contenido en su plano medio, que sirve como iniciador de la deslaminación, como se observa en la figura 4.1.

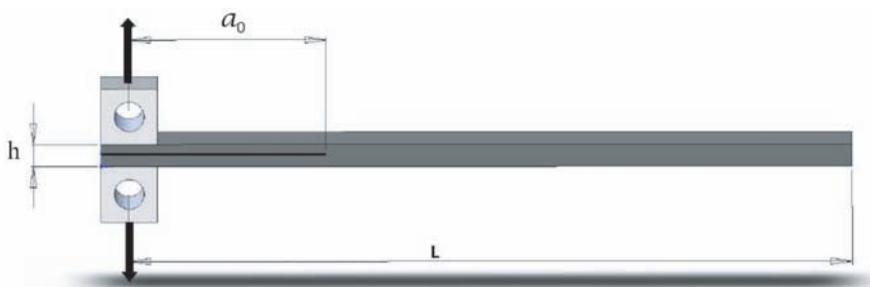


Figura 4.1: Probeta DCB con inserto y bloques de carga.

De acuerdo con la norma [17], el laminado objeto de ensayo debe contener un número par de láminas unidireccionales. En el presente trabajo la configuración del laminado para ambos materiales consiste en 32 láminas con 0° de

orientación donde se colocó un inserto antiadherente en el plano medio del laminado durante el proceso de fabricación [16 láminas a 0° /inserto/16 láminas a 0°].

En las probetas utilizadas en el presente estudio se empleó un film desmoldeante de fluoropolímero (*RF - 242 Tygavac*) de $13\mu m$ de espesor. En el extremo de la probeta, por el lado del film desmoldeante, se colocan unas bisagras o bloques para permitir su sujeción a la máquina de ensayo.

Las dimensiones normalizadas de esta configuración de probeta son las siguientes (figura 4.2):

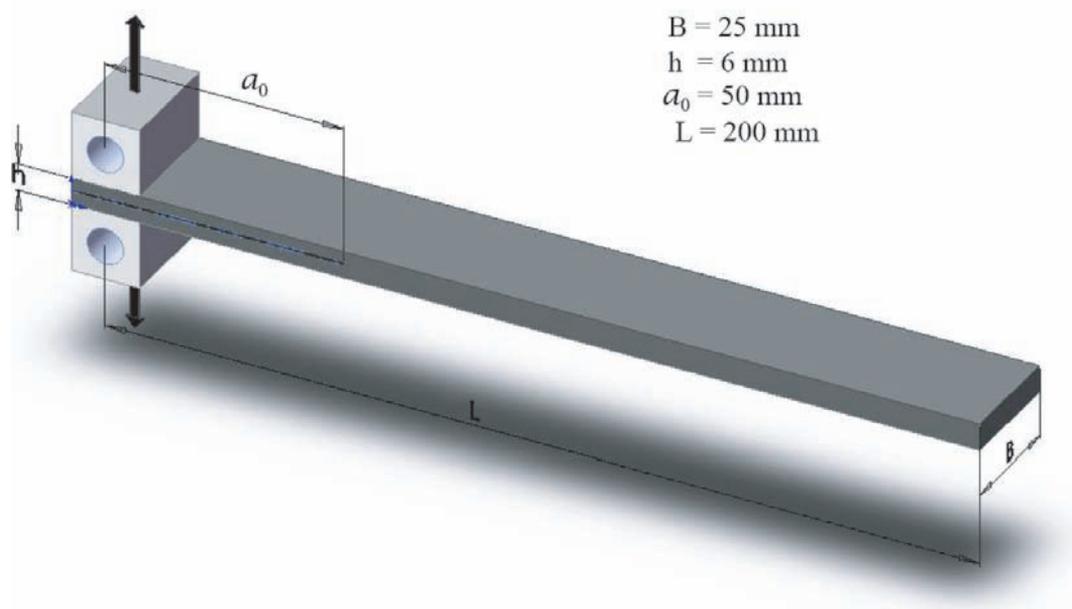


Figura 4.2: Geometría de la probeta DCB con inserto y bisagras pegadas para aplicar la carga.

De acuerdo con la norma, para materiales con un módulo elástico bajo o con alta tenacidad a fractura, puede ser necesario incrementar su número de capas (aumentar su espesor) o disminuir su longitud de deslaminación con el objeto de evitar deflexiones excesivas de los brazos de la probeta. El espesor de la probeta y la longitud inicial de grieta (a_0) deben ser escogidos adecuadamente para satisfacer las siguientes relaciones:

$$a_0 \leq 0,042 \sqrt{\frac{h^3 E_{11}}{G_{IC}}} \quad (4.1)$$

$$h \geq 8,28 \sqrt{\frac{G_{IC} a_0^2}{E_{11}}} \quad (4.2)$$

donde:

a_0 = longitud inicial de la deslaminación,

h = espesor de la probeta, y

E_{11} = Módulo de elasticidad del laminado en la dirección de la fibra.

Por otra parte, si en el momento de inicio de la deslaminación se cumple que $\delta/a > 0,4$ (siendo δ el desplazamiento vertical del extremo de la probeta), se debe aplicar una corrección matemática (anexo I de la norma ASTM [17]) debido a la gran deflexión que están experimentando los brazos de la probeta.

La norma recomienda ensayar al menos cinco probetas de cada material y de cada temperatura para obtener un valor representativo.

4.2. Procedimiento de ensayo general

4.2.1. Acondicionamiento de las probetas

Las probetas preparadas fueron acondicionadas previamente a la realización de los ensayos de acuerdo con el procedimiento C de la norma ASTM D 5229/D5229M – 92(2010) [123].

Antes del ensayo y durante éste, las condiciones ambientales deben ser $23 \pm 3^\circ C$ y $50 \pm 10 \%HR$. En el presente programa de investigación, donde se pretende analizar la influencia de la temperatura en el comportamiento mecánico del material, éstas condiciones variarán en los ensayos realizados tanto a bajas como elevadas temperaturas.

Previamente a los ensayos, se mide el espesor y ancho de las probetas con una precisión de 0,05 mm en el punto medio de la probeta y a 25 mm de cada extremo y se determina la longitud inicial de la grieta (a_0). La variación del espesor a lo largo de la longitud de la probeta no debe ser superior a 0,1 mm.

Las probetas se graduaron en uno de los laterales de las mismas cubierto con pintura de spray blanca, cada milímetro los primeros y últimos 5 mm desde el inserto, y cada 5 mm los restantes puntos intermedios, figura 4.3. Estas marcas permiten seguir el avance de la deslaminación durante los ensayos estáticos. Para mejorar el seguimiento de la deslaminación en los ensayos de fatiga se marcó cada milímetro en las probetas en toda su longitud, facilitando así la determinación de la posición del frente de grieta durante los mismos.

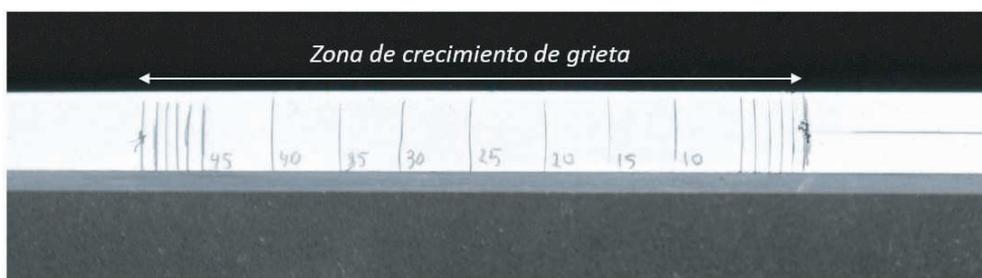


Figura 4.3: Marcas de graduación en una de las probetas

4.2.2. Equipo empleado

El equipo utilizado para realizar los ensayos, tanto estáticos como a fatiga, está formado por una máquina servohidráulica, marca MTS, con una célula de carga de 1 kN, controlada por ordenador usando el programa original. Los ensayos se realizaron en control de desplazamiento. Para realizar los ensayos a temperaturas elevadas (50 y 90°C) se utilizó una cámara térmica acoplada a la máquina de ensayos. La misma cámara térmica pero conectada a un termo dewar de nitrógeno líquido, se empleó para realizar los ensayos a bajas temperaturas (0, -30 y -60°C), en la figura 4.4 se puede observar el dispositivo de ensayo.

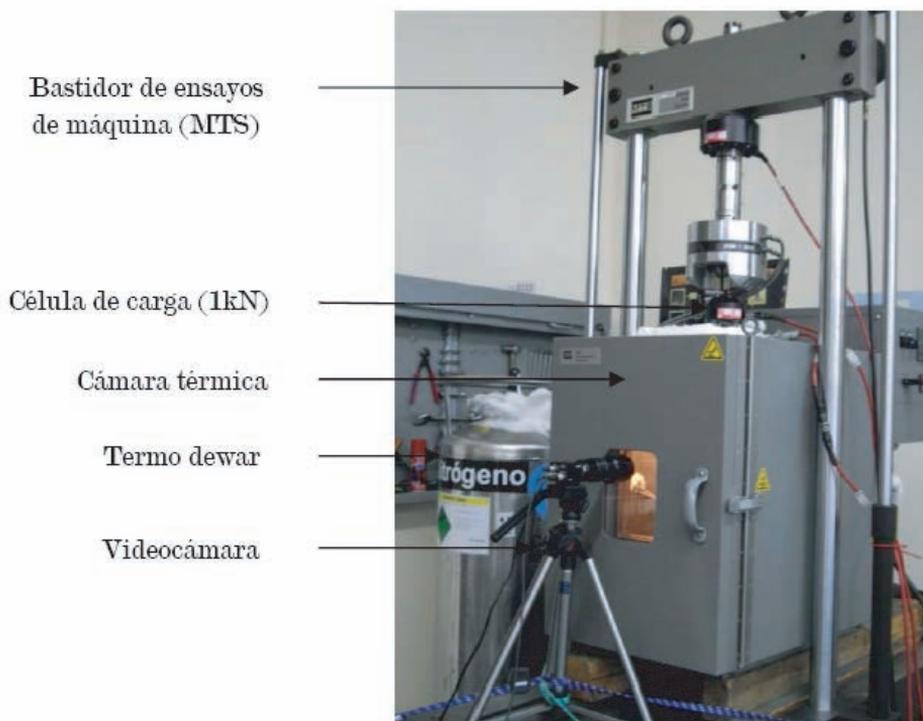


Figura 4.4: Dispositivo de ensayo.

La norma ASTM D 5528-01 [17] recomienda que a medida que se aplica la carga a la probeta, se vaya midiendo la longitud de la deslaminación en uno de los lados de la probeta (lateral donde se dibujaron las marcas de graduación). Para su medida, se ha utilizado una videocámara con un zoom óptico de 100 aumentos (marca Pulnix modelo TM-7CN) enfocada al borde graduado de la probeta y conectada a un monitor como se aprecia en la figura 4.5. Esto fue necesario ya que en los ensayos realizados en el interior de la cámara térmica (90, 50, 0, -30 y -60°C) no era posible seguir el avance de grieta con el microscopio según indica la norma tal como se realizaron los ensayos a temperatura ambiente.

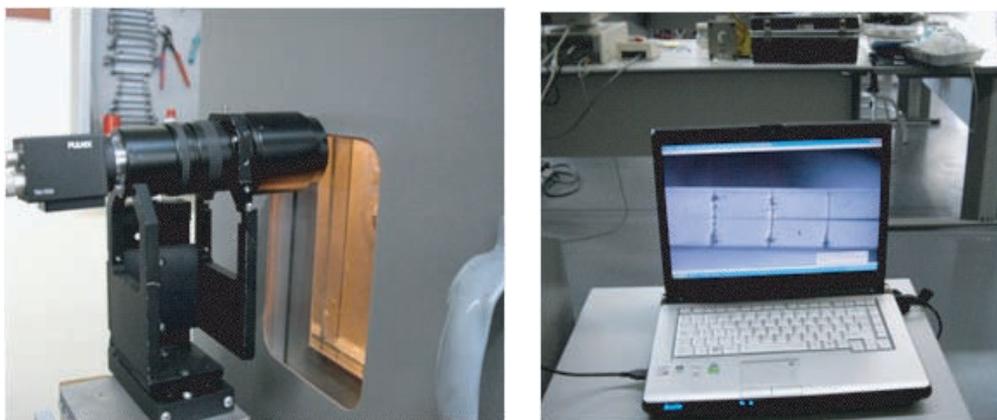


Figura 4.5: Videocámara y monitor empleados para visualizar el avance de la grieta.

En cuanto al sistema de aplicación de la carga a la probeta, la norma propone emplear bisagras o bloques de carga. Para ello, es necesario que las superficies de los extremos de la probeta estén preparados superficialmente mediante un lijado y desengrasado con acetona o metiletilcetona (MEK o butanona) con objeto de obtener una buena unión adhesiva con las bisagras o bloques.

Alternativamente a este procedimiento y con el fin de asegurar la correcta aplicación de las cargas de fatiga, se han utilizado agarres mecánicos, figura 4.6. Para ello, se realizó una entalla de 15 mm de profundidad y 2 mm de ancho en la zona delantera del inserto de todas las probetas, figura 4.7, con el fin de acoplar los mencionados agarres mecánicos, figura 4.8. Las entallas se realizaron en una máquina de corte marca Buehler (modelo Isomet 4000) utilizando un disco de corte por abrasión de 250 x 1,8 x 32 mm, figura 4.9. Posteriormente las probetas se introdujeron en una estufa desecadora a 60°C durante 24 horas para eliminarles la humedad provocada durante el proceso de corte.



Figura 4.6: Montaje de agarres mecánicos empleados en el presente trabajo.

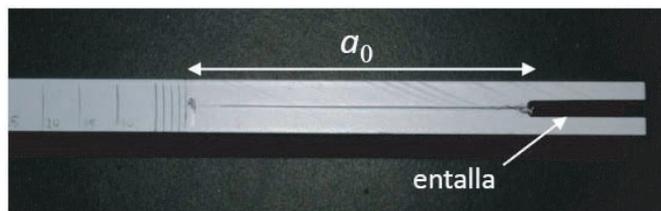


Figura 4.7: Entalla realizada en una de las probetas.

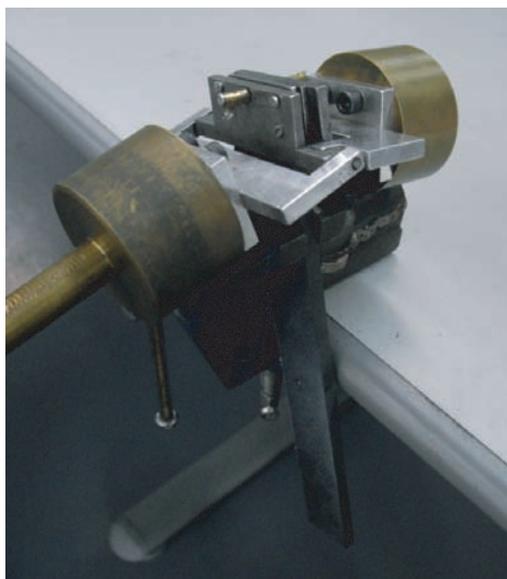


Figura 4.8: Probeta con agarres mecánicos.



Figura 4.9: Disco de corte y probeta con entalla

Esta variación en el sistema de fijación de las probetas a la máquina de ensayos permite evitar problemas de despegue de bisagras o bloques por fallo del adhesivo durante la realización de los ensayos a elevadas y bajas temperaturas. Los agarres mecánicos empleados son similares a los utilizados por N. Blanco et al. [52] y Viña et al. [56] en trabajos previos, figura 4.10.

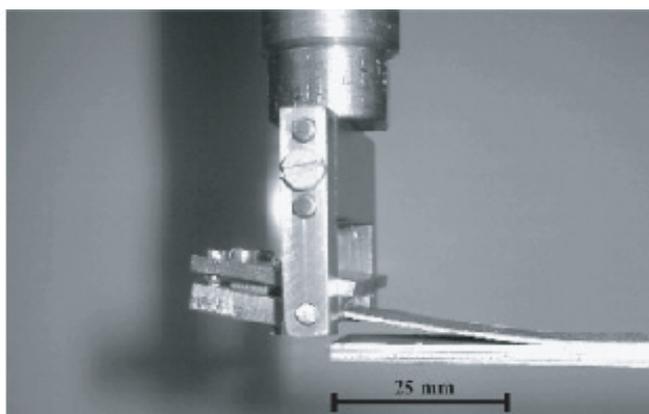


Figura 4.10: Agarres mecánicos diseñados durante un ensayo MMELS [52]

Una vez preparadas las probetas, se colocan correctamente alineadas en la máquina de ensayo. En la figura 4.11 se puede observar una probeta preparada para realizar uno de los ensayos a temperatura ambiente, donde se puede apreciar un extensómetro colocado en la zona del inserto de la probeta.

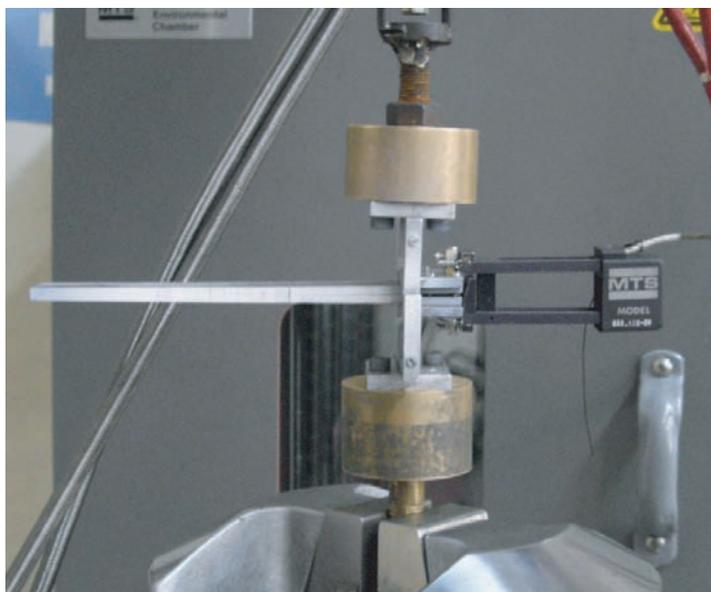


Figura 4.11: Probeta preparada para realizar uno de los ensayos a temperatura ambiente.

En este trabajo, una variación a la metodología del ensayo propuesta por las normas ASTM D 5528-01 [17] y ASTM D 6115-97 [18], que describen los ensayos estáticos y a fatiga respectivamente, consistió en la utilización de un extensómetro con el objetivo de obtener una relación entre la apertura del frente de grieta y la longitud de la deslaminación. El extensómetro utilizado MTS de 12,5 mm, se acopló mediante muelles en unos pequeños bloques metálicos atornillados a los agarres mecánicos. La relación obtenida durante los ensayos estáticos se utilizó para programar los posteriores ensayos a fatiga tal y como se indica en el apartado de descripción de los ensayos dinámicos del presente capítulo.

4.3. Ensayo en Modo I estático

4.3.1. Introducción

La norma que describe este ensayo es la ASTM D 5528-01 (“Standard Test Method for Mode I Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Composites”)[17].

El ensayo consiste en hacer crecer una grieta formada artificialmente mediante un inserto antiadherente en una probeta (tipo DCB) en la que se mide la resistencia a la iniciación y propagación de la deslaminación.

Este ensayo es apropiado para la determinación de la tenacidad a fractura de materiales compuestos unidireccionales con matrices dúctiles o frágiles monofásicas. Se utiliza para determinar la tasa de relajación de energía G en modo I, es decir, la pérdida de energía (dU) sufrida por una probeta por unidad de ancho para un incremento infinitesimal de la longitud de la grieta (da) en un proceso de deslaminación con velocidad de desplazamiento constante. Matemáticamente se puede expresar de la siguiente manera:

$$G = -\frac{1}{b} \frac{dU}{da} \quad (4.3)$$

Se denomina tenacidad a fractura interlaminar en modo I (G_{IC}) al valor crítico de G para el que comienza a producirse la deslaminación cuando se aplica una carga o desplazamiento de apertura de la grieta.

En este ensayo se asume un comportamiento lineal elástico. Esta hipótesis es válida cuando la zona de daño o de deformación no lineal en el frente de la grieta es pequeña en relación con la menor dimensión de la probeta.

Mediante este ensayo también se pueden obtener las curvas de resistencia a la deslaminación (Curvas R), donde se representa la tenacidad a la fractura interlaminar en modo I (G_{IC}) frente a la longitud de grieta (a). En estas curvas, en general, se observa que el valor G_{IC} aumenta de forma lineal para después estabilizarse a medida que se incrementa la deslaminación, figura 4.12.

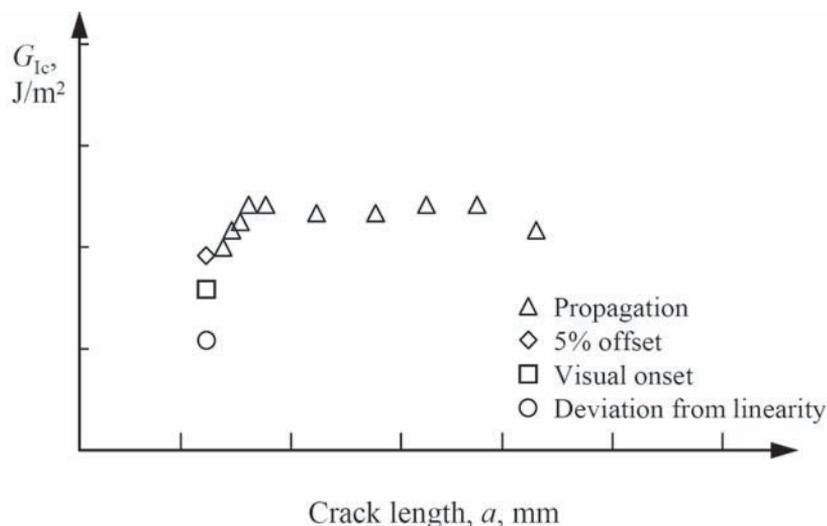


Figura 4.12: Curva de resistencia a la deslaminación (R Curve) obtenida de un ensayo DCB [17].

Esta resistencia al avance de la grieta, generalmente, es debida a la formación de puentes de fibra entre dos capas a 0° , morfología típica en laminados de fibras unidireccionales. En una estructura real multidireccional, estos puentes de fibra no se formarían, por lo que los valores de G_{IC} obtenidos durante la propagación de la grieta pueden, en ocasiones, ser cuestionables. Debido a esto, la norma ASTM especifica que es preferible utilizar el ensayo únicamente para determinar el valor de iniciación.

Para determinar el punto de iniciación la norma recomienda utilizar los siguientes criterios:

1. La desviación respecto a la linealidad de la curva carga-desplazamiento (NL).
2. El punto en el que se observa visualmente el comienzo de avance de la grieta (VIS).
3. El punto en el cual la flexibilidad de la curva aumenta un 5% (5%max).

En esta tesis se ha utilizado el método visual (VIS) a la hora de obtener la resistencia a la deslaminación en el momento de iniciación de la grieta (G_{IC}^{inic}) ya que se pudo observar correctamente con la ayuda de la videocámara conectada

al monitor.

En la figura 4.13 se representa gráficamente una curva típica carga - desplazamiento durante el proceso de iniciación de la deslaminación estática, donde se pueden observar los tres criterios que la norma recomienda para obtener los valores de iniciación.

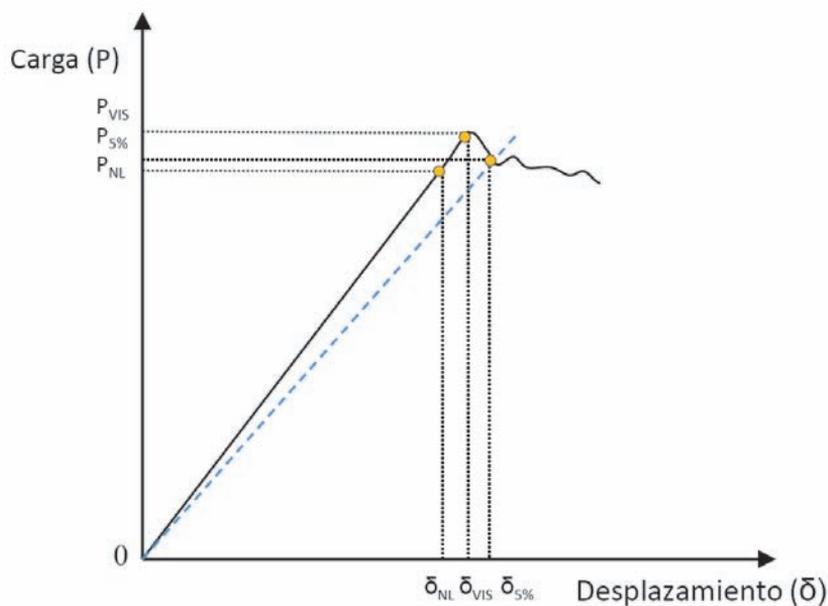


Figura 4.13: Criterios de iniciación de grieta.

De acuerdo con la norma, en este método de ensayo, la grieta puede progresar de dos maneras distintas:

1. Por crecimiento estable de la grieta.
2. Por un arranque y parada de la grieta en un movimiento brusco.

En este método de ensayo, sólo el primer tipo de crecimiento es de interés. Un salto inestable desde el inserto puede ser indicativo de problemas con el inserto. Algunos problemas típicos son: que el inserto puede estar adherido a una de las láminas, tener un espesor demasiado grande con lo que se forma una bolsa de resina en el frente de la grieta o que el inserto esté doblado o arrugado, figura 4.14.

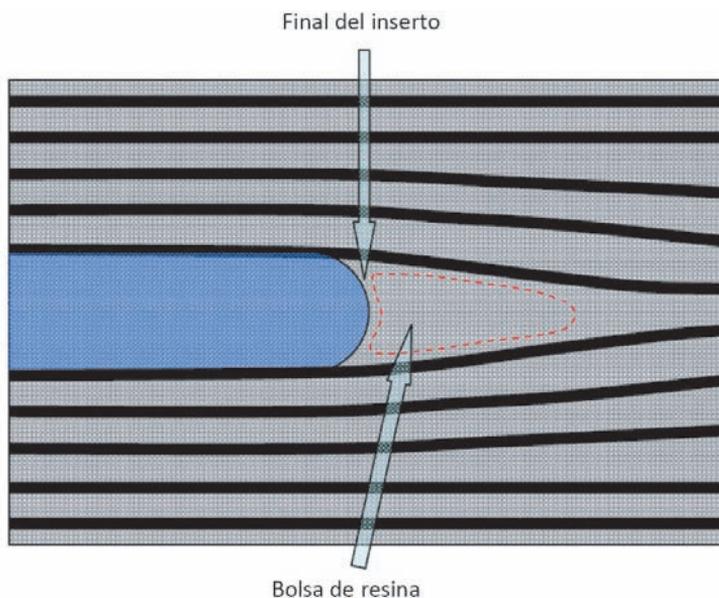


Figura 4.14: Dibujo esquemático de la formación de una bolsa de resina en el frente de grieta [124].

No obstante, cabe mencionar que la norma japonesa (JIS K 7086 1993)[19] y la norma internacional ISO (ISO 15024: 2001)[21] recomiendan también los siguientes métodos:

1. MAX (Maximum Load Point): En este criterio, el punto de carga máxima es considerado el punto crítico donde la carga alcanza su máximo valor durante todo el proceso de carga, tomando dicho valor y su correspondiente desplazamiento para calcular la tenacidad en el momento de iniciación de grieta.
2. AE (Acoustic emission) y medidores de deformación (strain gages): Estos métodos son relativamente complicados comparado con el resto de métodos y requieren un equipamiento adicional y de coste elevado. Este es quizá el método más sensible ya que el equipo de emisión acústica detecta procesos microscópicos en los compuestos FRP. Estos procesos normalmente se producen antes de que se observe la deslaminación a escala macroscópica [29]. No se ha empleado en la presente tesis.

Son varios los trabajos realizados para determinar cuál es el mejor criterio para determinar el instante exacto en el que se produce el inicio de la delaminación [22]. Trabajos realizados en el Instituto Federal Suizo de Investigación

y Prueba de Materiales y Tecnologías (EMPA) por Kalbermatten et al. [125] y Flueller et al. [126] coinciden en que la iniciación en el centro de la probeta (diferente del observado en los bordes) se corresponde con el punto de pérdida de linealidad de la curva *carga – desplazamiento* (método NL) y durante varios años éste se ha convertido en uno de los métodos más comunes. Sin embargo, este criterio no siempre es válido ya que cuando se examinan en profundidad los gráficos $P - \delta$ se puede detectar una pérdida de la linealidad temprana. El método 5 % offset fue utilizado inicialmente por ASTM para la determinación de la tenacidad en metales [127] y luego fue adaptado por la ESIS para polímeros [128]. El valor del 5 % es arbitrario pero corresponde aproximadamente a 1mm de avance de grieta desde el final del inserto (normalmente de 50 mm de longitud). Este método no es válido si el punto que proporciona corta la curva *carga – desplazamiento* después del punto de carga máxima, en este caso, se coge el valor de carga máxima como punto de iniciación de la deslaminación (método MAX). Una serie de ensayos Round Robin demostraron que el método 5 % offset tiene menos dispersión que el método NL pero proporciona valores más elevados de G_{IC}^{inic} [129]. El método VIS, a pesar de que depende del operario, si se realiza con un equipo eficiente (cámara de video, microscopio, etc.), es considerado uno de los métodos más efectivos y es comúnmente utilizado.

4.3.2. Procedimiento experimental

Una vez preparada la probeta DCB y colocada correctamente en la máquina de ensayos se procede a realizar el ensayo que consta de dos fases: carga inicial (para obtener los valores de iniciación de la deslaminación) y proceso de recarga (donde se obtienen valores del crecimiento de grieta).

Carga inicial

Esta primera parte del ensayo, permite determinar la tasa de relajación de energía, es decir, el cambio diferencial de la energía elástica por unidad de área generada en el crecimiento inicial de la grieta. Para ello, la norma ASTM recomienda que se aplique un desplazamiento controlado a los extremos de la probeta a una velocidad de ensayo comprendida entre 1 y 5 mm/min; en el presente estudio se optó por utilizar una velocidad de 1 mm/min. Durante el ensayo se registra de manera continua la carga, el desplazamiento y el avance de la deslaminación con una precisión de $\pm 0,5$ mm. Durante esta fase del ensayo se

debe anotar el punto donde comienza a observarse el avance de la deslaminación y debe detenerse el ensayo cuando la deslaminación haya avanzado entre 3 y 5 mm.

Si se observa un crecimiento inestable de la grieta, se debe anotar este hecho en el informe y continuar hasta que la grieta se incremente entre 3 y 5 mm desde el punto en el que se detuvo el incremento brusco de la deslaminación.

Después de este proceso se debe descargar la probeta a una velocidad de 25 mm/min y se marca el punto final en el que se ha detenido la grieta, en ambos bordes de la probeta. La diferencia de longitud entre ambos bordes no debe ser superior a 2 mm, si esto sucede puede ser indicio de una falta de alineación de la probeta.

Proceso de recarga

Una vez se encuentra la probeta en la misma posición a la que se encontraba previamente al proceso de carga inicial se vuelve a iniciar otro proceso de carga (proceso de recarga). En esta fase de ensayo se pretende analizar la velocidad de propagación de la deslaminación del material. Para ello, se debe volver a cargar la probeta a la misma velocidad que en el caso anterior (entre 1 y 5 mm/min); en el presente estudio para obtener las medidas ópticas con mayor precisión se empleó una velocidad de 0,5 mm/min, que aunque sea menor que la indicada en la norma y alargue la duración del ensayo, se ha preferido utilizar para poder llevar un correcto seguimiento de la posición del frente de grieta. Se continúa el ensayo hasta que se alcanza el máximo punto de deslaminación (la última marca de graduación realizada en las probetas). Se registran la carga, desplazamiento y posición de la grieta. Durante el avance de la deslaminación, se debe anotar la posición de la grieta cada milímetro en los 5 primeros milímetros de avance. Después, se anota la posición cada 5 mm hasta que la grieta se haya propagado 45 mm y otra vez cada mm durante otros 5 mm de avance. De esta forma se registrará la posición del frente de grieta durante un avance de 50 mm desde el vértice de la pregrieta. De nuevo, la diferencia entre el frente de grieta en ambos lados de la probeta no debería ser superior a 2 mm.

4.3.3. Cálculo de resultados

Como ya se ha comentado previamente, el parámetro utilizado para cuantificar el comportamiento frente a deslaminación de los materiales ensayados es la tasa de relajación de energía en Modo I (G_{IC}). Para su determinación la norma propone tres formulaciones: MBT “Modified Beam Theory”, CC “Compliance Calibration” y MCC “Modified Compliance Calibration”, siendo el primero el más conservador de acuerdo la norma.

Teoría de la Viga Modificada (MBT).

Esta teoría se basa en el cálculo tensional de una viga empotrada y cargada en su extremo. En esta situación el desplazamiento (δ) del extremo de la viga será:

$$\delta = \frac{2Pa^3}{3EI} \quad (4.4)$$

Siendo P la carga aplicada, E el módulo de elasticidad e I el momento de inercia respecto al plano medio de una sección rectangular:

$$I = \frac{bh^3}{12} \quad (4.5)$$

Teniendo en cuenta que:

$$G = \frac{P^2}{2b} \frac{dC}{da} \quad (4.6)$$

En la que la flexibilidad C se define como δ/P . Sustituyendo y diferenciando la ecuación tendremos:

$$G_{IC} = \frac{3P\delta}{2ba} \quad (4.7)$$

Esta expresión sobrestima G_{IC} ya que la viga no está perfectamente empotrada (la viga puede girar en el frente de la grieta). Una manera de corregir esto es tratar la probeta como si presentara una longitud de grieta ligeramente mayor $a + \Delta$.

$$G_{IC} = \frac{3P\delta}{2b(a + |\Delta|)} \quad (4.8)$$

$|\Delta|$ se determina experimentalmente mediante la representación gráfica de $C^{1/3}$ frente a la longitud de la grieta a (figura 4.16). Se genera un ajuste lineal por mínimos cuadrados. Esta recta se extrapola hasta que cruce al eje x. En estas condiciones, la abscisa en el origen será Δ .

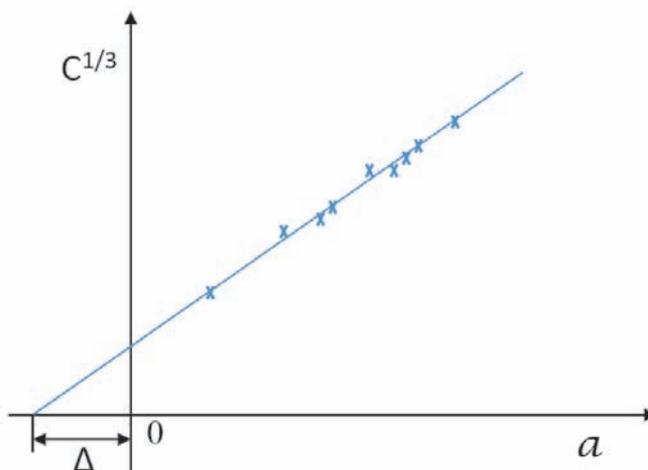


Figura 4.15: Cálculo de Δ .

Es decir, este método asume que la grieta inicial es inferior a la generada por el inserto, por lo que la longitud real de cada uno de los brazos de la probeta son representados como dos vigas en voladizo de longitud $a + \Delta$, como se puede observar en la figura 4.16.

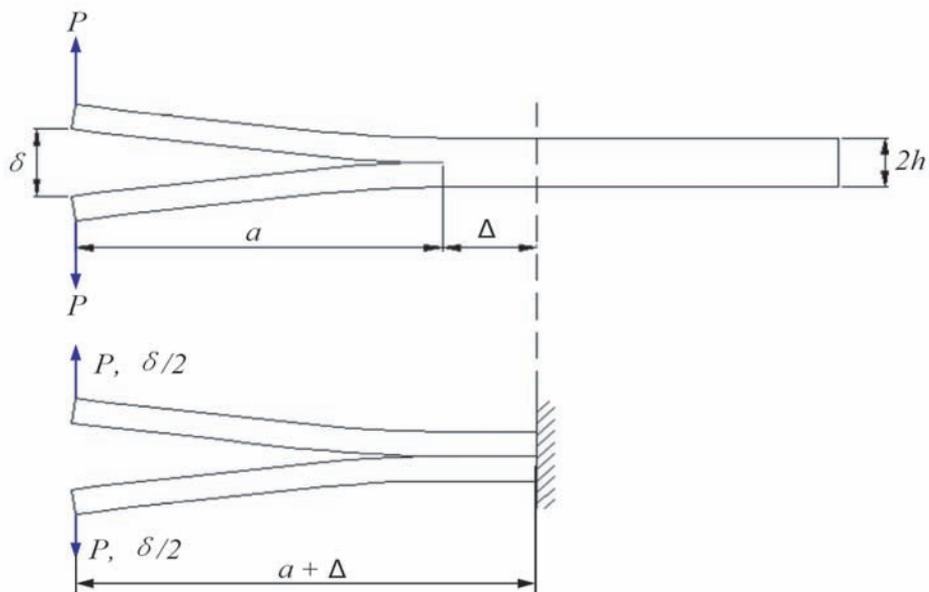


Figura 4.16: Esquema de la probeta DCB.

Método de Calibración de la Flexibilidad (CC).

Este método utiliza la expresión propuesta por Berry [130] para el cálculo de la flexibilidad:

$$C = k \cdot a^n \tag{4.9}$$

Así, teniendo en cuenta que:

$$G = \frac{P^2}{2b} \frac{dC}{da} \tag{4.10}$$

Se obtiene la expresión para el cálculo de G:

$$G_{IC} = \frac{nP\delta}{2ba} \tag{4.11}$$

Para obtener el parámetro n se traza la curva $\log(C)$ frente a $\log(a)$. La pendiente de la recta determina el parámetro n :

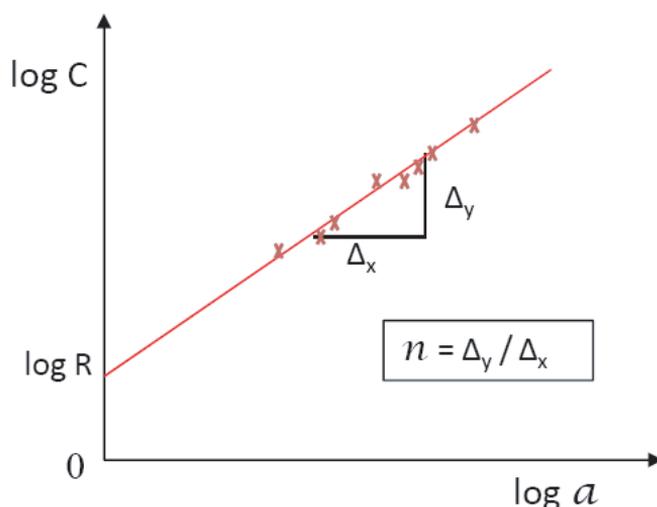


Figura 4.17: Cálculo del parámetro n .

Método Modificado de Calibración de la Flexibilidad (MCC).

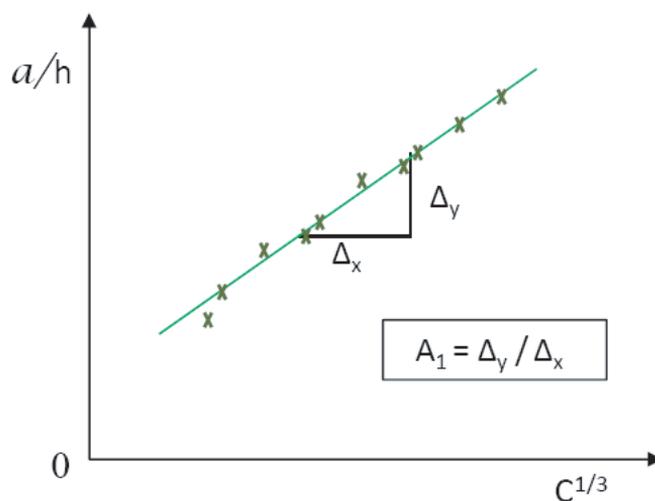
Este método se basa en la hipótesis de que la flexibilidad de la probeta verifica la siguiente expresión:

$$\frac{a}{h} = k + A_1 \cdot C^{\frac{1}{3}} \tag{4.12}$$

Diferenciando la expresión anterior y sustituyendo, la tenacidad a la fractura interlaminar en modo I se puede obtener como:

$$G_{IC} = \frac{3P^2 C^{\frac{2}{3}}}{2A_1 b h} \tag{4.13}$$

En este caso es necesario obtener el parámetro A_1 . Para ello es necesario construir la curva experimental a/h frente a $C^{1/3}$. El parámetro A_1 será la pendiente de la recta ajustada por mínimos cuadrados:

Figura 4.18: Cálculo del parámetro A_1 .

4.4. Ensayo en Modo I dinámico

4.4.1. Introducción

La norma que describe el ensayo dinámico en modo I es la norma ASTM D 6115 – 97, “Standard Test Method for Mode I Fatigue Delamination Growth Onset of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Composites” [18].

Este método de ensayo permite determinar el número de ciclos (N) necesarios para que comience a crecer una grieta en una probeta DCB (Double Cantilever Beam) sometida a cargas cíclicas en Modo I, en función del nivel de tensión aplicado ($\%G_{IC}$). Este método es aplicable para un ensayo de fatiga de amplitud constante y estado tensional de tracción-tracción. Cuando se ensayan varias probetas con distintos niveles de G , los resultados se pueden utilizar para construir una curva G - N , figura 4.19. Los materiales compuestos utilizados en el ensayo deben ser unidireccionales de fibras largas y matriz monofásica.

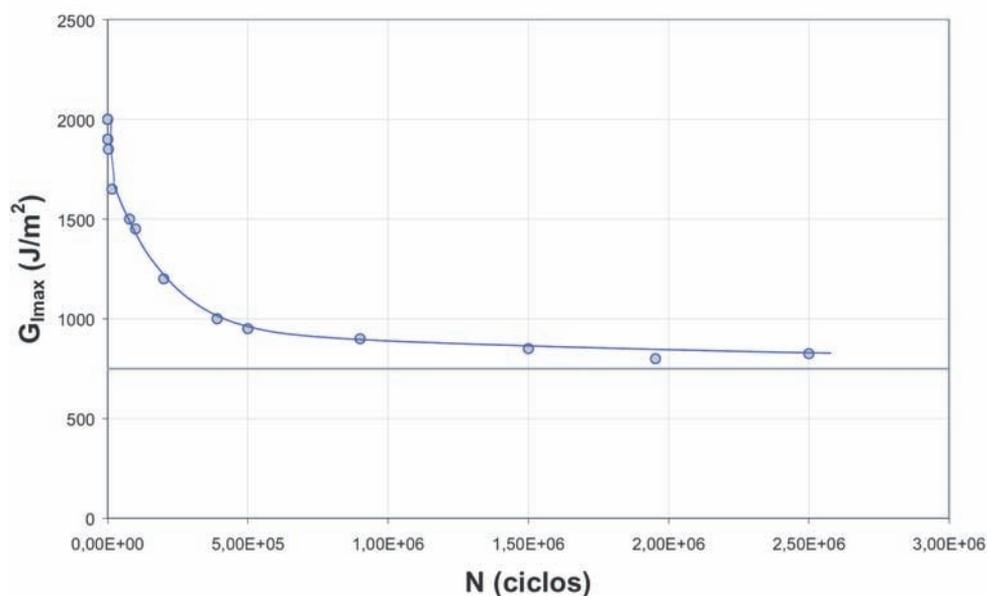


Figura 4.19: Curva $G_{I_{max}}-N$ típica.

De acuerdo con la norma ASTM [18] el ensayo consiste en someter los extremos de la probeta a un desplazamiento cíclico a una frecuencia determinada entre un valor mínimo y máximo (δ_{max} y δ_{min}). El desplazamiento máximo es función del desplazamiento crítico obtenido en la caracterización estática del material, siendo el desplazamiento mínimo: $\delta_{min} = R \cdot \delta_{max}$, donde R es el coeficiente de asimetría. Asumiendo que las deflexiones que se producen son pequeñas ($\delta/a < 0,4$) y que el material trabaja en régimen elástico lineal, entonces la relación $\delta_{min}/\delta_{max}$ es proporcional a la relación F_{min}/F_{max} .

Durante el ensayo se registra el número de ciclos necesarios para el inicio de la deslaminación y se calcula G por cualquiera de los métodos de cálculo descritos en el apartado anterior (MBT, CC y MCC). Ensayando varias probetas con distintos niveles de sollicitación se obtendrá la curva $G - N$ mostrada en la figura anterior para una determinada frecuencia y relación de carga. Siguiendo una metodología semejante se puede determinar la velocidad de crecimiento de grieta ó tasa de propagación de la deslaminación (da/dN), tras la iniciación de la grieta.

De acuerdo con la norma, se pueden utilizar tres definiciones para establecer

el número de ciclos a los que se comienza a producir la deslaminación (crecimiento de grieta interlaminar):

1. El número de ciclos en los que se observa visualmente en los bordes el crecimiento de la grieta (N_a^{vis}).
2. El número de ciclos para los que la flexibilidad se incrementa un 1% ($N_a^{1\%}$).
3. El número de ciclos para los que la flexibilidad se incrementa un 5% ($N_a^{5\%}$).

Lógicamente los tres criterios dan lugar a tres resultados distintos. El valor más conservador es el criterio $N_a^{1\%}$ por lo que es el más utilizado. En este trabajo se ha utilizado, al igual que en los ensayos estáticos, el criterio visual puesto que con la ayuda del equipamiento utilizado se logró realizar un correcto seguimiento del proceso de iniciación de la grieta.

La norma ASTM recomienda tener especial precaución cuando se utilicen frecuencias altas ya que la temperatura generada en el proceso puede afectar al comportamiento del material. Para evitar estos problemas se debe tomar una frecuencia comprendida entre 1 y 10 Hz asegurándose de que la temperatura generada no afecta a la matriz. En todos los ensayos dinámicos se ha utilizado una frecuencia, $f=3\text{Hz}$. Por otra parte se debe tener en cuenta que la relación de desplazamientos $\delta_{min}/\delta_{max}$ puede tener una influencia muy significativa sobre los resultados, debiendo mantenerse por tanto en el siguiente rango: $0 \leq R \leq 1$. El coeficiente de asimetría empleado en este trabajo ha sido: $R=0,2$.

4.4.2. Procedimiento experimental

Una vez acondicionada y preparada la probeta se procede a realizar la parte experimental, como se describe a continuación. Para ello se utilizarán los datos obtenidos en los ensayos estáticos, para cada material y temperatura de ensayo.

Calibración de la flexibilidad

Antes de comenzar el ensayo de fatiga se deben realizar ensayos estáticos con objeto de determinar todos los parámetros necesarios para el cálculo de G. Por ejemplo, si se utiliza la teoría de la viga modificada, se realizan los ensayos

previos necesarios para el cálculo del parámetro Δ , obteniendo la media de los ensayos realizados ($|\Delta|_{av}$). Este ensayo se puede emplear también para obtener G_{IC} y δ_c (estáticos), los cuales son datos necesarios para fijar posteriormente los parámetros y niveles de sollicitación en los ensayos de fatiga.

Como formulación para el cálculo de G_{IC} se utilizó el método de la viga modificada (MBT) por ser el más conservador de acuerdo con la norma ASTM. Los valores medios obtenidos en los ensayos estáticos para cada material y temperatura de ensayo se presentan en la tabla 4.1.

Material	$ \Delta _{av}$					
	$T^a = 90^\circ C$	$T^a = 50^\circ C$	$T^a = 20^\circ C$	$T^a = 0^\circ C$	$T^a = -30^\circ C$	$T^a = -60^\circ C$
AS4/3501 – 6	19,38	11,37	5,85	1,79	9,08	15,68
AS4/8552	15,14	9,54	12,46	10,65	8,65	7,23

Tabla 4.1: Valores de $|\Delta|_{av}$ obtenidos en los ensayos estáticos.

Una vez calculadas las medias de Δ se pueden procesar los datos obtenidos durante los ensayos a fatiga y calcular la tenacidad a la fractura interlaminar en modo I. Para trazar una curva típica de fatiga G-N, la norma recomienda empezar los ensayos con una $G_{I_{max}}$ igual al 50% de G_{IC} (obtenida de los ensayos estáticos). Si las probetas de los ensayos estáticos son idénticas a las de fatiga, como es el caso de este estudio, entonces δ_{max} se puede obtener de los ensayos estáticos, a partir de la siguiente expresión:

$$\frac{\delta_{max}^2}{[\delta_c]_{av}^2} = \frac{G_{I_{max}}}{G_{IC}} = 0,5 \tag{4.14}$$

donde $[\delta_c]_{av}$ es el valor medio del desplazamiento crítico obtenido durante los ensayos estáticos.

Una vez escogido el coeficiente de asimetría y determinado el valor de δ_{max} para el correspondiente nivel de tensión se puede calcular el desplazamiento mínimo (δ_{min}). En la presente tesis los ensayos se realizaron con control de desplazamiento tanto para los ensayos estáticos como dinámicos, por tanto la relación que se utiliza es: $R = \delta_{min} \setminus \delta_{max} = 0,2$.

En la figura 4.20 se representa el tipo de onda aplicada durante los ensayos de fatiga.

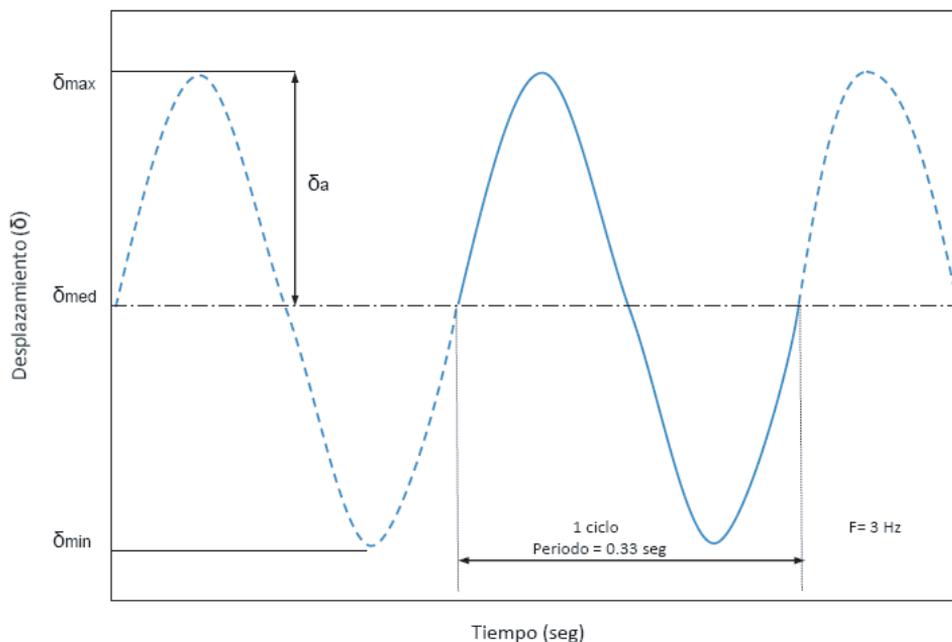


Figura 4.20: Curva típica de fatiga que representa el desplazamiento del actuador del equipo de ensayo frente al tiempo.

Con el objetivo de controlar de forma continua el inicio y posterior avance de la deslaminación se ha utilizado un extensómetro colocado en el frente de la probeta. Para lo cual ha sido necesario establecer durante los ensayos estáticos, una relación entre la longitud de la deslaminación medida visualmente (Δa) y los valores de apertura del frente de grieta, obtenidos directamente del extensómetro (ΔL). Esta relación será utilizada en el programa de control del equipo de ensayo para regular adecuadamente el nivel de sollicitación aplicado a la probeta durante todo el ensayo dinámico. En las figuras 4.21, 4.22, 4.23 y 4.24 se ha representado estas relaciones para ambos materiales a las diferentes temperaturas de ensayo.

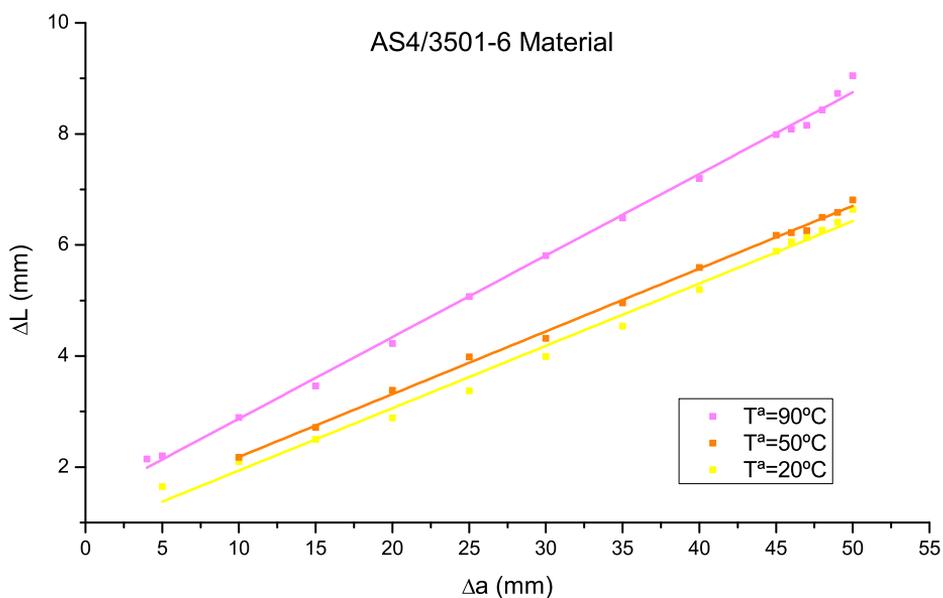


Figura 4.21: Lectura del extensómetro en función del avance de la deslaminación obtenida en los ensayos estáticos del material AS4/3501-6 a 20, 50 y 90°C.

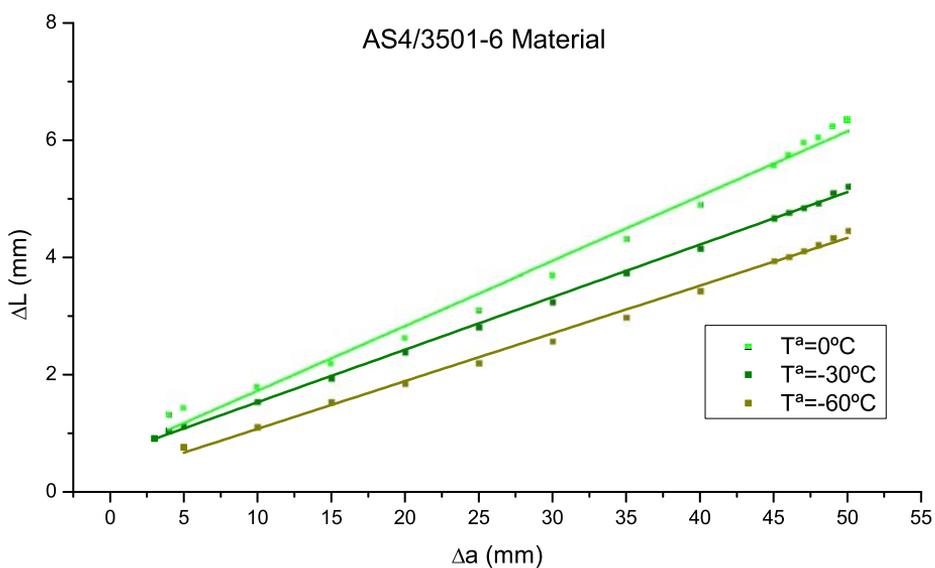


Figura 4.22: Lecturas del extensómetro en función del avance de la deslaminación obtenida en los ensayos estáticos del material AS4/3501-6 a 0, -30 y -60°C.

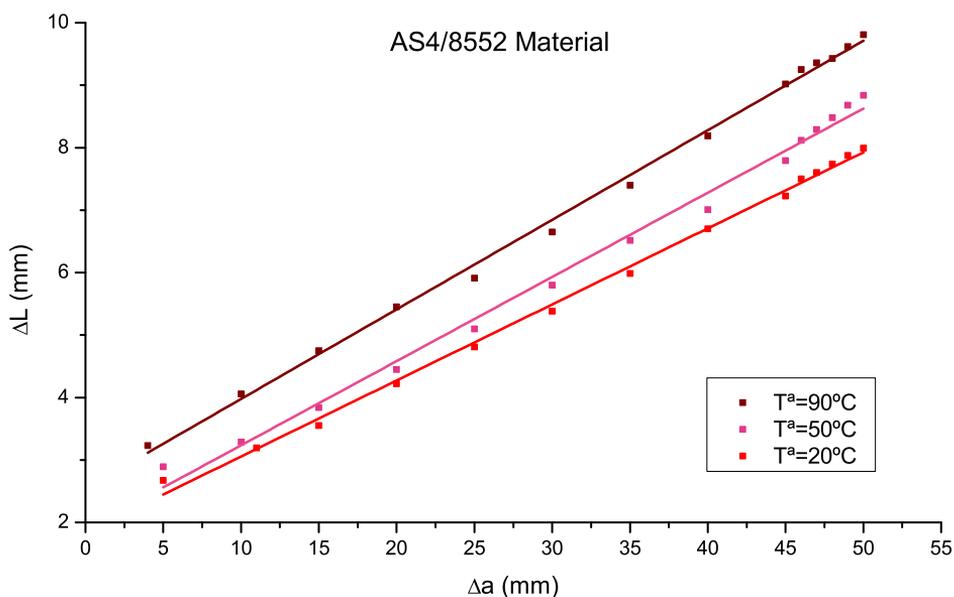


Figura 4.23: Lectura del extensómetro en función del avance de la deslaminación obtenida en los ensayos estáticos del material AS4/8552 a 20, 50 y 90°C.

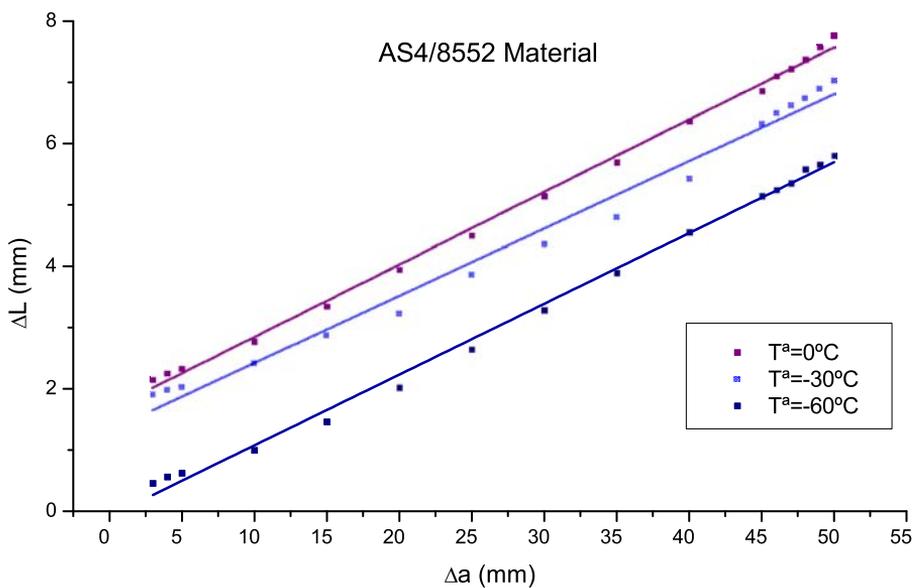


Figura 4.24: Lectura del extensómetro en función del avance de la deslaminación obtenida en los ensayos estáticos del material AS4/8552 a 0, -30 y -60°C.

Para ello, se creó un procedimiento de ensayo donde cada etapa del mismo varía en función de la lectura ofrecida por el extensómetro, dado que durante la ejecución del ensayo de fatiga, en la fase de crecimiento de grieta, se ha decidido mantener la tasa de relajación de energía constante. Para lo cual, se han de variar los niveles de sollicitación a medida que avance el proceso de deslaminación. Esto se ha conseguido programando el equipo de ensayo, utilizando como parámetro de control adicional las lecturas proporcionadas por el extensómetro utilizado. Modificando los valores de desplazamiento δ_{max} y δ_{min} , a los que se está sometiendo la probeta, a medida que progresa la deslaminación. Los datos proporcionados por el extensómetro permiten conocer en todo momento durante el ensayo, la posición de la fisura y la programación del nivel de desplazamiento. De esta manera, la regulación del proceso se realiza en tramos entre 0 y 2 mm, 2 y 5 mm, etc.

En la tabla 4.2 se presenta un ejemplo de los parámetros de control para un ensayo a fatiga del material *AS4/8552* a 50°C y 90% de los valores de G obtenidos, en función de las lecturas proporcionadas por el extensómetro de los ensayos estáticos previos.

Material AS4/8552 a 50°C y 90 % N.T							
	Extensómetro (mm)		Desplazamiento (mm)		Carga (N)		Δa (mm)
	Max	Min	Max	Min	Max	Min	
rampa	0,05 mm en 5 seg.						0
fatiga00	1,4	1,4	1,55	0,31	101,92	50,96	0
fatiga0	1,4	1,77	1,55	0,31	101,92	20,384	0-2
fatiga1	1,77	2	1,785	0,355	93,455	18,691	2-5
fatiga2	2	2,3	2,02	0,4	84,99	16,998	5-7
fatiga3	2,3	2,6	2,225	0,445	81,285	16,257	7-10
fatiga4	2,6	2,9	2,43	0,49	77,58	15,516	10-12
fatiga5	2,9	3,2	2,59	0,52	74,9	14,98	12-15
fatiga6	3,2	3,5	2,75	0,55	72,22	14,444	15-17
fatiga7	3,5	3,8	2,965	0,595	69,355	13,871	17-20
fatiga8	3,8	4,1	3,18	0,64	66,49	13,298	20-22
fatiga9	4,1	4,4	3,415	0,685	63,825	12,765	22-25
fatiga10	4,4	4,7	3,65	0,73	61,16	12,232	25-27
fatiga11	4,7	5	3,895	0,78	59,445	11,889	27-30
fatiga12	5	5,3	4,14	0,83	57,73	11,546	30-32
fatiga13	5,3	5,6	4,4	0,88	55,63	11,126	32-35
fatiga14	5,6	5,9	4,66	0,93	53,53	10,706	35-37
fatiga15	5,9	6,2	4,905	0,975	51,53	10,306	37-40
fatiga16	6,2	6,5	5,15	1,02	49,53	9,906	40-42
fatiga17	6,5	6,8	5,395	1,065	47,53	9,506	42-45
fatiga18	6,8	7,1	5,64	1,11	45,53	9,106	45-47
fatiga19	7,1	7,4	5,885	1,155	43,53	8,706	47-50
fatiga20	7,4	7,7	6,13	1,2	41,53	8,306	?50

Tabla 4.2: Datos de programación para ensayos a fatiga a 50°C al 90 % para el material a AS4/8552.

Iniciación de la deslaminación

Una vez seleccionados todos los parámetros se puede comenzar el ensayo de fatiga. En el caso de las probetas que se vayan a ensayar a temperatura diferente de la temperatura ambiente, antes de comenzar el ensayo, se espera el tiempo necesario para que las probetas alcancen la temperatura deseada, controlando continuamente que mantengan su temperatura durante todo el ensayo.

Se considera que el proceso de deslaminación a fatiga se ha iniciado en el material cuando se observa visualmente el inicio de la deslaminación (N_a^{VIS}).

Para determinar el momento en que comienza a crecer la grieta la norma recomienda que se debe monitorizar de manera continua la flexibilidad de la probeta de ensayo (curva carga-desplazamiento).

En el momento en que se produce la iniciación de la deslaminación se anota el desplazamiento máximo y mínimo, el número de ciclos aplicado hasta que se produce la deslaminación, la longitud de grieta, y las cargas máxima y mínima.

Propagación de la deslaminación

Una vez se ha iniciado el proceso de deslaminación, se continúa fatigando la probeta, con el objetivo de conocer la evolución del proceso de propagación. Es decir, la determinación de la velocidad de crecimiento de grieta (da/dN) frente al nivel de sollicitación aplicado (ΔG).

Para poder determinar la velocidad de crecimiento de grieta se deberá fatigar la probeta durante un número determinado de ciclos e ir anotando la longitud de deslaminación que se produce transcurridos ese número de ciclos. Como se ha comentado anteriormente, para cada longitud de deslaminación se deberán variar los parámetros de control de la máquina en función de la longitud de deslaminación alcanzada.

Dado que para la presente tesis, se ha utilizado un procedimiento de ensayo, mediante el cual, en función de la apertura del extensómetro (relacionada con el avance de la deslaminación) variarán los desplazamientos máximos y mínimos a los que se fatiga la probeta, no será necesario parar el ensayo en ningún momento. Cada cierto tiempo se realizan mediciones, anotando la longitud de la grieta y el número de ciclos correspondientes. Posteriormente, se relacionan los datos obtenidos visualmente con los datos registrados en la máquina y en una hoja de cálculo se analizarán los datos para obtener las curvas correspondientes.

En la figura 4.25 se puede observar el proceso de fatiga en la superficie de una probeta ensayada, donde se pueden ver las líneas de propagación de la deslaminación dinámica.

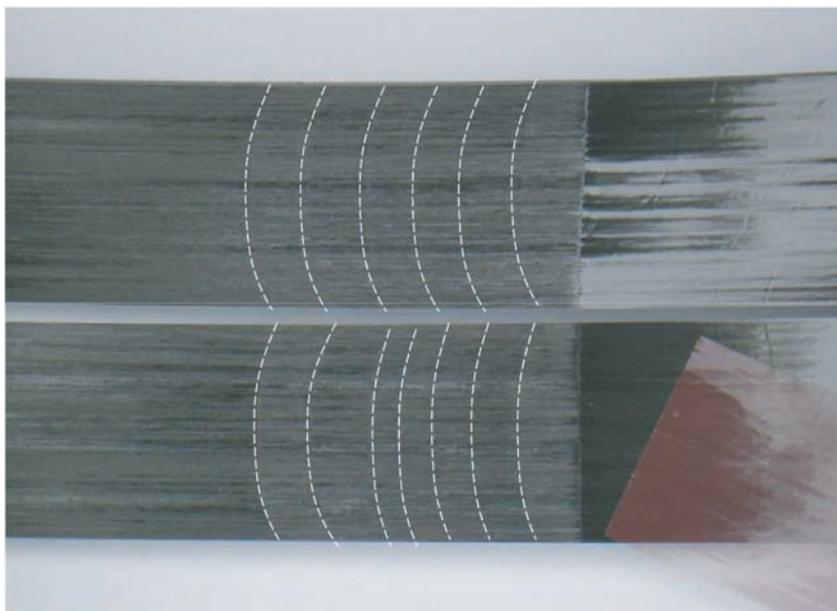


Figura 4.25: Líneas de propagación de la deslaminación por fatiga.

4.4.3. Cálculo de resultados

Para calcular la tasa de relajación de energía máxima cíclica ($G_{I_{max}}$) en el momento de iniciación de la deslaminación se procede de la siguiente manera:

A partir de los valores de δ_{max} , P_{max} y a en el ciclo inicial, junto con el parámetro $|\Delta a|_{av}$ se calcula el valor de $G_{I_{max}}$ mediante la siguiente expresión (método de la viga corregida):

$$G_{I_{max}} = \frac{3P_{max}\delta_{max}}{2b(a + \Delta)} \quad (4.15)$$

En la presente tesis se ha escogido la Teoría de la Viga Corregida (MBT) como método de cálculo, por ser el más conservador de acuerdo con la normativa, aunque también se puede utilizar cualquiera de los otros criterios de cálculo descritos en la norma ASTM D 5528 [17](ensayos estáticos).

Para calcular la tasa de relajación de energía durante la propagación de la grieta se utilizan los valores de δ_{max} , P_{max} y N (número de ciclos) asociados a cada longitud de grieta (a), junto con el parámetro $|\Delta a|_{av}$ (para el caso del método MBT) se calcula el valor de $G_{I_{max}}$.

Para analizar el comportamiento a fatiga durante la deslaminación en materiales compuestos Wilkins et al. [131] propone utilizar una expresión basada en la ley de Paris en función de G para predecir el crecimiento de grieta en materiales compuestos:

$$\frac{da}{dN} = B(\Delta G)^n \quad (4.16)$$

Para ensayos con un coeficiente de asimetría (R) pequeño, los valores de G_{min} son pequeños comparados con los de G_{max} y por tanto ΔG se puede expresar como [132]:

$$\Delta G = G_{max} - G_{min} \simeq G_{max} \quad (4.17)$$

Basándose en esta aproximación, la ley modificada de Paris se puede expresar como:

$$\frac{da}{dN} = B(G_{max})^n \quad (4.18)$$

Si se representa gráficamente la velocidad de crecimiento de grieta da/dN en función de $G_{I_{max}}$ o $G_{I_{max}}/G_{IC}$ (G normalizada con la tasa crítica de relajación de energía estática) se obtiene una curva similar a la representada en la figura 4.26:

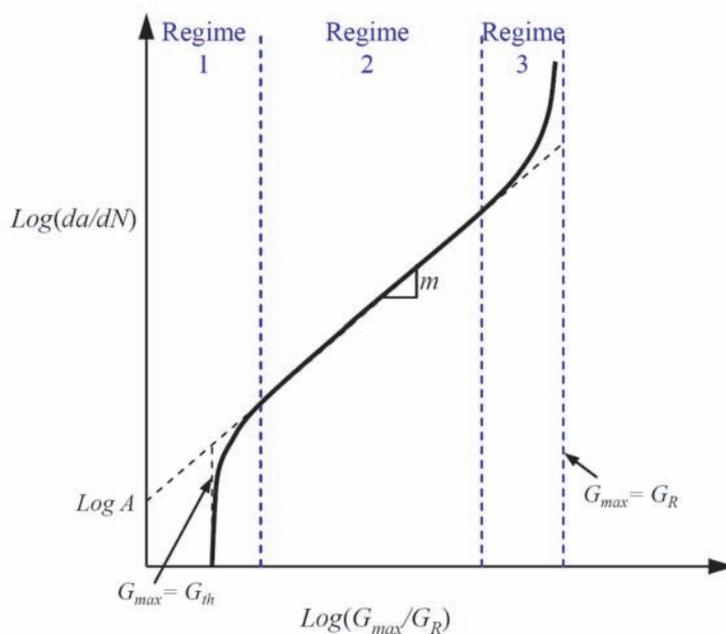


Figura 4.26: Relación entre la velocidad de crecimiento de la grieta y la energía aplicada [92].

Esta curva está dividida en tres zonas. Las grietas crecen muy lentamente o dejan de crecer por debajo de un valor umbral G_{th} (zona I). En la región, II el crecimiento es lineal en coordenadas logarítmicas, siendo el proceso gobernado por la ley de Paris, ecuación 4.16. En la zona III, el crecimiento de la curva es muy rápido estando cerca de la fractura completa del material, momento en el que $G_{I_{max}}$ iguala el valor crítico G_{IC} .

Para caracterizar el fenómeno de propagación de la deslaminación a fatiga y analizar la influencia de la temperatura y el tipo de matriz, en este trabajo también se ha representado gráficamente la longitud de grieta (Δa) frente al número de ciclos (N), la tasa de relajación de energía ($G_{I_{max}}$) frente al número de ciclos y la tasa de relajación de energía frente a la velocidad de crecimiento de grieta, tal como han utilizado gran variedad de autores en sus investigaciones sobre la deslaminación a fatiga de materiales compuestos.

Capítulo 5

Resultados experimentales de los ensayos estáticos

5.1. Introducción

En este capítulo se describen los resultados obtenidos de los ensayos estáticos y a fatiga realizados bajo modo I de fractura a las distintas temperaturas objeto de estudio: 90, 50, 20 (ambiente), 0, -30 y -60°C, para los dos materiales compuestos analizados: AS4/3501-6 (“L”) y AS4/8552 (“K”).

5.2. Modo I estático

El ensayo en modo I estático fue llevado a cabo según el procedimiento descrito en el capítulo 3. La tenacidad a fractura interlaminar en modo I (G_{IC}) se calculó empleando los métodos descritos en la norma *ASTMD5528* [17] y en dicho capítulo. No obstante, a la hora de representar gráficamente los resultados y analizar la influencia de la matriz y de la temperatura, se optó por utilizar el método de la Teoría de la Viga Modificada (“Modified Beam Theory”, MBT), por ser el método más conservador según recomienda la norma.

Los principales objetivos de este ensayo son:

1. Determinación de la tenacidad a la fractura interlaminar (IFT, G_{IC}) tanto en el punto de iniciación (G_{IC}^{inic}) de la deslaminación como en la zona de crecimiento de la grieta (propagación, G_{IC}^{prop}).
2. Establecer cuantitativamente el efecto de las variables medioambientales,

en concreto de la temperatura, sobre el valor de resistencia a la deslaminación, G_{IC} .

3. Comparar cualitativamente los valores relativos de G_{IC} para materiales compuestos con diferentes componentes, en este caso, diferentes matrices de resina epoxi. Es decir, analizar la influencia del tipo de matriz en el comportamiento frente a la deslaminación ante fluctuaciones térmicas.
4. Desarrollar criterios de fallo por deslaminación para tolerancias de daño en compuestos y análisis de durabilidad.
5. Desarrollar un procedimiento de ensayo específico para cada temperatura y material para programar los posteriores ensayos a fatiga.

5.2.1. Proceso de carga inicial. Particularidades.

El proceso de carga inicial consiste en hacer crecer la grieta iniciada por el inserto dispuesto en la probeta, antes de que alcance una longitud de 5 mm, registrando la posición de la grieta con una precisión de, al menos, $\pm 0,5$ mm. Este proceso se llevó a cabo con una velocidad de desplazamiento de 1 mm/min.

Durante este proceso de carga, han de registrarse el valor de carga y desplazamiento correspondientes al momento en el que se aprecia el inicio de la deslaminación en el borde de la probeta (método VIS). Como se ha avanzado en el capítulo 3, el seguimiento de la grieta se ha realizado con la ayuda de una cámara de video (marca Pulnix, modelo TM-7CN con una resolución de imágenes de 1/2 y zoom de 100x aumentos) conectada a un monitor para los ensayos realizados en el interior de la cámara térmica (90, 50, 0, -30 y -60°C). En los ensayos efectuados a temperatura ambiente (20°C) se empleó un microscopio óptico móvil con un zoom de 100x aumentos.

Determinación del punto de inicio de la deslaminación

Se analizará seguidamente el punto más adecuado para la determinación de la tasa de relajación de energía bajo modo I de sollicitación. Como se ha descrito anteriormente, existen diversos métodos para determinar el valor de carga y desplazamiento correspondiente a la iniciación de la deslaminación a partir de las curvas carga-desplazamiento obtenidas en esta fase del ensayo. De acuerdo con la norma ASTM son tres los criterios a utilizar: VIS, NL y 5%Offset,

mientras que la norma JIS e ISO añaden los criterios MAX (Punto de carga máxima) y AE (Emisión acústica) descritos en el capítulo anterior del presente trabajo.

Para justificar el método empleado a la hora de calcular el punto de inicio de la deslaminación durante los ensayos estáticos, se presenta la figura 5.1, donde se puede observar la curva carga-desplazamiento y los métodos de cálculo descritos, obtenidos durante uno de los ensayos, en concreto para una probeta del material AS4/3501-6 (5L1/6/05) ensayada a 50°C.

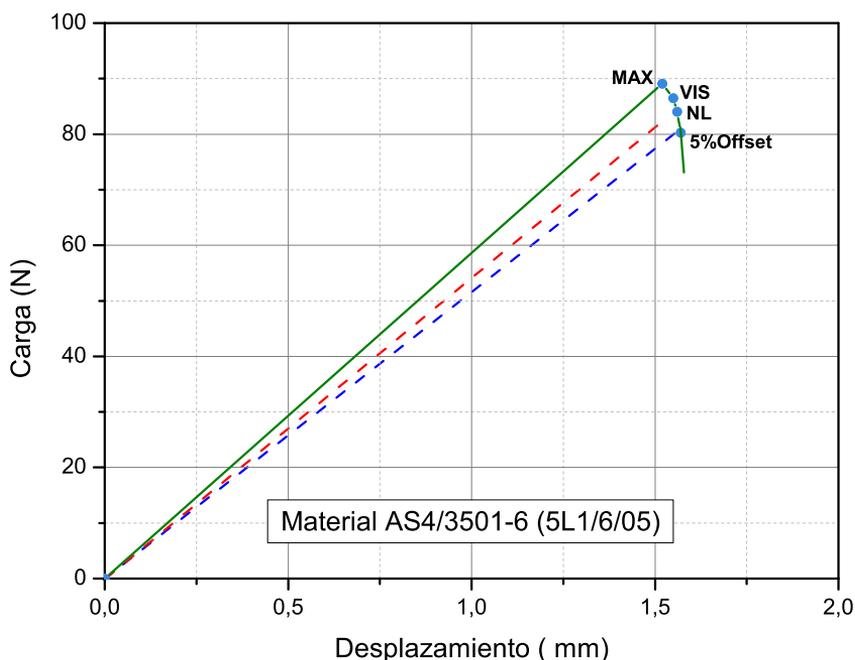


Figura 5.1: Curva carga-desplazamiento de una probeta del material AS4/3501-6 ensayada a 50°C.

En la tabla 5.1 se representan los valores de tenacidad obtenidos para esta probeta (5L1/6/05), obtenidos por los distintos métodos de cálculo en el punto de inicio de la grieta recomendados por las normas ASTM, JIS e ISO.

CARGA INICIAL Material AS4/3501-6 (5L1/6/05) a 50°C			
Métodos	$G_{IC} [J/m^2] (MBT)$	$G_{IC} [J/m^2] (CC)$	$G_{IC} [J/m^2] (MCC)$
NL	150.00	159.57	156.60
5 % Offset	143.13	152.27	146.79
VIS	151.81	161.50	158.78
MAX	153.54	163.34	162.21

Tabla 5.1: Valores de G_{IC} en el punto de iniciación calculados por los distintos métodos para una probeta del material AS4/3501-6 ensayada a 50°C.

Como se puede observar en la tabla, los resultados obtenidos no presentan diferencias significativas y en cualquier caso están dentro del margen de variabilidad que se presenta en estos materiales. Para las tipologías de registro gráfico $P - \delta$ obtenidos, figura 5.1, el método 5 % Offset presenta valores ligeramente inferiores y el método del punto de pérdida de linealidad (NL) se aproxima bastante a los resultados obtenidos por los métodos VIS y MAX. Los métodos NL y 5 % Offset, dependen de la forma que tenga la curva.

En la presente tesis, debido a que las curvas de ensayo ($P - \delta$) presentaban una gran linealidad, los cálculos en el punto de pérdida de linealidad (NL) y los obtenidos por el método visual (VIS) fueron casi coincidentes con los cálculos obtenidos en el punto de carga máxima (MAX). Algunos autores como Kalbermatten et al. [133] descartan el método NL ya que aunque se encuentre cerca del punto de iniciación, consideran que es un método ambiguo. Por tanto, en este trabajo se ha optado por tomar como punto crítico en el que se inicia la deslaminación el VIS, ya que se realizó un correcto seguimiento visual. Durante los ensayos se ha observado que para todas las probetas los valores obtenidos tanto por el método MAX como VIS, son prácticamente coincidentes y por tanto en los casos en los que no fue posible obtener el valor por el método visual, se empleó el método de punto de carga máxima (MAX).

Influencia de la temperatura en las pendientes de las curvas Carga - Desplazamiento ($P - \delta$).

En las figuras 5.2 y 5.3 se presentan las curvas carga-desplazamiento obtenidas durante la fase de iniciación de grieta de las probetas más representativas, a las distintas temperaturas de ensayo para el material AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente.

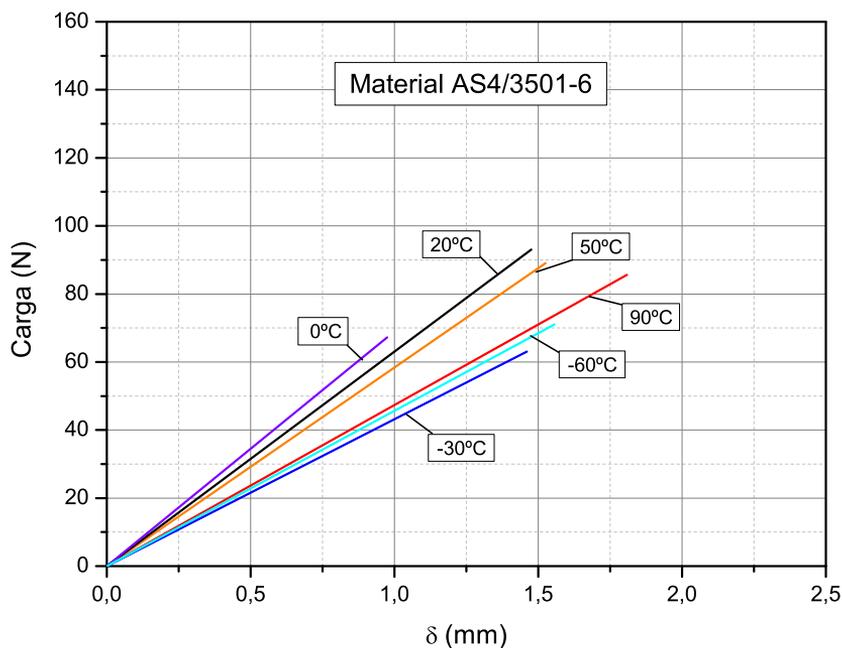


Figura 5.2: Curvas carga-desplazamiento del compuesto AS4/3501-6.

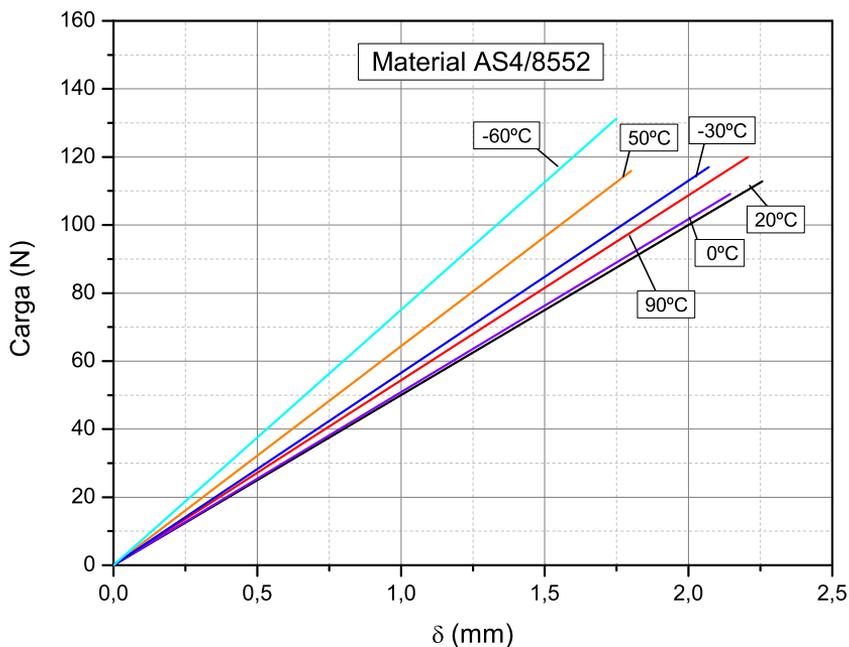


Figura 5.3: Curvas carga-desplazamiento del compuesto AS4/8552.

Observando las curvas obtenidas para el material de matriz sin modificar (AS4/3501-6), figura 5.2, se puede observar como los ensayos realizados a temperaturas cercanas a la ambiente (20, 50 y 0°C) presentan pendientes similares, disminuyendo las pendientes de las curvas a medida que las temperaturas se hacen más extremas (90, -30 y -60°C). La disminución de la pendiente en las curvas carga-desplazamiento se puede atribuir a una pérdida de rigidez del material. También se puede observar como los valores de carga necesarios para iniciar la deslaminación son mayores en los ensayos realizados a 20, 50 y 90°C, obteniendo cargas superiores a los 80 N, lo cual puede ser un indicativo de una mayor resistencia del material a la deslaminación a estas temperaturas de ensayo.

En cuanto a las curvas carga - desplazamiento obtenidas para el material de matriz modificada (AS4/8552), figura 5.3, se puede apreciar en general, un aumento de las pendientes resultantes en los ensayos realizados a todas las temperaturas en comparación con las curvas obtenidas a temperatura ambiente. Por tanto se produce un ligero aumento de la rigidez del material.

No obstante, debido a la corta duración de esta fase de ensayo, es lógico no obtener una tendencia muy significativa en función de la temperatura dado que el ensayo comienza una vez estabilizada la temperatura en la probeta. Sin embargo, comparando ambos materiales si que se pueden apreciar diferencias en cuanto a su comportamiento frente a la deslaminación bajo modo I y sollicitación estática.

Observando ambos gráficos, se puede apreciar como el material de resina epoxi modificada (AS4/8552) necesita valores de carga y desplazamiento más elevados que el material AS4/3501-6 para poder iniciar la deslaminación para todas las temperaturas analizadas. Las curvas obtenidas para material AS4/3501-6 no llegan a los 100 N de carga ni 2 mm de desplazamiento en ninguna de las temperaturas analizadas mientras que las curvas obtenidas para el material AS4/8552 superan entre un 20 y un 25 % estos valores, tanto para la carga (por encima de los 100 N) como para el desplazamiento (un incremento aproximado de 0,5 mm) para todo el rango de temperaturas analizado. De esta forma, se puede deducir que los valores de tenacidad obtenidos para el material de matriz 8552 serán más elevados que los obtenidos para el material de matriz 3501-6 y esto ocurre para todas las temperaturas consideradas.

Además comparando las pendientes obtenidas en ambos materiales con su comportamiento a temperatura ambiente, se puede observar que el material AS4/3501-6 presenta pendientes más pequeñas al variar la temperatura de ensayo, mientras que el material AS4/8552 presenta pendientes más elevadas al variar la temperatura de ensayo respecto de la ambiental.

Resistencia a la iniciación de la deslaminación, influencia de la temperatura de ensayo.

En las tablas 5.2 y 5.3 se representa la tenacidad a la fractura bajo modo I y sollicitación estática en el momento de iniciación (G_{IC}^{inic}), calculada por los tres métodos de cálculo propuestos por la norma ASTM, (Teoría de la viga modificada, MBT, Método de calibración de la flexibilidad, CC y Método modificado de calibración de la flexibilidad, MCC) para ambos materiales objeto de estudio.

G_{IC}^{inic} AS4/3501 – 6	T ^a =90°C	T ^a =50°C	T ^a =20°C	T ^a =0°C	T ^a =-30°C	T ^a =-60°C
MBT (J/m^2)	160.60	145.69	128.93	95.02	104.67	111.25
CC (J/m^2)	183.13	159.56	135.50	96.88	111.71	117.29
MCC (J/m^2)	165.67	156.42	129.81	93.52	107.98	116.93
Media	169.80	153.89	131.41	95.14	108.12	115.16
Des. Típica	11.82	7.27	3.57	1.68	3.53	3.39
Desv. %	6.96	4.73	2.71	1.77	3.26	2.94

Tabla 5.2: Valores medios de G_{IC}^{inic} obtenidos en los ensayos estáticos realizados para el material AS4/3501-6.

G_{IC}^{inic} AS4/8552	T ^a =90°C	T ^a =50°C	T ^a =20°C	T ^a =0°C	T ^a =-30°C	T ^a =-60°C
MBT (J/m^2)	292.84	248.51	279.55	273.00	258.95	237.59
CC (J/m^2)	330.38	263.52	325.90	285.25	250.50	247.89
MCC (J/m^2)	299.33	257.96	288.47	276.91	254.72	251.32
Media	307.52	256.66	297.97	278.39	254.72	245.60
Des. Típica	20.06	7.59	27.04	6.26	4.23	7.15
Desv. %	6.52	2.96	8.88	2.25	1.66	2.91

Tabla 5.3: Valores medios de G_{IC}^{inic} obtenidos en los ensayos estáticos realizados para el material AS4/8552.

Como cabía esperar tras la evaluación de las curvas carga - desplazamiento, se obtienen valores de tenacidad más elevados para el material AS4/8552 para todas las temperaturas analizadas, ofreciendo una mayor resistencia a la iniciación de la deslaminación estática bajo modo I.

En cuanto a los métodos de cálculo, se puede apreciar que tal y como indica la norma ASTM, el método MBT ofrece los resultados más conservadores, y será por ello el elegido como método de referencia para todo el estudio posterior. En la figura 5.4, se han representado los valores de tenacidad en el momento de iniciación (G_{IC}^{inic}), obtenidos mediante la Teoría de la Viga Modificada, de todas las probetas ensayadas para ambos materiales.

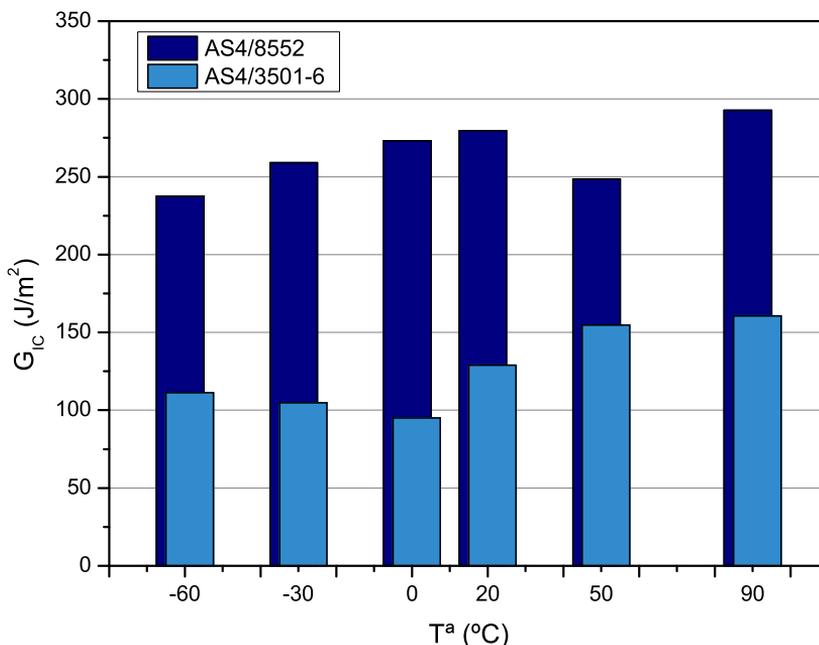


Figura 5.4: Valores de G_{IC}^{inic} durante la iniciación de la grieta para los dos tipos de compuestos a las distintas temperaturas de ensayo (MBT).

Para el material de resina sin modificar, AS4/3501-6, se puede apreciar que existe una diferencia significativa en su tenacidad a fractura interlaminar (G_{IC}) cuando varía la temperatura de ensayo. Se observa una tendencia creciente a medida que aumenta la temperatura, es decir, para temperaturas de 50 y 90°C se obtienen tenacidades sensiblemente superiores a las obtenidas a temperatura ambiente. Por el contrario, para bajas temperaturas: 0, -30 y -60°C, la tendencia

es justamente la contraria, los valores de tenacidad son sensiblemente inferiores a los obtenidos a temperatura ambiente, esta tendencia es más acusada a 0°C, aunque los valores obtenidos a bajas temperaturas no presentan diferencias significativas.

Para el material de matriz modificada, AS4/8552, estas variaciones son menos acusadas, aunque puede apreciarse una ligera tendencia a bajas temperaturas. Es decir, a medida que baja la temperatura de ensayo disminuye la tenacidad, mientras que a elevadas temperaturas, considerando la temperatura ambiente como valor de referencia, el comportamiento es más errático dado que se produce una acusada disminución de la tenacidad a 50°C respecto a los resultados obtenidos a 20 y 90°C.

Una conclusión previa extraída de las tendencias observadas sería que la matriz 3501-6 sufre alteraciones importantes en su comportamiento cuando se somete a fluctuaciones térmicas. Alteraciones que se traducen en una fragilización a bajas temperaturas y un aumento de su tenacidad a altas temperaturas, lo que justificaría el comportamiento del compuesto. En cuanto a la matriz 8552 se ve menos afectada por el factor térmico no siendo un parámetro determinante en su comportamiento frente a la fractura interlaminar en modo I bajo sollicitación estática en la fase de inicio de grieta.

5.2.2. Evolución de la tenacidad a fractura con la longitud de la deslaminación.

Seguidamente se analiza la influencia de la temperatura en la evolución del proceso de deslaminación de ambos materiales a medida que aumenta la longitud de grieta. Para ello, una vez iniciada la deslaminación, se determinan los valores de tenacidad a distintas longitudes de crecimiento de grieta, siendo G_{IC}^{prop} la tenacidad durante la propagación de la deslaminación.

En las figuras 5.5 y 5.6 se han representado gráficamente los valores de G_{IC}^{prop} (obtenidos por el método MBT) en función del avance de la fisura (denominando Δa a la longitud de deslaminación alcanzada a partir del inserto iniciador dispuesto en la probeta durante su fabricación) una vez iniciada la deslaminación, para el material AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente.

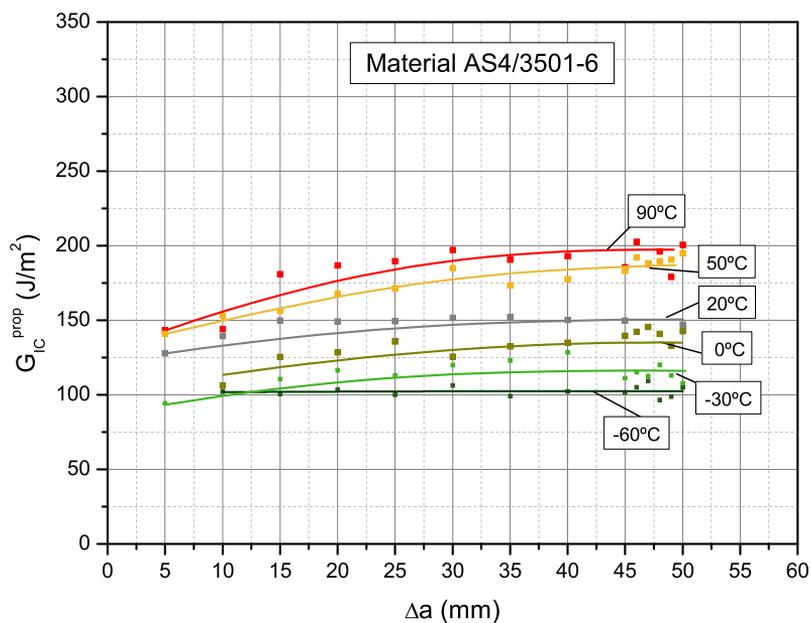


Figura 5.5: Valores de tenacidad (G_{IC}^{prop}) en función del avance de la deslaminación de las probetas más representativas del material AS4/3501 – 6.

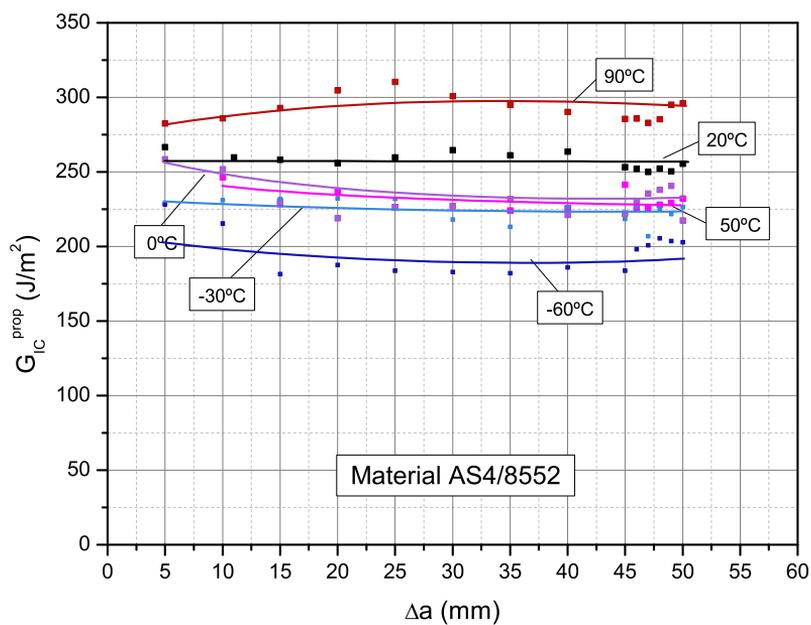


Figura 5.6: Valores de tenacidad (G_{IC}^{prop}) en función del avance de la deslaminación de las probetas más representativas del material AS4/8552.

Para el material AS4/3501-6, en general, se observa como a medida que aumenta la temperatura y la longitud de grieta aumenta su resistencia a la deslaminación bajo este modo de sollicitación a fractura. Para el material AS4/8552, de matriz modificada, la tendencia es similar en cuanto al efecto de la temperatura, mientras que la longitud de la deslaminación no modifica sustancialmente su tenacidad a fractura. Para este material se presenta una excepción a esta tendencia a 50°C donde la resistencia es menor que a temperatura ambiente, al contrario de lo que cabría esperar, pero coherente con lo observado durante la fase de iniciación.

Comparando ambos materiales, el compuesto AS4/8552 ofrece una mayor resistencia a la deslaminación, obteniendo valores de G_{IC}^{prop} superiores a los obtenidos para el material AS4/3501-6 para todas las temperaturas objeto de estudio. El aumento de la resistencia frente al avance de la grieta observado, en general, para el material AS4/3501-6 se puede justificar debido a la presencia de numerosos puentes de fibra, lo que origina un aumento significativo de su resistencia frente a la deslaminación. En la figura 5.7 se puede ver una imagen de los puentes de fibra formados en las probetas durante la ejecución de los ensayos. La formación de puentes de fibra resulta del crecimiento de la deslaminación entre dos capas unidireccionales de orientación 0°.



Figura 5.7: Puentes de fibra durante un ensayo para el material AS4/3501-6.

5.2.3. Curvas de resistencia (R-curves)

De acuerdo con la norma ASTM [17], en los ensayos tipo DCB, a medida que avanza la delaminación a partir del inserto, se desarrolla un comportamiento típico de resistencia a la fractura, donde los valores de G_{IC} calculados primero crecen gradualmente y después se estabilizan cuando se alcanza una determinada longitud de grieta. De este tipo de ensayo se puede obtener una curva de resistencia (R curve), que representa G_{IC} en función de la longitud de avance de la deslaminación (Δa) con el fin de caracterizar conjuntamente la iniciación (G_{IC}^{inic}) y propagación (G_{IC}^{prop}) de la deslaminación en un material compuesto unidireccional.

Las figuras 5.8 y 5.9 representan las curvas de resistencia obtenidas con los valores medios de G_{IC} de las probetas ensayadas a cada temperatura para el material AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente. Los puntos de iniciación y propagación, como se ha mencionado anteriormente, se obtuvieron mediante el criterio visual (VIS) y los valores de tenacidad se calcularon por el método MBT que, de acuerdo con la norma ASTM, es el más conservador.

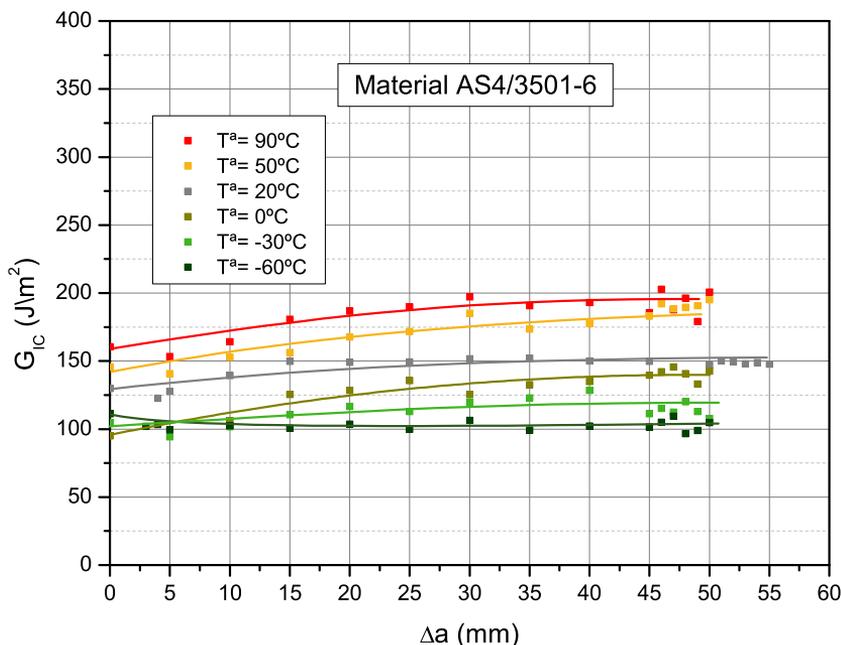


Figura 5.8: Curvas de resistencia del material AS4/3501-6 para todas las temperaturas objeto de estudio.

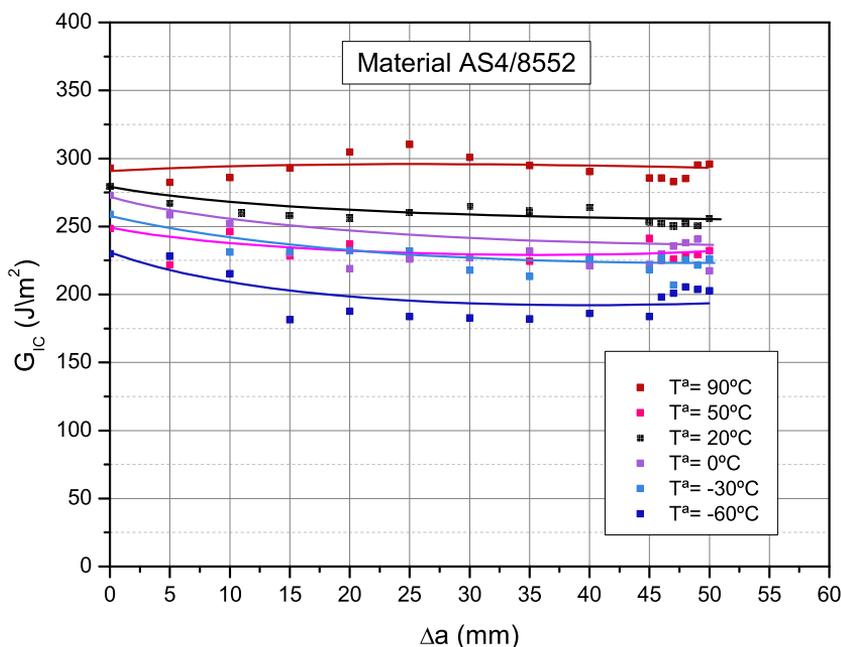


Figura 5.9: Curvas de resistencia del material AS4/8552 para todas las temperaturas objeto de estudio.

Comparando los dos tipos de materiales se puede observar una clara diferencia en cuanto a su comportamiento frente a la resistencia a la deslaminación. El material AS4/3501-6 presenta curvas de resistencia típicas (forma creciente), con un ligero incremento de la tenacidad al iniciar la deslaminación y una posterior estabilización de su resistencia a medida que avanza. Sin embargo, el material AS4/8552 presenta curvas bastante horizontales e incluso decrecientes. Como ya se ha avanzado, la razón principal de la resistencia a la deslaminación observada es la formación de puentes de fibra. Sin embargo, pese a que en el material de matriz modificada también se evidenciaron puentes de fibra, los valores de tenacidad en el punto de iniciación fueron superiores a los de propagación obteniendo curvas de resistencia decreciente o horizontales.

Para el material AS4/3501-6 las curvas de resistencia obtenidas, a pesar de tener la forma característica de las curvas R, son relativamente planas comparadas con las observadas en otros materiales compuestos (ensayados a temperatura ambiente). Por ejemplo, para un material compuesto de fibra de vidrio y viniléster, Shivakumar et al. [66] obtuvieron que el valor de G_{IC} aumentaba un 140% a los 50 mm de propagación de grieta, tomando como referencia el valor

de G_{IC} de iniciación, debido a la formación de puentes de fibra y microgrietas en la matriz.

En el presente trabajo, en todas las probetas ensayadas del material AS4/3501-6, la tenacidad aumentó menos del 30 % después de los 50 mm de avance de la deslaminación o cuando se consideró el valor de G_{IC}^{prop} estable, tabla 5.4. Estas curvas de resistencia planas son típicas de materiales compuestos con matrices frágiles como se demostró en algunos ensayos comparativos (round robin test) realizados por Hojo et al. [27].

Temperatura	G_{IC}^{inic} (J/m ²)	G_{IC}^{prop} (J/m ²)	$G_{IC}^{prop} - G_{IC}^{inic}$ (J/m ²)	ΔG %
T^a=90°C	160.60	197.24	36.64	22.8
T^a=50°C	145.69	184.06	38.37	26.34
T^a=20°C	128.93	152.08	23.15	17.96
T^a=0°C	95.02	132.54	37.52	39.48
T^a=-30°C	104.67	116.5	11.83	11.3
T^a=-60°C	111.25	103.2	-8.05	-7.23

Tabla 5.4: Variación de los valores de G_{IC}^{prop} y G_{IC}^{inic} para el material AS4/3501-6.

Respecto a la forma decreciente de las curvas de resistencia obtenidas para el material AS4/8552 se puede justificar por la presencia de bolsas de resina en el frente del inserto lo cual puede producir una iniciación de grieta inestable, tal como se describe en el capítulo 2 y valores de iniciación superiores o similares a los de propagación. Este fenómeno es más notable en este material ya que la resina 8552 ha sido modificada por el fabricante, para incrementar su tenacidad. En la tabla 5.5 se presenta la diferencia de los valores de tenacidad durante la propagación (G_{IC}^{prop}) y la iniciación (G_{IC}^{inic}) a temperatura ambiente y elevadas temperaturas, la diferencia entre estos valores es muy pequeña, obteniéndose curvas de resistencia planas o con una ligera pendiente decreciente.

A bajas temperaturas el material de matriz modificada presenta un mayor decremento de la tenacidad pero en todo caso, siempre por debajo del 20 % de los valores de G_{IC}^{inic} .

Temperatura	G_{IC}^{inic} (J/m ²)	G_{IC}^{prop} (J/m ²)	$G_{IC}^{prop} - G_{IC}^{inic}$ (J/m ²)	$\Delta G\%$
T ^a =90°C	292.84	300.82	7.98	2.73
T ^a =50°C	248.51	232.21	-16.3	-6.56
T ^a =20°C	279.55	261.22	-18.33	-6.56
T ^a =0°C	273	229.7	-43.3	-15.86
T ^a =-30°C	258.95	225.31	-33.64	-12.99
T ^a =-60°C	237.59	200.81	-36.78	-15.48

Tabla 5.5: Variación de los valores de G_{IC}^{prop} y G_{IC}^{inic} para el material AS4/8552.

En general, en las curvas R, los valores de iniciación (G_{IC}^{inic}) son los más bajos y se consideran los valores más críticos. Además, la tendencia normal de estas curvas, es estabilizarse durante la propagación alcanzando un valor de G_{IC} prácticamente constante, que puede ser considerado como el límite superior de G_{IC} . Sin embargo, en los resultados obtenidos, especialmente para el material AS4/8552 el valor más elevado corresponde a la iniciación.

Johnson et al. [134], en su investigación sobre la deslaminación bajo modo I de fractura a temperaturas extremas para un compuesto IM7/977-2, obtuvieron curvas de resistencia inversas (forma decreciente) especialmente, en sus ensayos realizados a temperaturas criogénicas, figura 5.10.

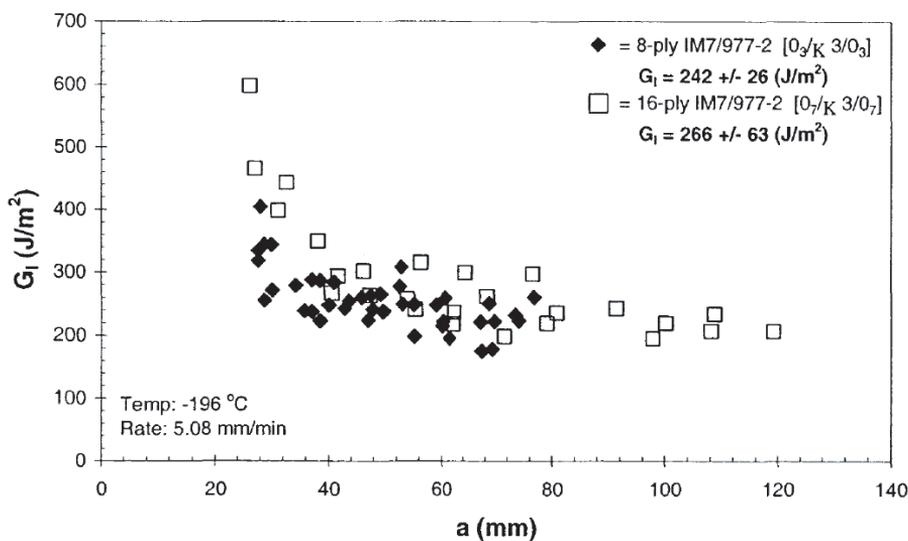


Figura 5.10: Curvas de resistencia a temperatura criogénica (-196°C) [134].

Según Johnson et al. las curvas de resistencia de pendiente negativa, también llamadas desfavorables, implican que al aumentar la longitud de la deslaminación se requiere menos energía para propagar la grieta, lo cual podría inducir a un fallo catastrófico. Por tanto, el material necesitaría una elevada cantidad de energía para iniciar la grieta pero una vez formada, se propaga rápidamente sin necesidad de aplicar grandes esfuerzos. Para el caso del material AS4/8552, no se puede concluir un fallo catastrófico ya que las pendientes de la curvas, a pesar de ser decrecientes, son muy suaves con una diferencia entre los valores de tenacidad durante la iniciación y la propagación bastante baja.

Johnson et al. confirman que el compuesto se vuelve más rígido a temperaturas criogénicas. En investigaciones previas realizadas por los mismos autores demostraron que la resina utilizada aumentaba su rigidez y resistencia al disminuir la temperatura. Sin embargo, al calcular la tenacidad, obtuvieron que disminuía a bajas temperaturas. Esto implicaría que el esfuerzo requerido para iniciar la grieta en el compuesto debe ser mayor a bajas temperaturas ya que la resistencia de la matriz es mayor. Por tanto, la tenacidad de la matriz durante la propagación puede ser inferior a la de iniciación. Este razonamiento concuerda con la diferencia de comportamientos entre los materiales analizados en el presente trabajo ya que el material AS4/8552 tiene una matriz más tenaz.

No obstante, en el presente trabajo se realiza un análisis fractográfico donde se estudian las superficies de fractura de las probetas previamente ensayadas, con el fin de relacionar los mecanismos de fractura con los resultados obtenidos en el procedimiento experimental con el fin de determinar tanto la influencia de la temperatura como del tipo de matriz en los compuestos objeto de estudio.

Capítulo 6

Resultados experimentales de los ensayos a fatiga

6.1. Introducción

En este capítulo se describe el comportamiento bajo sollicitación dinámica de ambos materiales. Para ello se realizaron ensayos de fatiga cuyo objetivo es obtener información sobre los procesos de iniciación y propagación de la grieta bajo este modo de sollicitación, modo I de fractura, para los dos tipos de materiales y las temperaturas consideradas.

6.1.1. Iniciación de la deslaminación

El estudio experimental realizado bajo sollicitación dinámica ha permitido determinar la influencia de la temperatura y el tipo de matriz en la fase de inicio de la deslaminación para todo el campo de trabajo de los compuestos analizados comprendido desde la zona de bajo número de ciclos hasta la zona de alto número de ciclos. Para ello se han realizado ensayos empleando varios niveles de sollicitación. El inicio de la grieta se determinó mediante observación directa en la probeta, estableciendo el número de ciclos de iniciación (N_a), como el número de ciclos transcurridos desde el comienzo del ensayo hasta la apreciación visual de una grieta en el frente de la deslaminación de 3 a 5 mm de longitud (método N_a^{VIS}).

Esta etapa del ensayo a fatiga bajo modo I se caracterizó mediante la curva $G_{I_{max}} - N_a$, que define gráficamente el número de ciclos necesario para iniciar

el crecimiento de la deslaminación en función de la tasa de relajación de energía máxima aplicada calculada mediante el método de la Teoría de la Viga Modificada, como recomienda la norma ASTM D 6115 [18], para la determinación de la vida a fatiga de materiales compuestos sometidos a amplitud de sollicitación constante:

$$G_{I_{max}} = \frac{3P_{max}\delta_{max}}{2b(a + |\Delta|_{av})} \quad (6.1)$$

siendo $|\Delta|_{av}$ el valor medio del factor de corrección obtenido de los ensayos estáticos previos para cada material y temperatura como se describió en el capítulo anterior del presente trabajo.

Para realizar un mejor análisis de la influencia de la temperatura en ambos materiales se presentan los resultados obtenidos a elevadas y bajas temperaturas por separado empleando en ambos casos la temperatura ambiente (20°C) como temperatura de referencia. En las figuras 6.1 y 6.2, se presentan las curvas $G_{I_{max}} - N_a$ obtenidas en los ensayos realizados a 20, 50 y 90°C para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente.

Las tendencias presentadas en dichas figuras se han elaborado representando los valores medios obtenidos en los ensayos para los distintos niveles de sollicitación. En todos los casos se ha considerado 2 millones de ciclos como límite de fatiga.

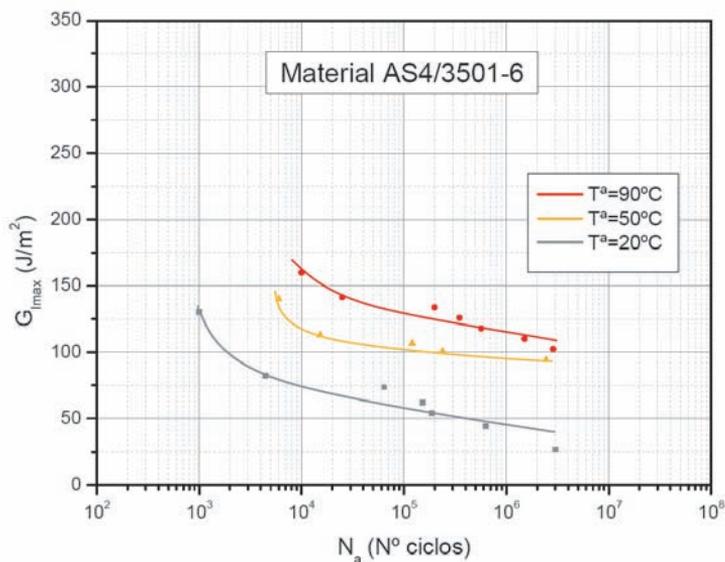


Figura 6.1: Número de ciclos necesarios para iniciar la deslaminación (N_a) en función de la tenacidad máxima obtenida, para distintos niveles de sollicitación, para el material AS4/3501-6 a 20, 50 y 90°C.

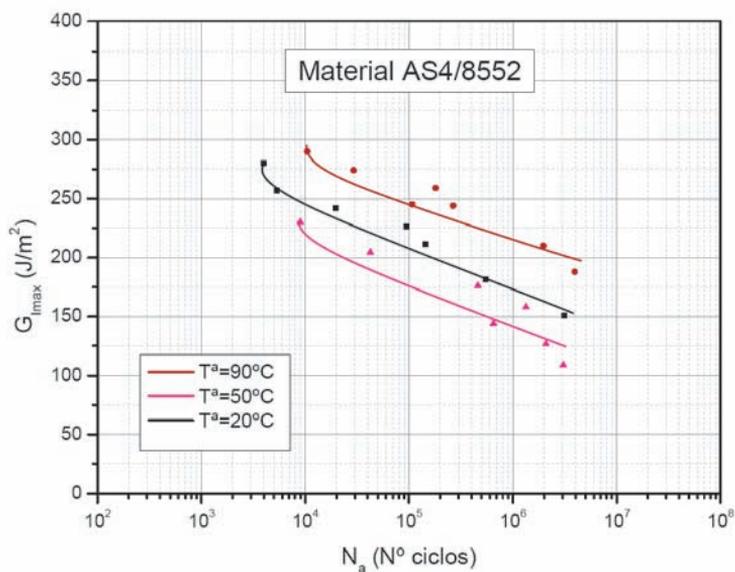


Figura 6.2: Número de ciclos necesarios para iniciar la deslaminación (N_a) en función de la tenacidad máxima obtenida, para distintos niveles de sollicitación, para el material AS4/8552 a 20, 50 y 90°C.

De las curvas G-N obtenidas para ambos materiales ensayados a elevadas temperaturas, se puede observar que el número de ciclos necesarios para iniciar la deslaminación (N_a) es mayor para el material AS4/8552 (figura 6.2) para el rango de temperatura representado. Por tanto, al igual que en los ensayos estáticos, el material de matriz modificada ofrece una mayor resistencia al inicio de la deslaminación a temperatura ambiente y elevadas temperaturas.

Analizando la influencia de la temperatura para cada material se puede apreciar que el composite AS4/3501-6 presenta valores de tenacidad máximos que aumentan a medida que se incrementa la temperatura de ensayo. Además los valores disminuyen como cabe esperar con la disminución del $\%G_{IC}$, aumentando por consiguiente el número de ciclos necesarios para iniciar la deslaminación. El material AS4/8552 muestra una tendencia similar, si bien, en este caso y al igual que ocurría en los ensayos estáticos, a 50°C muestra un comportamiento distinto al esperado, obteniéndose valores de tenacidad ligeramente inferiores a los determinados a temperatura ambiente. Sin embargo, comparando para un mismo nivel de sollicitación, se puede observar como el número de ciclos es mayor que los obtenidos a temperatura ambiente, al igual que ocurre cuando el material es ensayado a 90°C.

En general, ambos materiales presentan un comportamiento de la matriz más dúctil a medida que aumenta la temperatura de ensayo y por consiguiente presentan una mayor resistencia a la deslaminación ofreciendo un mayor número de ciclos a medida que se incrementa la temperatura de ensayo. Debido a la proximidad entre las curvas G-N obtenidas para el material de matriz modificada, puede concluirse que el material AS4/3501-6 presenta una mayor influencia de la temperatura de ensayo. Al igual que en los ensayos estáticos previos, el material de matriz modificada presenta una mayor resistencia al inicio de la deslaminación.

En las figuras 6.3 y 6.4, se presentan las curvas $G_{I_{max}} - N_a$ obtenidas en los ensayos realizados a bajas temperaturas (0, -30 y -60°C) y a 20°C como temperatura de referencia, para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente. Las curvas representan los resultados medios de los ensayos realizados empleando diferentes niveles de sollicitación ($\%G_{IC}$).

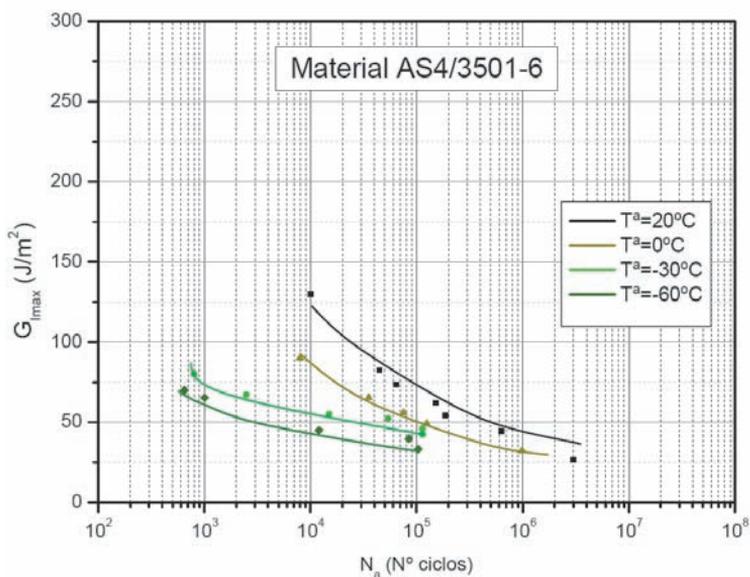


Figura 6.3: Número de ciclos necesarios para iniciar la deslaminación (N_a) en función de la tenacidad máxima obtenida, para distintos niveles de sollicitación, para el material AS4/3501-6 a 20, 0, -30 y -60°C.

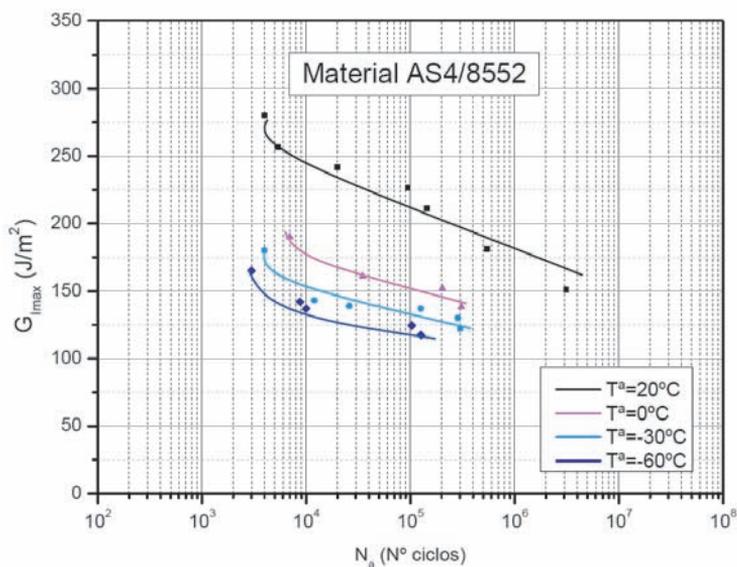


Figura 6.4: Número de ciclos necesarios para iniciar la deslaminación (N_a) en función de la tenacidad máxima obtenida, para distintos niveles de sollicitación, para el material AS4/8552 a 20, 0, -30 y -60°C.

Analizando la influencia del tipo de matriz en las curvas G-N obtenidas a bajas temperaturas, se puede observar, como al igual que ocurría a elevadas temperaturas y a lo observado en los ensayos estáticos previos, el material de matriz modificada (8552) presenta una mayor resistencia al inicio de la deslaminación bajo sollicitación dinámica, alcanzando un mayor número de ciclos (N_a) y de valores tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) para todo el rango de temperatura analizado.

En cuanto a la influencia de la temperatura en el proceso de iniciación de la deslaminación bajo modo I de fractura y cargas dinámicas se puede observar como ambos materiales presentan una menor resistencia al disminuir la temperatura de ensayo. Bajo estas condiciones ambas matrices presentan un comportamiento más frágil lo que produjo, en varios de los ensayos realizados, un inicio de la deslaminación inestable potenciado por la formación de bolsas de resina en el frente de la grieta.

En base a los resultados obtenidos para ambos materiales se puede observar un comportamiento similar al obtenido en los ensayos estáticos, si bien, la influencia de la temperatura es más notable en los ensayos realizados bajo cargas cíclicas debido a la duración de estos y, por tanto, al mayor tiempo de exposición al efecto térmico.

Los datos experimentales obtenidos a elevadas temperaturas y temperatura ambiente, han sido tratados mediante un modelo probabilístico basado en una distribución de Weibull propuesto por Castillo et al. [135, 136] que proporciona una descripción global de todo el campo de vida a fatiga tanto en las zonas de bajo como alto número de ciclos y permite determinar el valor del límite verdadero de vida a fatiga, es decir, el nivel de sollicitación bajo el cual un determinado elemento es capaz de soportar un número ilimitado de ciclos. Este límite de fatiga tiene la característica de ser único para cualquier probabilidad de fallo y es insensible al efecto del tamaño.

Para aplicar este modelo es necesario un elevado número de ensayos que no se ha alcanzado en la experimentación realizada a bajas temperaturas por lo cual para estos casos no se ha empleado este modelo. La aplicación de un modelo de estas características ha permitido identificar aspectos relevantes en

el comportamiento a fatiga de ambos materiales, tales como la estimación de la resistencia a fatiga para duraciones superiores a los valores ensayados, o el análisis de la fiabilidad de los resultados.

El modelo utilizado por Castillo et al. (ec. 6.2) permite obtener todo el campo de fatiga (en la presente tesis $G_{I_{max}} - N_a$) para una muestra de resultados de ensayos bajo sollicitación dinámica de amplitud constante:

$$Pf = F(N; G) = 1 - \exp\left[\left(\frac{\log(N/N_0) \cdot \log(G_{I_{max}}/G_0) - \lambda}{\delta}\right)^\beta\right] \quad (6.2)$$

siendo $\log(N/N_0) \cdot \log(G_{I_{max}}/G_0) \geq \delta$.

Donde N es la vida a fatiga medida en ciclos, G es el rango de tensión, Pf es la probabilidad de fallo; y G_0 , N_0 , β , λ y δ son los parámetros a estimar, con el siguiente significado:

G_0 = Energía de fractura límite.

N_0 = Valor umbral o número de ciclos límite.

β = Parámetro de forma de la distribución de Weibull.

λ = Parámetro que fija la posición de la curva límite, o de probabilidad nula.

δ = Parámetro de escala.

En las figuras 6.5, 6.6 y 6.7 se presentan las curvas de fatiga para diferentes probabilidades de rotura para el material AS4/3501-6. Estas curvas representan la probabilidad de fallo a fatiga de acuerdo a un modelo de Weibull utilizado, en la que se presenta la energía de fractura máxima frente al número de ciclos necesarios para la iniciación de una grieta por fatiga en el dicho composite cuando es ensayado a 20, 50 y 90°C, respectivamente. En la figura 6.8, para el mismo material, se presenta todo el campo de fatiga considerando que los resultados experimentales obtenidos para todas las temperaturas ensayadas es una única muestra de resultados que representaría el comportamiento global del material en condiciones de servicio en el que se produzcan fluctuaciones térmicas.

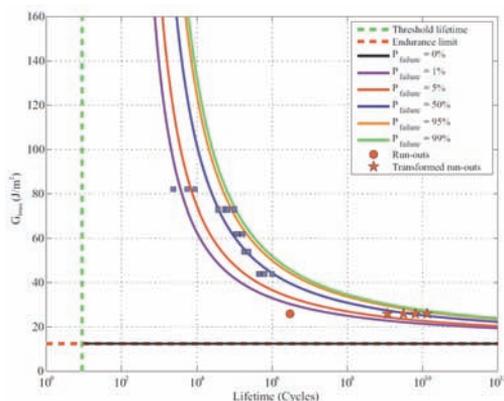


Figura 6.5: Curvas de fatiga del material AS4/3501-6 a 20°C.

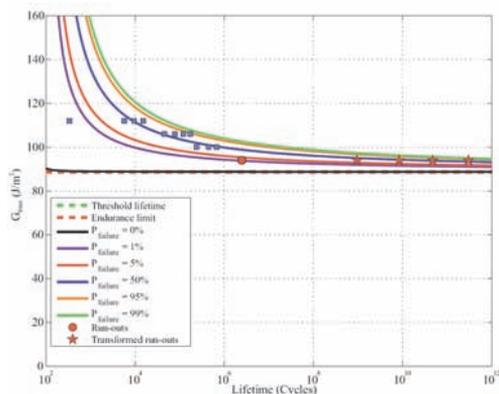


Figura 6.6: Curvas de fatiga del material AS4/3501-6 a 50°C.

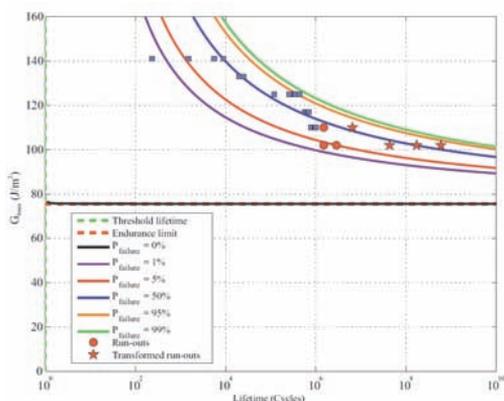


Figura 6.7: Curvas de fatiga del material AS4/3501-6 a 90°C.

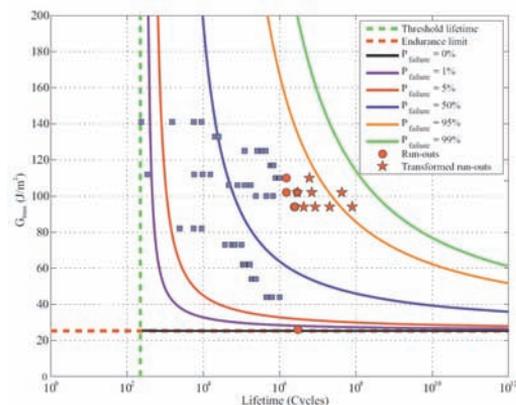


Figura 6.8: Curvas de fatiga del material AS4/3501-6 a 20, 50 y 90°C.

De las curvas obtenidas para el material AS4/3501-6 se observa que el comportamiento a fatiga del material mejora a medida que aumenta la temperatura de ensayo, apreciándose un aumento significativo del límite de fatiga a 50 y 90°C frente al obtenido a temperatura ambiente, debido al aumento del comportamiento dúctil de la matriz con el incremento de la temperatura de ensayo. Cuando se consideran todos los resultados realizados a las distintas temperaturas como única muestra de resultados (figura 6.8), lo que permite obtener una información global del comportamiento a fatiga, se aprecia que el límite de fatiga estimado es superior al obtenido a temperatura ambiente y sensiblemente inferior al obtenido en ensayos a 50°C y 90°C.

Las figuras 6.9, 6.10 y 6.11 muestran las curvas que representan la probabilidad de fallo a fatiga de acuerdo a un modelo de Weibull utilizado, en la que se presenta la energía de fractura máxima frente al número de ciclos necesarios para la iniciación de una grieta por fatiga en el material de matriz modificada, AS4/8552, ensayado a sollicitación a fractura bajo modo I a 20, 50 y 90°C, respectivamente. En la figura 6.12, para el mismo material, se presenta todo el campo de fatiga considerando que los resultados experimentales obtenidos para todas las temperaturas ensayadas es una única muestra de resultados y por tanto, representaría el comportamiento global del material en condiciones de servicio en el que se produzcan fluctuaciones térmicas.

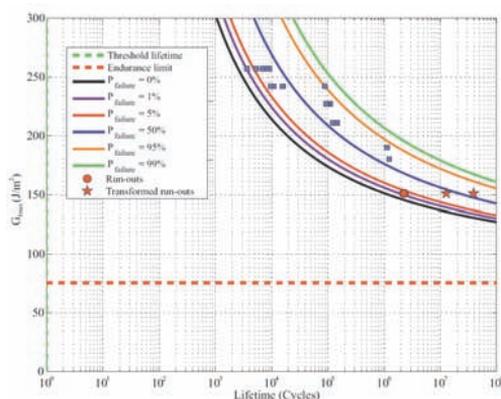


Figura 6.9: Curvas de fatiga del material AS4/8552 a 20°C.

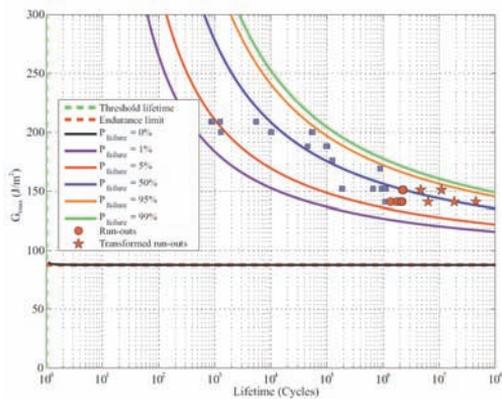


Figura 6.10: Curvas de fatiga del material AS4/8552 a 50°C.

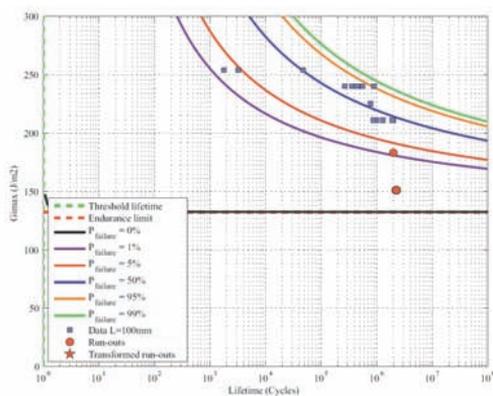


Figura 6.11: Curvas de fatiga del material AS4/8552 a 90°C.

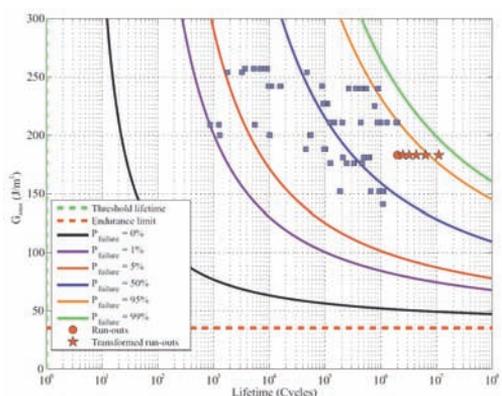


Figura 6.12: Curvas de fatiga del material AS4/8552 a 20, 50 y 90°C.

Para el material AS4/8552 se aprecia una menor dependencia del límite de fatiga con la temperatura, aunque cuando se consideran todas las temperaturas como una única muestra, el límite de fatiga es sensiblemente inferior al obtenido cuando se consideran cada una de las temperaturas de forma independiente, lo que indicaría que, desde el punto de vista de la seguridad, es necesario realizar ensayos para todo el campo térmico de trabajo del material.

Los resultados obtenidos con el modelo probabilístico empleado muestran una buena correlación con los resultados determinados en las curvas $G_{I_{max}} - N$, obteniendo, para el rango de temperaturas analizado, una mayor resistencia a la deslaminación para el material de matriz modificada y una tendencia similar en función de la temperatura de ensayo para ambos materiales más acusada para el material AS4/3501-6.

6.1.2. Propagación de la grieta

Una vez definida la resistencia a la iniciación se procede al análisis de la evolución de la deslaminación bajo cargas cíclicas en modo I de fractura.

Como se ha descrito en el capítulo anterior, durante esta etapa de ensayo se registra la longitud de la deslaminación que se va originando por el efecto dinámico y el número de ciclos correspondiente. De esta forma, se pueden obtener parámetros representativos del comportamiento de estos materiales en el proceso de propagación de la deslaminación a fatiga, como son: la tasa o velocidad de crecimiento de grieta (da/dN), la tenacidad máxima en cada longitud de grieta ($G_{I_{max}}$) o la tasa de relajación de energía (ΔG), que es la diferencia entre la resistencia máxima y mínima en el ciclo correspondiente para determinada longitud de grieta ($G_{I_{max}} - G_{I_{min}}$).

Al igual que en la etapa de iniciación de la deslaminación a fatiga, en esta fase se puede calcular la tenacidad a la fractura por los tres métodos de cálculo que recomienda la norma ASTM [17]. De acuerdo con el procedimiento utilizado en los ensayos estáticos, se ha elegido el método de la Teoría de la Viga Modificada (MBT) a la hora de calcular y representar gráficamente los resultados obtenidos, por ser el más conservador de acuerdo con esta norma.

Influencia de $G_{I_{max}}$

Para comenzar con el análisis del proceso de crecimiento se han representado los valores de la tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) en función del avance de la deslaminación (Δa) una vez que la grieta se ha iniciado y ha alcanzado 5 mm de longitud. Para facilitar el análisis de la influencia de la temperatura en el proceso, se han representado los resultados obtenidos de forma independiente, por una parte a elevadas temperaturas y por otra a bajas temperaturas. En ambos casos se ha tomado como temperatura de referencia la temperatura ambiente.

En las figuras 6.13 y 6.14 se muestran las curvas $G_{I_{max}} - \Delta a$ obtenidas de los ensayos realizados a 20, 50 y 90°C para el material AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente, a un nivel de sollicitación del 75 % de la tasa de relajación de energía obtenida de la caracterización estática a cada temperatura.

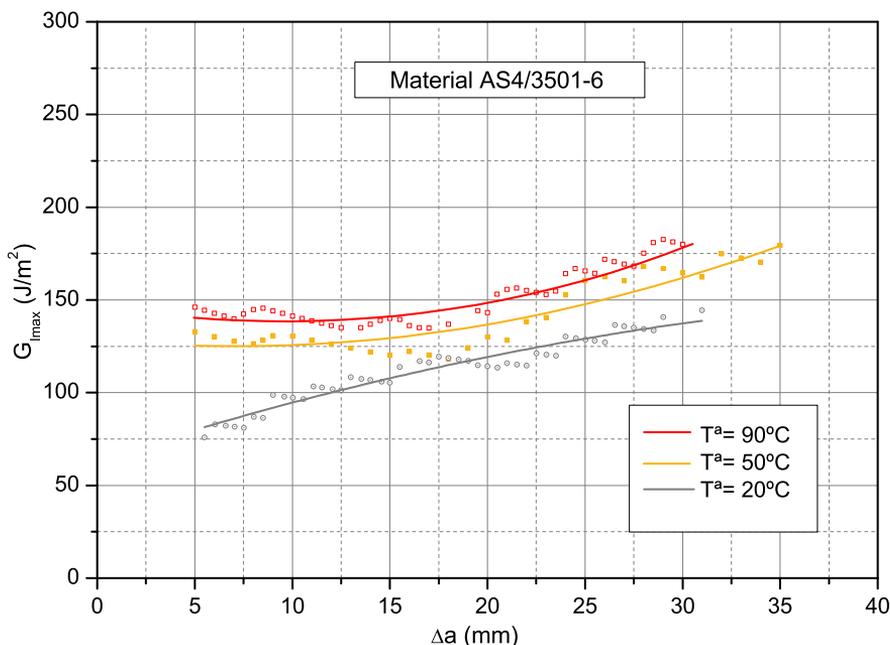


Figura 6.13: Tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) en función del avance de grieta (Δa), para el material AS4/3501-6 a 20, 50 y 90°C.

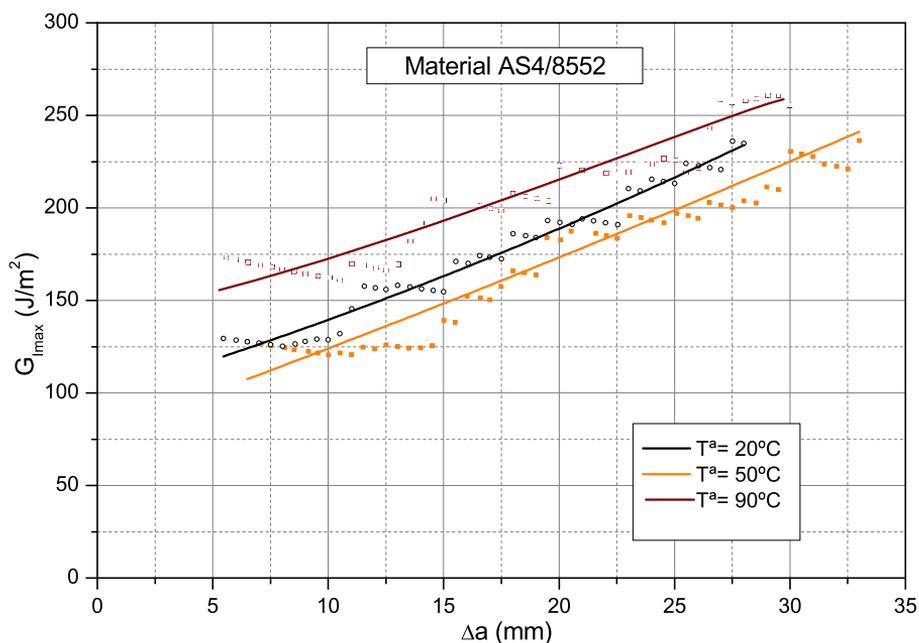


Figura 6.14: Tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) en función del avance de grieta (Δa), para el material AS4/8552 a 20, 50 y 90°C.

De los resultados obtenidos para el material AS4/3501-6 se puede observar como a medida que se incrementa la temperatura de ensayo, aumenta su resistencia a la deslaminación, al igual que en los resultados obtenidos en los ensayos estáticos. También se puede apreciar como las curvas de tendencia en los ensayos realizados a 50 y 90°C son inicialmente rectas y prácticamente horizontales y a partir de una cierta longitud de grieta las curvas aumentan su pendiente ofreciendo valores más elevados de tenacidad, este fenómeno puede ser causado por un aumento de la ductilidad de la matriz o un incremento en la formación de puentes de fibra. En el caso de los ensayos realizados a temperatura ambiente (20°C), la pendiente aumenta desde el principio de la deslaminación debido a la formación temprana de puentes de fibra como se observó durante la experimentación.

En cuanto al material de matriz modificada, AS4/8552, puede observarse un aumento de la resistencia a la deslaminación a 90°C, en comparación con la observada a temperatura ambiente, y una disminución de dicha resistencia a 50°C. Respecto a la evolución de la tasa de relajación de energía máxima con la longitud de grieta se aprecia un aumento significativo de dicho parámetro a medida que progresa la zona deslaminada, debido probablemente a un aumento

del comportamiento dúctil de la matriz lo que puede favorecer la formación de puentes de fibra. Los mecanismos de fractura que pueden ser responsables de estos valores de tenacidad se analizarán en detalle en el capítulo de análisis fractográfico.

Comparando ambos materiales podemos apreciar como para el material de matriz modificada (8552), al igual que ocurría en los ensayos estáticos, se obtienen valores de tenacidad más elevados que en el material AS4/3501-6, con un incremento del 15 al 30 % aproximadamente para todas las temperaturas de ensayo analizadas.

En las figuras 6.15 y 6.16 se representan las curvas $G_{I_{max}} - \Delta a$ obtenidas de los ensayos realizados a bajas temperaturas (0, -30 y -60°C) y 20°C como temperatura de referencia, para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente. Los resultados representados en estas figuras, al igual que a elevadas temperaturas, se corresponden a un nivel de sollicitación del 75 % de G_{IC} .

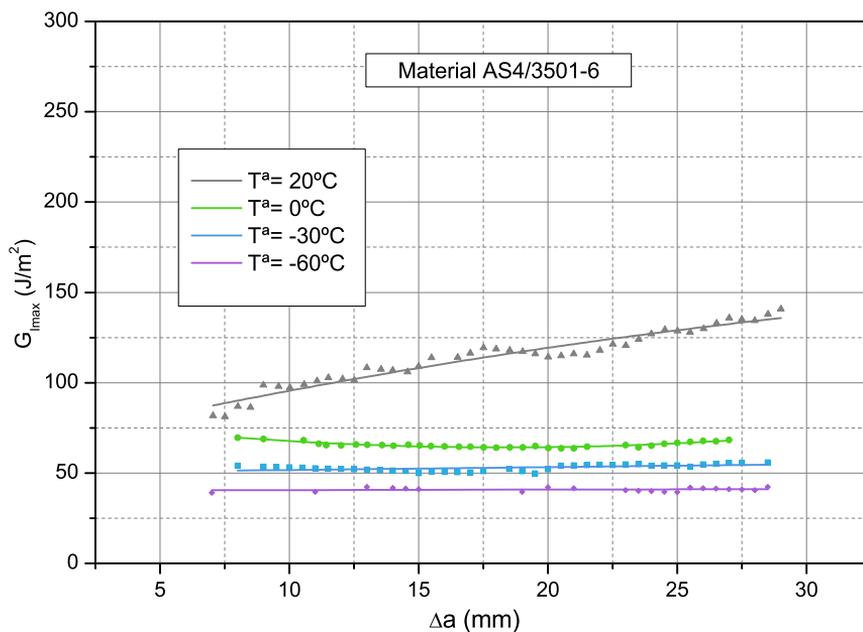


Figura 6.15: Tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/3501-6 en los ensayos realizados a 20, 0, -30 y -60°C.

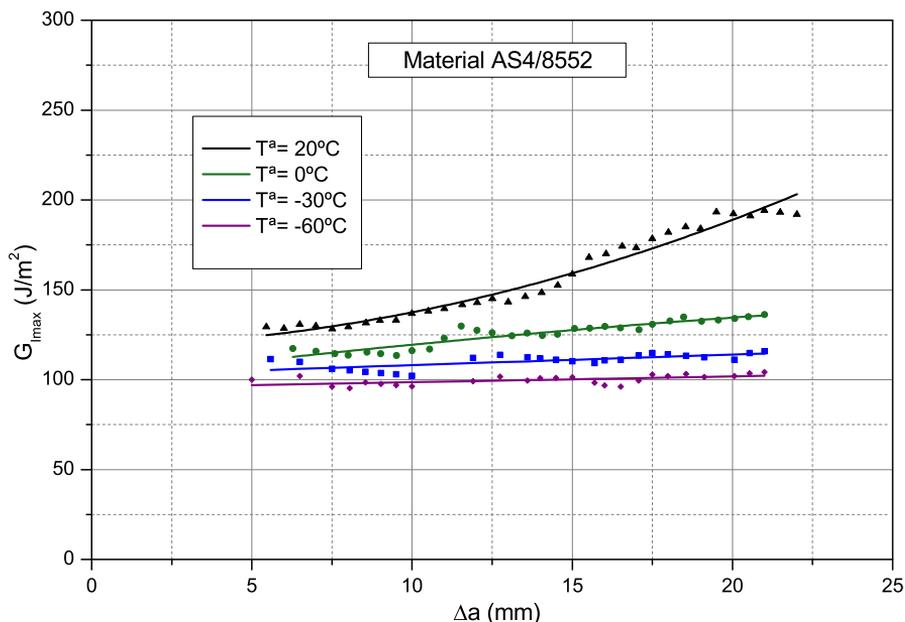


Figura 6.16: Tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/8552 en los ensayos realizados a 20, 0, -30 y -60°C.

Se puede observar, figura 6.15, que el material AS4/3501-6 presenta valores de tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) más bajos a medida que disminuye la temperatura de ensayo. También cabe mencionar que al contrario que ocurre a temperatura ambiente o a altas temperaturas, el material de matriz sin modificar presenta curvas $G_{I_{max}}-\Delta a$ prácticamente horizontales a bajas temperaturas. Es decir, no existe un aumento de la resistencia a la deslaminación a medida que la grieta progresa, lo cual puede atribuirse al aumento del comportamiento frágil de la matriz y disminución de la formación de puentes de fibra en las temperaturas consideradas.

El material AS4/8552, figura 6.16, muestra una tendencia similar al material AS4/3501-6 ofreciendo una disminución de los valores de tenacidad máxima a medida que disminuye la temperatura de ensayo. Sin embargo, al contrario que el material de matriz sin modificar, este compuesto si que presenta un ligero incremento de la tenacidad a medida que avanza la deslaminación en los ensayos realizados a bajas temperaturas.

Respecto a la influencia del tipo de matriz en el proceso de deslaminación a bajas temperaturas se puede apreciar una tendencia semejante a la observa-

da a elevadas temperaturas, así el material de matriz modificada (AS4/8552) presenta valores de tenacidad máxima más elevados del orden de un 60 % más altos que los obtenidos para el material AS4/3501-6.

De lo anteriormente expuesto se puede concluir que en el rango de temperaturas analizadas ambos materiales ofrecen valores de $G_{I_{max}}$ más elevados a medida que aumenta la temperatura de ensayo, debido principalmente al aumento del comportamiento dúctil de la matriz en ambos materiales. El material de matriz modificada presenta una singularidad a 50°C, donde los valores de tenacidad obtenidos son ligeramente inferiores a los obtenidos a temperatura ambiente, al contrario de la tendencia general. Este fenómeno se analizará con mayor detalle en el capítulo siguiente, donde se observan los micromecanismos de fractura mediante un análisis fractográfico de las superficies de fractura de las probetas previamente ensayadas.

Influencia del Número de ciclos

Uno de los métodos para analizar la velocidad de propagación de la deslaminación a fatiga es mediante las curvas $\Delta a - N^{\circ} \text{ciclos}$, es decir, relacionando longitud de avance de la deslaminación con el número de ciclos de carga aplicados.

En las figuras 6.17 y 6.18 se presentan las curvas $\Delta a - N^{\circ} \text{ciclos}$ obtenidas durante los ensayos realizados a elevadas temperaturas (20, 50 y 90°C) para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8852, respectivamente. Como en los casos anteriores, los resultados representados corresponden a un nivel de sollicitación el 75 % de G_{IC} .

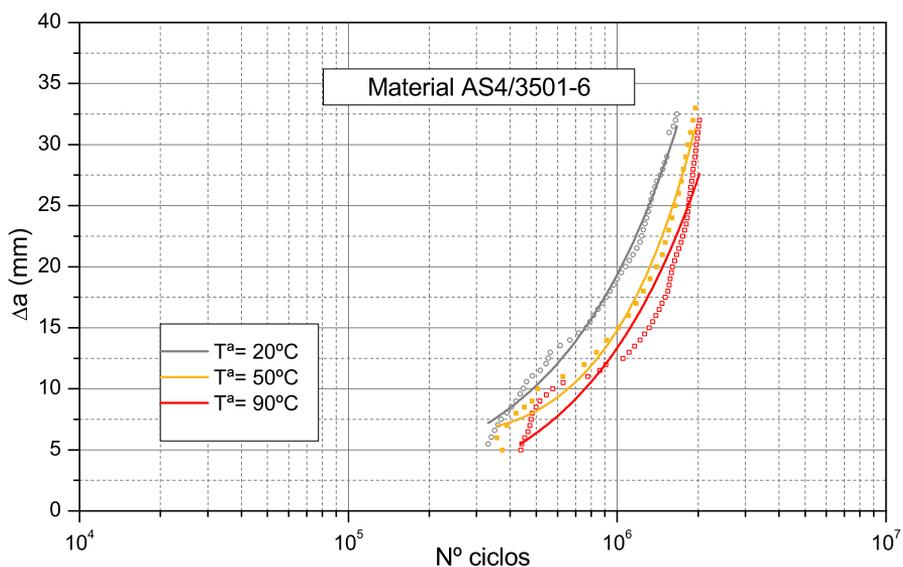


Figura 6.17: Número de ciclos necesarios (Nº ciclos) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/3501-6 en los ensayos realizados a 20, 50 y 90°C.

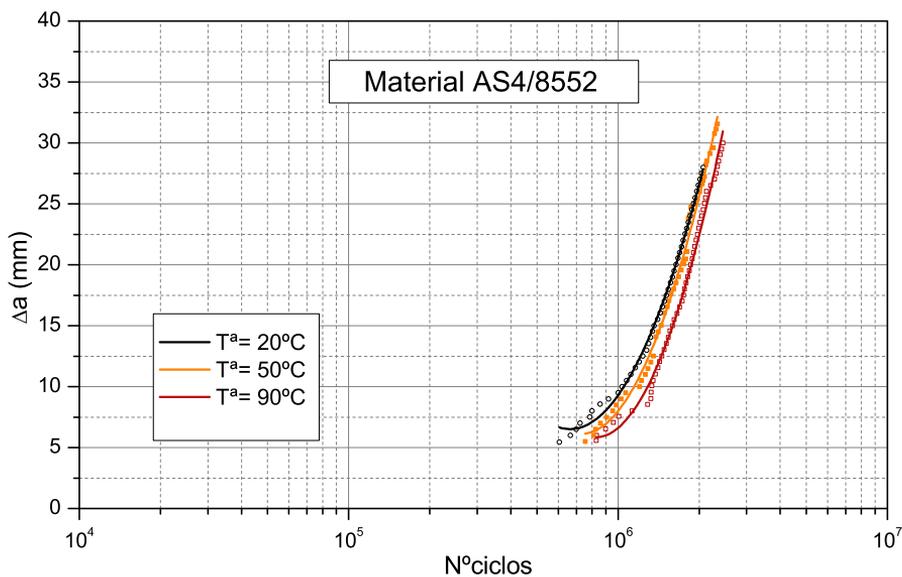


Figura 6.18: Número de ciclos necesarios (Nº ciclos) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/8552 en los ensayos realizados a 20, 50 y 90°C.

En los gráficos $\Delta a - N^{\circ} \text{ciclos}$ obtenidos para ambos materiales se puede observar una tendencia similar en cuanto a la influencia de la temperatura de ensayo. Ambos laminados precisan de un mayor número de ciclos para avanzar la deslaminación a medida que se incrementa la temperatura de ensayo.

Comparando ambos materiales, se puede apreciar como el número de ciclos necesario es más elevado para el material de matriz modificada, para todas las temperaturas analizadas (20, 50 y 90°C). También cabe destacar que la temperatura tiene una mayor influencia en las curvas obtenidas para el material AS4/3501-6 donde, como se puede observar en la figura 6.17, presentan una mayor dispersión en comparación con las obtenidas para el material de matriz modificada en estados avanzados de deslaminación (aproximadamente 20 mm) donde la influencia de la temperatura es escasa, especialmente en los ensayos realizados a 20 y 50°C.

En las figuras 6.19 y 6.20 se ha presentado el número de ciclos ($N^{\circ} \text{ciclos}$) en función del avance de la deslaminación (Δa), a bajas temperaturas (0, -30 y -60°C) y a 20°C como temperatura de referencia, para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8852, respectivamente, para un nivel de sollicitación del 75 %.

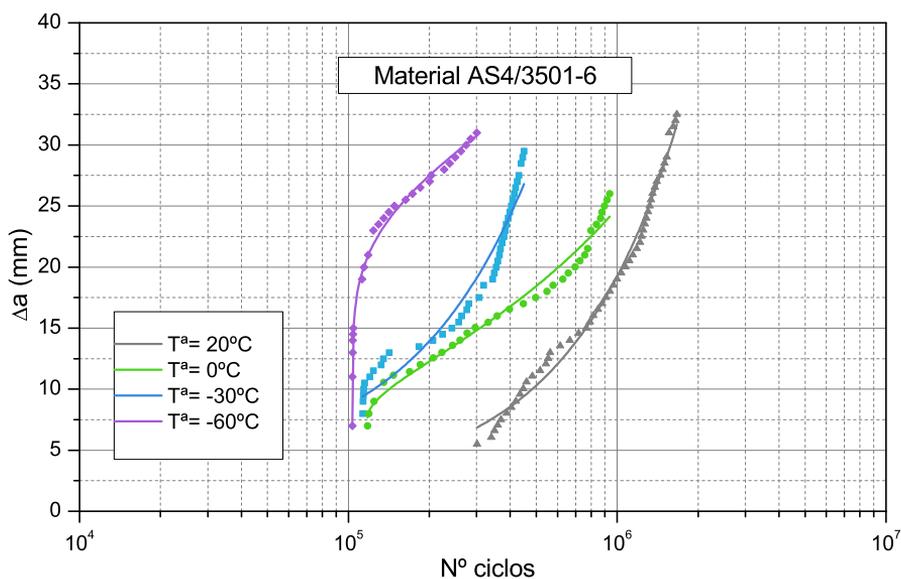


Figura 6.19: Número de ciclos necesarios ($N^{\circ} \text{ciclos}$) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/3501-6 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C.

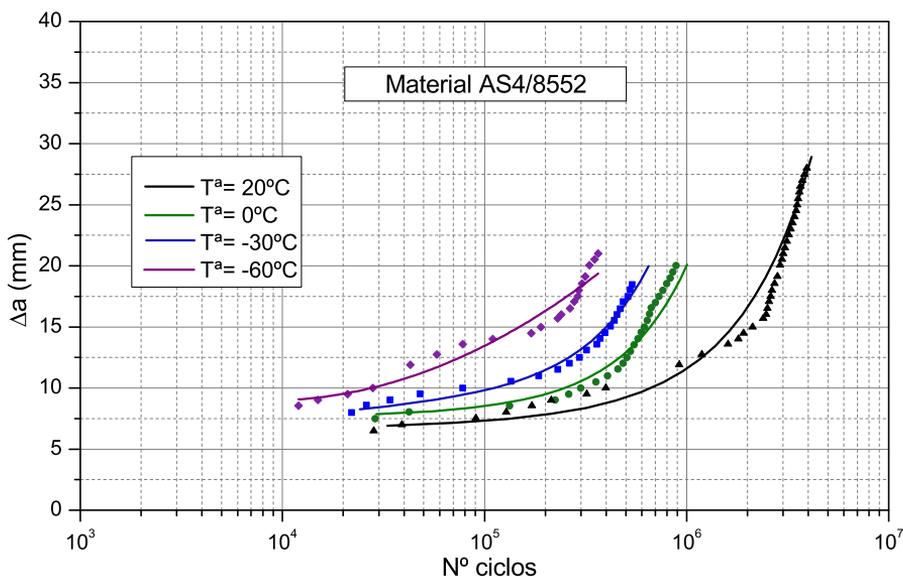


Figura 6.20: Número de ciclos necesarios (N° ciclos) en función del avance de grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/8552 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C .

En general para ambos materiales a bajas temperaturas se puede apreciar la misma tendencia. Disminuye el número de ciclos necesarios para lograr avanzar la deslaminación a medida que disminuye la temperatura de ensayo.

También se han observado que cuando el material AS4/3501-6 (figura 6.19) es ensayado a la temperatura más baja (-60°C), el número de ciclos disminuye notablemente en comparación con los resultados obtenidos a 0 y a -30°C . Para el material de matriz modificada, figura 6.20, a pesar de que el número de ciclos también se reduce considerablemente a la temperatura de -60°C , el cambio no es tan significativo.

En cuanto a la influencia del tipo de matriz, al igual que ocurría a elevadas temperaturas, el número de ciclos necesarios es mayor para el material de matriz modificada, obteniendo una propagación de la grieta más lenta en comparación con el material AS4/3501-6 y por tanto, un mejor comportamiento mecánico frente al avance de la deslaminación a bajas temperaturas de ensayo.

Cabe destacar que, para ambos materiales, los ciclos necesarios para avanzar los primeros milímetros de grieta son del mismo orden de magnitud para todos los ensayos realizados a bajas temperaturas. A medida que avanza la des-

laminación (aproximadamente 10 mm) la velocidad de propagación disminuye (aumenta el número de ciclos).

De este análisis se puede concluir que para ambos materiales las velocidades de crecimiento de grieta disminuyen a medida que aumenta la temperatura de ensayo. Considerando la influencia del tipo de matriz en los laminados, el material de matriz tipo 8552 requiere un mayor número de ciclos para propagar la grieta más bajas y por tanto presenta una mayor resistencia al avance de la deslaminación para todas las temperaturas analizadas.

Influencia de la tasa de crecimiento de grieta

Uno de los parámetros más utilizados para evaluar el comportamiento a fatiga es la tasa de crecimiento de grieta (da/dN). Las figuras 6.21 y 6.22 presentan las curvas obtenidas de este parámetro en función del avance de la deslaminación (Δa) a elevadas temperaturas (20, 50 y 90°C) para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente. Los resultados presentados en ambos gráficos corresponden a ensayos realizados a diferentes niveles de sollicitación dinámica (65, 75, 85 y 90 % de G_{IC} estático).

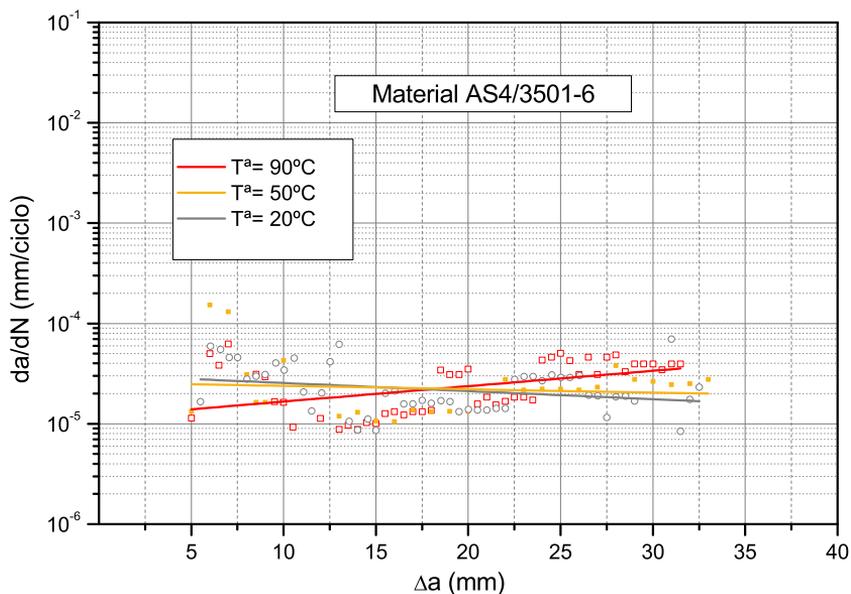


Figura 6.21: Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función del avance de la deslaminación (Δa) obtenidos para el material AS4/3501-6 ensayado a 20, 50 y 90°C.

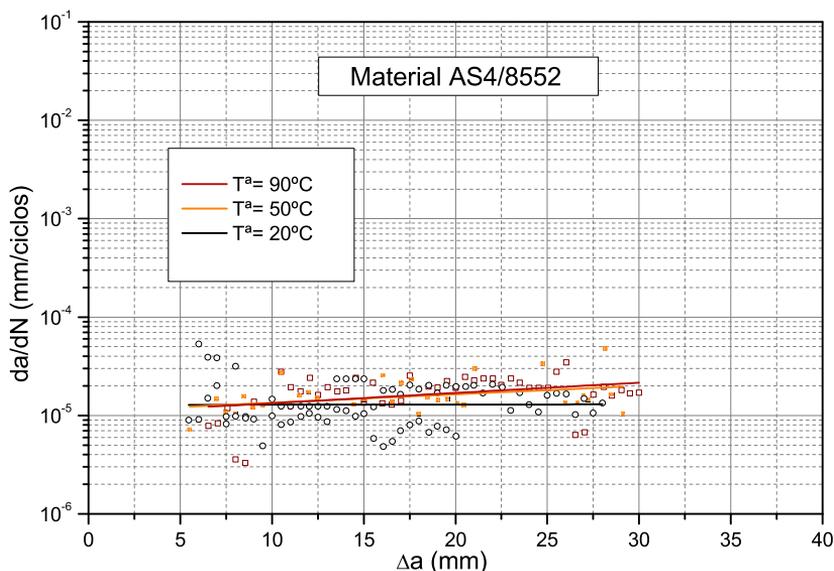


Figura 6.22: Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función del avance de la deslaminación (Δa) obtenidos para el material AS4/8552 ensayado a 20, 50 y 90°C.

De las curvas $da/dN - \Delta a$ obtenidas para el material AS4/3501-6, figura 6.21, se puede observar que para pequeñas longitudes de grieta, la tasa de propagación disminuye a medida que aumenta la temperatura de ensayo. Con el avance de la fisura, esta tendencia se invierte, hasta obtener valores de velocidades de crecimiento prácticamente iguales para las temperaturas analizadas. Una vez la deslaminación ha progresado por encima de los 20 mm de longitud, se produce una tendencia contraria a la presentada durante los primeros milímetros de crecimiento, obteniendo tasas de propagación de grieta ligeramente superiores a medida que aumenta la temperatura de ensayo. No obstante la diferencia de resultados obtenidos entre las temperaturas analizadas es muy pequeña especialmente en las tasas de crecimiento obtenidas en los ensayos realizados a 20 y 50°C.

En las curvas $da/dN - \Delta a$ obtenidas para el material de matriz modificada (8552), figura 6.22, se puede apreciar que la influencia de la temperatura en las tasas de crecimiento de grieta tampoco es significativa especialmente en las primeras longitudes de deslaminación. Una vez avanzada la fisura, las tasas de crecimiento de grieta muestran una ligera tendencia a aumentar con la temperatura de ensayo, si bien cabe destacar que las curvas obtenidas son muy

próximas especialmente en los resultados obtenidos de los ensayos realizados a 50 y 90°C.

Comparando ambos materiales se puede apreciar como las tasas de crecimiento de grieta obtenidas para el material de matriz modificada (AS4/8552) son inferiores para todas las temperaturas analizadas, ofreciendo por tanto, una mayor resistencia a la propagación de la deslaminación. En cuanto a la forma de las curvas obtenidas para ambos materiales, todas ellas presentan un ligero aumento de la pendiente a medida que avanza la deslaminación, especialmente para el material de matriz modificada. No obstante, como se ha mencionado previamente, no existe una influencia significativa de la temperatura en las tasas de crecimiento de grieta en función del avance de la deslaminación para los materiales considerados.

En las figuras 6.23 y 6.24 se ha presentado la tasa de crecimiento de grieta en función del avance de la deslaminación (Δa) de los ensayos realizados a bajas temperaturas (0, -30 y -60°C) y 20°C como temperatura de referencia, para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente y para diferentes niveles de sollicitación (65, 75, 85 y 90 % de G_{IC}).

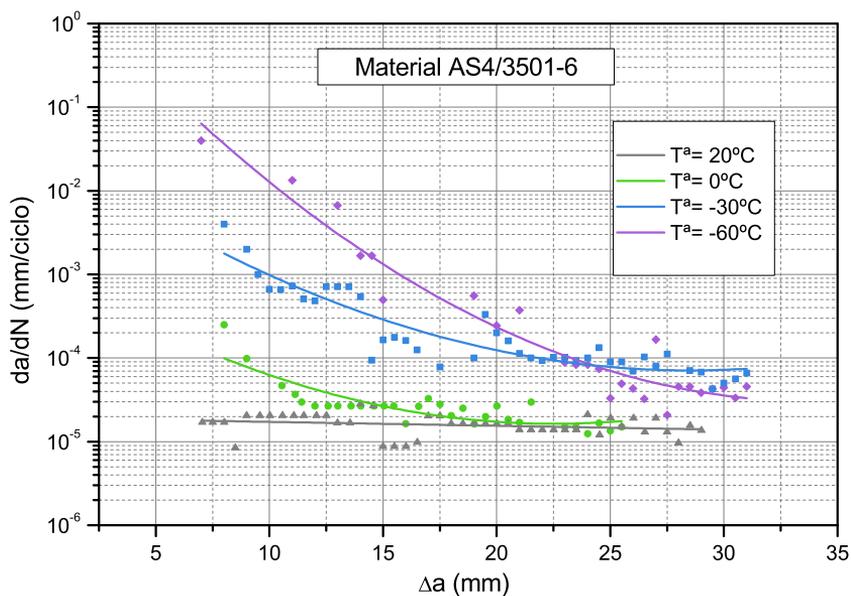


Figura 6.23: Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función del avance de la grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/3501-6 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C.

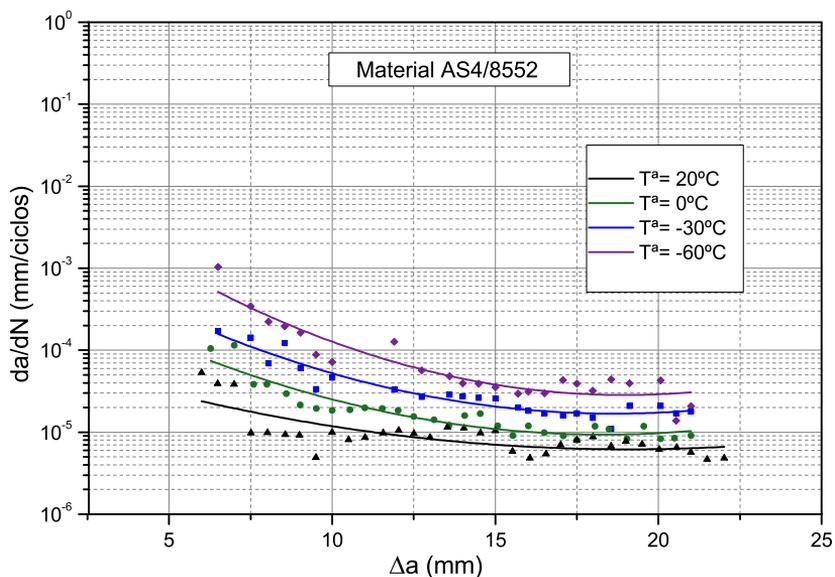


Figura 6.24: Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función del avance de la grieta (Δa) obtenidos para el material AS4/8552 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C .

Al contrario de lo expuesto anteriormente para elevadas temperaturas, a bajas temperaturas hay una influencia significativa de la temperatura en las tasas de propagación de grieta, para ambos materiales.

Para el material AS4/3501-6, figura 6.23, se constata un aumento de los valores da/dN a medida que disminuye la temperatura de ensayo. Además, las curvas obtenidas presentan una pendiente decreciente a medida que avanza la deslaminación hasta que se estabilizan, alcanzando un valor umbral donde las tasas de propagación de grieta se mantienen constante a lo largo del avance de la deslaminación. A temperatura ambiente y elevadas temperaturas estas curvas, sin embargo, eran prácticamente horizontales o de pendiente ligeramente creciente. De estos resultados se deduce, para este material a bajas temperaturas las pendientes decrecientes obtenidas aumentan conforme disminuye la temperatura de ensayo hasta alcanzarse cierto valor umbral donde tienden a estabilizarse.

El material de matriz modificada (8552), figura 6.24, también presenta tasas de propagación de grieta más elevadas a medida que disminuye la temperatura de ensayo. Las pendientes de las curvas, también son inicialmente decrecientes hasta alcanzar cierta longitud de grieta donde tienden a estabilizarse. A dife-

rencia del otro laminado, en este material, la temperatura no modifica prácticamente las pendientes de las curvas obtenidas.

Velocidad de crecimiento en función del nivel de sollicitación máximo

Las curvas $da/dN - \Delta G$ permiten representar el comportamiento a fatiga de polímeros reforzados con fibras sometidos a deslaminación. Muchos autores [92, 132, 137] utilizaron esta representación gráfica para obtener una caracterización del material en función de los parámetros de la ley de Paris modificada [131]:

$$\frac{da}{dN} = B(\Delta G)^n \quad (6.3)$$

Para ensayos realizados con relaciones de asimetría (R) pequeños, G_{min} es despreciable comparado con G_{max} , y por tanto la expresión para ΔG puede ser definida como:

$$\Delta G = G_{max} - G_{min} \approx G_{max} \quad (6.4)$$

A partir de esta aproximación, la Ley modificada de Paris puede expresarse como:

$$\frac{da}{dN} = C(G_{I_{max}})^r \quad (6.5)$$

Siendo C y r los coeficientes de la Ley de Paris y constantes de vida a fatiga según Asp et al. [132]. Esta aproximación es la que se ha utilizado en el presente trabajo donde los ensayos a fatiga se han realizado empleando un coeficiente de asimetría R= 0,2. Para obtener las constantes de la vida a fatiga se representan gráficamente las tasas de crecimiento de grieta en función de la tenacidad máxima empleando una escala doble logarítmica.

En las figuras 6.25 y 6.26 se presentan gráficamente las tasas de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$), calculada por el método MBT, para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente. Los ensayos se realizaron a 20, 50 y 90°C, empleando diferentes niveles de sollicitación.

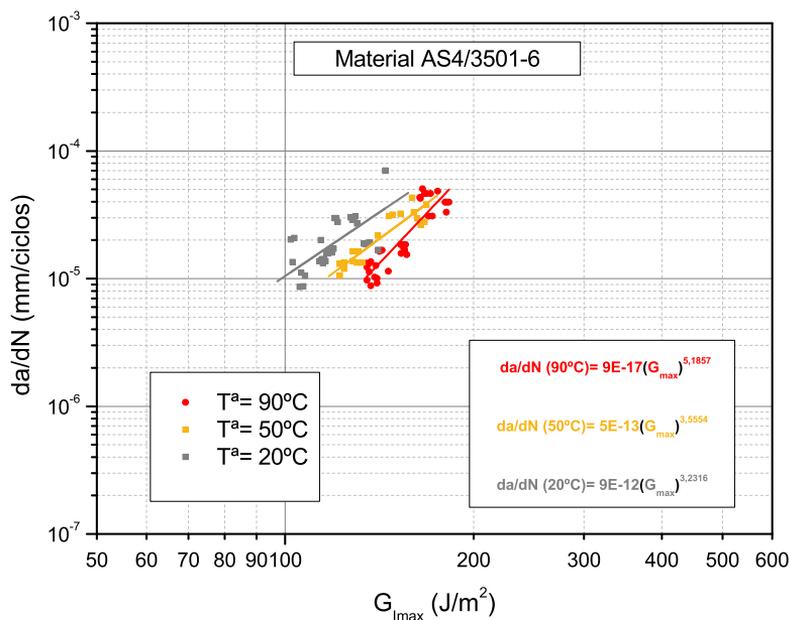


Figura 6.25: Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tenacidad máxima (G_{Imax}) obtenidos para el material AS4/3501-6 ensayado a 20, 50 y 90°C.

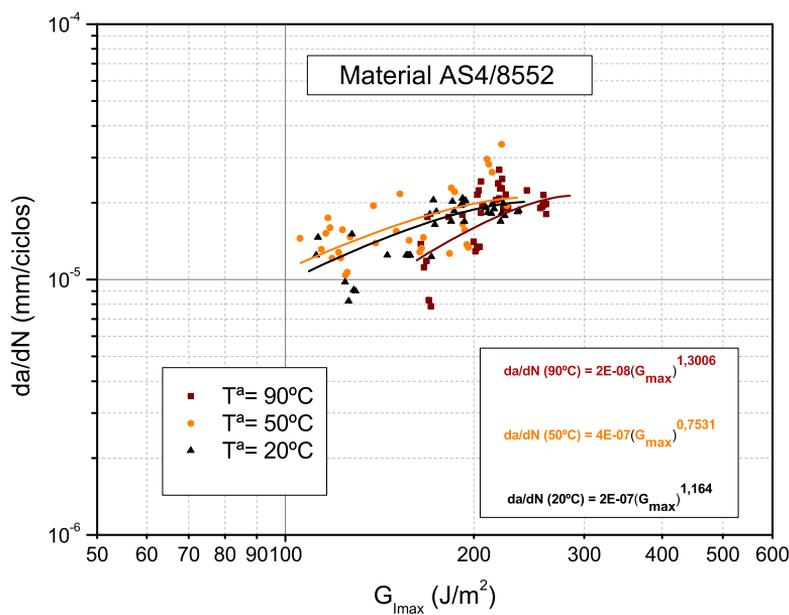


Figura 6.26: Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tenacidad máxima (G_{Imax}) obtenidos para el material AS4/8552 ensayado a 20, 50 y 90°C.

De estas curvas, se deduce que el material AS4/3501-6, tiene pendientes más pronunciadas en comparación con el material de matriz modificada. El valor de las pendientes viene definido en la ley modificada de Paris en función del valor del coeficiente r que como se puede observar en las leyes de Paris modificadas obtenidas, es mayor para el material de matriz 3501-6 para todo el rango de temperaturas considerado.

Analizando la influencia de la temperatura en la ley de vida a fatiga, se observa que ambos materiales tienen una tendencia general a aumentar ligeramente la pendiente (valor de r) a medida que se incrementa la temperatura de ensayo. Al igual que en curvas representadas previamente, la influencia de la temperatura es más notable para el material AS4/3501-6. El material de matriz modificada, sin embargo, no muestra una gran influencia de los valores de tenacidad máxima obtenidos en función de la temperatura ni de la tasa de crecimiento de grieta.

Varios estudios han demostrado que el exponente de la ley modificada de Paris es mucho mayor para los materiales compuestos que para los metales, esto indica que pequeñas incertidumbres en las cargas aplicadas pueden conducir a grandes incertidumbres en la predicción de la tasa de crecimiento de la deslaminación. Por tanto, diversos autores [138, 139, 140] sugieren que para pendientes pronunciadas la ecuación de Paris es menos útil para la predicción de la vida a fatiga en compuestos y sugieren que la determinación del valor umbral de relajación de energía (G_{th}) es más importante que las constantes de vida a fatiga.

En las figuras 6.27 y 6.28 se ha representado la tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$), calculada por el método MBT, para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente. Los ensayos se realizaron a 0, -30 y -60°C, empleando diferentes niveles de sollicitación, representando los resultados obtenidos a 20°C como referencia.

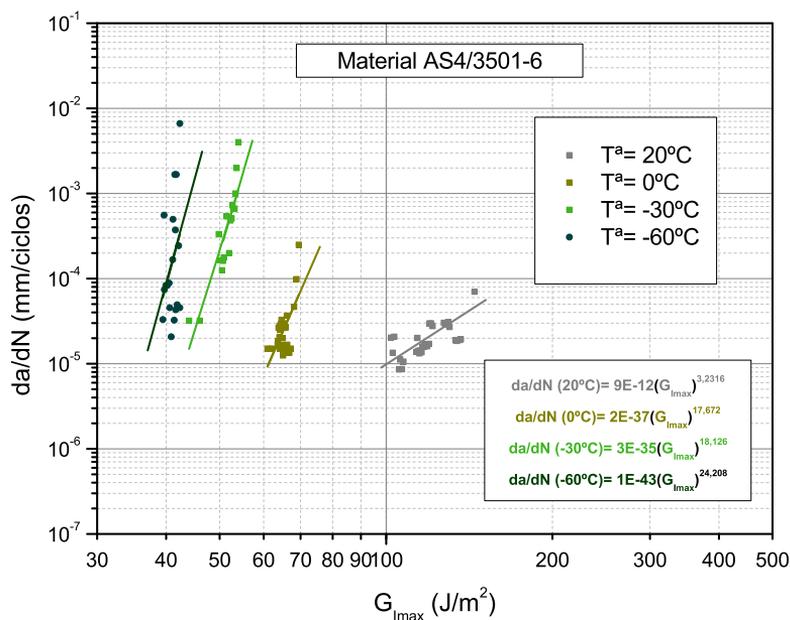


Figura 6.27: Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tenacidad máxima (G_{Imax}) para el material AS4/3501-6 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C .

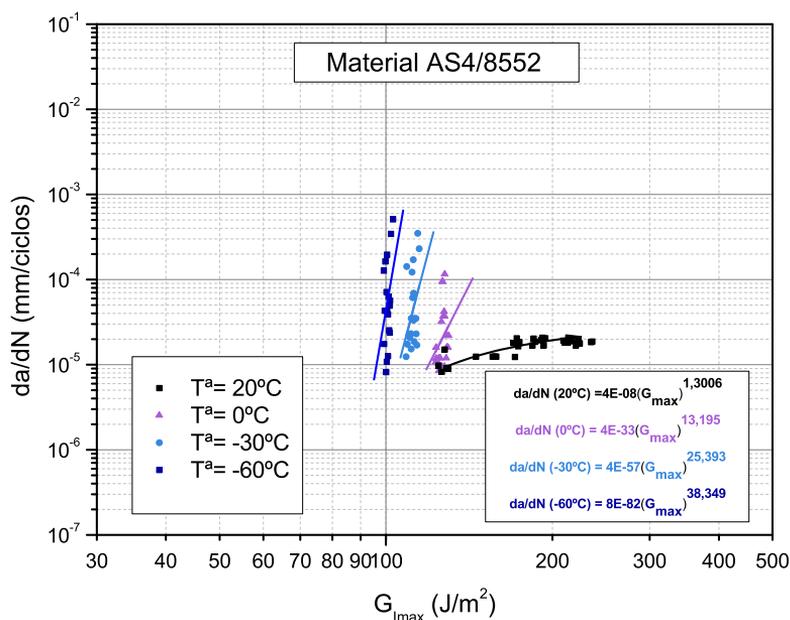


Figura 6.28: Tasa de crecimiento de grieta (da/dN) en función de la tenacidad máxima (G_{Imax}) para el material AS4/8552 ensayado a 20, 0, -30 y -60°C .

En las curvas obtenidas en los ensayos realizados a bajas temperaturas se puede observar un incremento de las pendientes, para ambos materiales, respecto a las curvas de referencia (20°C) superior al obtenido en los ensayos realizados a elevadas temperaturas. Los valores del coeficiente de r aumentan considerablemente para ambos materiales. Además estos valores aumentan su valor a medida que disminuye la temperatura de ensayo.

De nuevo el material de matriz 3501-6 parece estar más influenciado por la temperatura, obteniendo un decremento de la tenacidad mucho mayor a medida que disminuye la temperatura de ensayo en comparación con el material de matriz modificada.

Los valores umbrales del crecimiento de la deslaminación a fatiga bajo modo I de fractura (G_{Ith}) y las constantes de Paris se presentan en la tablas 6.1 y 6.2 para el material AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente. Estos valores han sido obtenidos a partir de las curvas $da/dN - G_{I_{max}}$ obtenidas para cada material y temperatura de ensayo, considerando el valor umbral como el valor a partir del cual no se produce avance de la deslaminación o éste es muy lenta.

Material AS4/3501-6			
Temperatura (°C)	C	r	G_{th} (MBT) (J/m^2)
90	9E-17	5.1857	135
50	5E -13	3.5554	122.07
20	9E-12	3.2616	101.99
0	2E-37	17.672	61
-30	3E-35	18.126	50.05
-60	1E-43	24.208	39.45

Tabla 6.1: Constantes de la vida a fatiga para el Material AS4/3501-6.

Material AS4/8552			
Temperatura (°C)	C	r	G_{th} (MBT) (J/m^2)
90	2E-08	1.3006	166.48
50	4E-07	0.7531	114.13
20	2E-07	1.164	124.50
0	4E-33	13.195	123.05
-30	4E-57	25.393	108.81
-60	8E-82	38.349	99.45

Tabla 6.2: Constantes de la vida a fatiga para el Material AS4/8552.

Debido a las pendientes tan pronunciadas, especialmente en los ensayos realizados a bajas temperaturas y por tanto, los valores elevados del coeficiente r obtenidos, es recomendable determinar el parámetro G_{Ith} para caracterizar la deslaminación bajo cargas cíclicas especialmente para los ensayos realizados a bajas temperaturas.

En las tablas 6.3 y 6.4 se comparan los valores umbrales (G_{Ith}) obtenidos durante el crecimiento de la deslaminación a fatiga y los valores de tenacidad críticos (G_{IC}) obtenidos durante la deslaminación bajo modo I de fractura y cargas estáticas en todo el rango de temperatura analizado para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente.

Material AS4/3501-6			
Temperatura (°C)	G_{IC} (J/m^2)	G_{th} (J/m^2)	$\%G_{IC}$
90	160.60	135	84.06
50	145.69	122.07	89.78
20	128.93	101.99	79.10
0	95.02	61	64.20
-30	104.67	50.05	47.77
-60	111.25	39.45	35.46

Tabla 6.3: Variación de G_{th} y G_{IC} para el material AS4/3501-6.

Material AS4/8552			
Temperatura (°C)	G_{IC} (J/m^2)	G_{th} (J/m^2)	$\%G_{IC}$
90	292.84	166.48	56.92
50	248.51	114.13	45.93
20	279.55	124.50	44.54
0	273	123.05	45.07
-30	258.95	108.81	42.02
-60	237.59	99.45	41.85

Tabla 6.4: Variación de G_{th} y G_{IC} para el material AS4/8552.

Se puede observar una gran diferencia entre los valores de G_{th} y G_{IC} obtenidos para ambos materiales. Esta diferencia indica que la resistencia a la deslaminación bajo modo I de fractura que ofrecen los composites considerados bajo cargas estáticas es significativamente inferior cuando se consideran cargas cíclicas.

Analizando la influencia del tipo de sollicitación, se puede observar que el material AS4/3501-6, presenta valores del orden del 80 % de G_{IC} en los ensayos a elevadas temperaturas y temperatura ambiente. Sin embargo, la resistencia disminuye notablemente cuando los ensayos se realizan a bajas temperaturas donde los valores de tenacidad bajo cargas cíclicas son inferiores al 50 % de la tasa de relajación de energía obtenida en los ensayos estáticos.

El material de matriz modificada, sin embargo a pesar de presentar una mayor resistencia a la deslaminación tanto bajo sollicitación estática como dinámica, presenta una mayor diferencia entre los resultados obtenidos en ambos tipos de sollicitación, salvo en los ensayos realizados a 90°C donde los valores umbrales alcanzan valores casi del 60 % de la tenacidad crítica, para el resto de temperaturas consideradas es del orden del 45 %. No obstante, la resistencia a la deslaminación sigue siendo mayor a la ofrecida por el material AS4/3501-6, especialmente a bajas temperaturas.

Capítulo 7

Análisis fractográfico

7.1. Introducción

El análisis fractográfico (examen de las superficies de fractura para deducir información) es la clave para entender los mecanismos de fractura de los componentes de un material compuesto ya que, proporciona un nuevo punto de vista de los procesos físicos por los cuales los composites son dañados y fallan. En comparación con los materiales isotrópicos (ej. metales) al análisis fractográfico de materiales compuestos le queda aún por madurar respecto a la influencia de ciertos factores como las condiciones ambientales o las cargas cíclicas. Sin embargo, la fractografía está demostrando ser una herramienta potente y fiable para la ingeniería de composites y es una técnica vital para el desarrollo global de estructuras de materiales compuestos [141].

En la presente tesis se analiza la influencia de la temperatura y del tipo de matriz en los micromecanismos de daño que aparecen en compuestos sometidos a deslaminación bajo modo I de fractura. Para ello se ha realizado un estudio fractográfico con un microscopio electrónico de barrido (SEM) sobre muestras obtenidas de las probetas ensayadas previamente en modo I en régimen estático y a fatiga, para ambos tipos de materiales y para las diferentes temperaturas de ensayo. Estas muestras fueron extraídas en el borde del inserto (con el fin de analizar la iniciación de la grieta) y en la zona central de la probeta (para analizar la propagación de la deslaminación). En la figura 7.1 se muestra un esquema de las zonas de observación SEM:

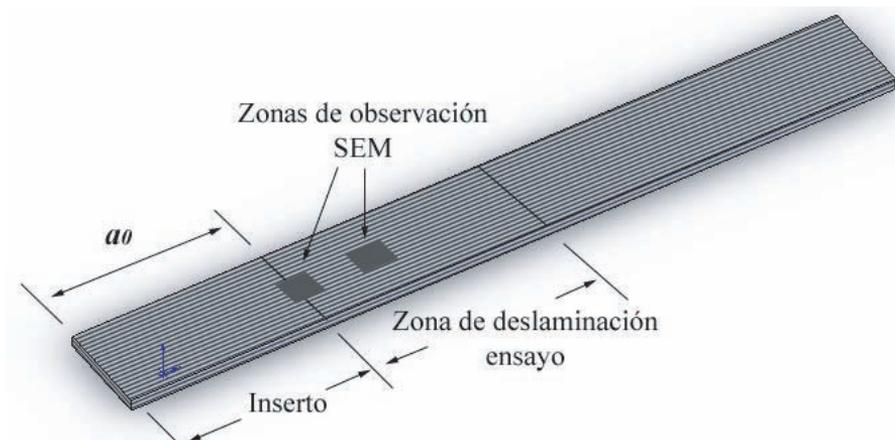


Figura 7.1: Zonas de observación SEM

Para abordar un análisis fractográfico es importante entender los modos de fallo básicos en los materiales constituyentes. Sin embargo, los materiales compuestos fallan de numerosos modos diferentes, y en general todos ellos pueden interactuar entre sí. El grado en que lo hacen depende de factores como las condiciones de carga, arquitectura del material, geometría de los componentes, condiciones ambientales, etc. Estos modos de fallo se pueden agrupar en tres clases: *translaminar*, *interlaminar* e *intralaminar*, como se muestra en la figura 7.2.

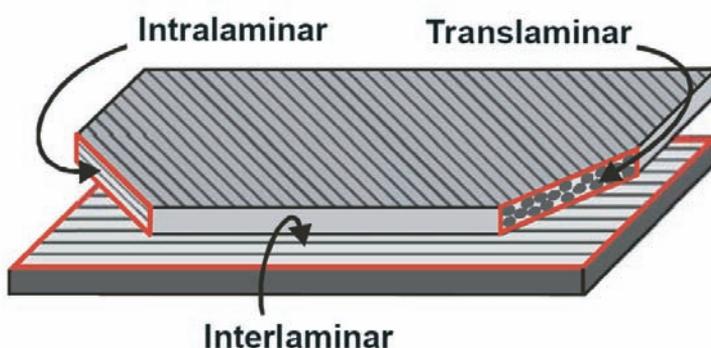


Figura 7.2: Clases de modo de fallo en laminados poliméricos [141].

El fallo *translaminar* implica la fractura de las fibras e incluye modos como rotura frágil de las fibras (cleavage), pandeo o cortadura. Los otros dos mo-

dos de fallo no implican ninguna fractura de fibras significativa. La fractura *interlaminar* (deslaminación) conlleva rotura entre las capas mientras que la *intralaminar* implica fractura a través del espaciado entre fibras. Estos dos clases incluyen modos como la separación de la unión fibra/ matriz (“fiber/matrix debonding”), rotura frágil de la matriz (“matrix cleavage”) o fractura cohesiva y cortadura de la matriz o de la intercara fibra/matriz.

En la figura 7.3 se presenta un dibujo esquemático de los principales mecanismos de absorción de la energía durante la fractura *interlaminar*, que es la que produce el fenómeno de deslaminación [142].

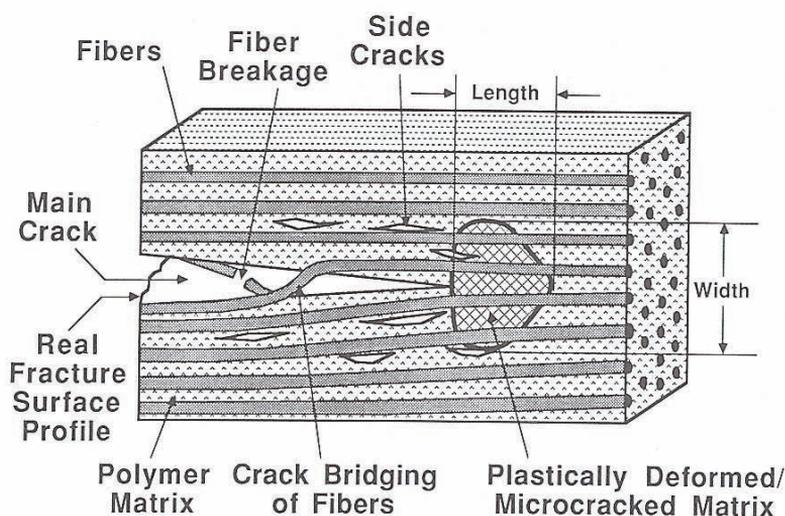


Figura 7.3: Dibujo esquemático de las posibles mecanismos de absorción de energía durante el crecimiento de grieta interlaminar en un compuesto de refuerzo unidireccional [142].

Como se puede ver en la imagen los principales micromecanismos en la fractura interlaminar son los siguientes:

1. Formación de puentes de fibra, en fibras aisladas o haces de fibras, y que origina rotura de fibras.
2. Formación de la superficie de fractura de la grieta principal,
3. Formación de grietas laterales,

4. Deformación plástica y/o formación de microgrietas en la matriz entre fibras.

En general, Friedrich et al. [142] determinaron que los dos factores que dominan la fractura bajo modo I son la ductilidad de la matriz y la resistencia de la unión fibra/matriz.

A continuación se presentan las micrografías extraídas de las probetas más representativas obtenidas para las temperaturas analizadas para ambos materiales en los ensayos realizados bajo sollicitación estática y dinámica, donde se estudian los principales micromecanismos de daño.

7.2. Modo I estático

Al igual que en el análisis de los resultados experimentales realizado en capítulos previos, se estudia primero el proceso de iniciación de la deslaminación. Para ello se analizan las imágenes obtenidas en la zona del inserto. Con el fin de facilitar la determinación de la influencia de la temperatura y el tipo de matriz se presentan las micrografías obtenidas a elevadas temperaturas y temperatura ambiente y posteriormente a bajas temperaturas, para ambos materiales.

7.2.1. Iniciación de la deslaminación bajo sollicitación estática

Fase calor

En la figura 7.4 se presentan las superficies de fractura en la zona de iniciación de la deslaminación de probetas ensayadas a 90, 50 y 20°C bajo sollicitación estática del material AS4/3501-6.

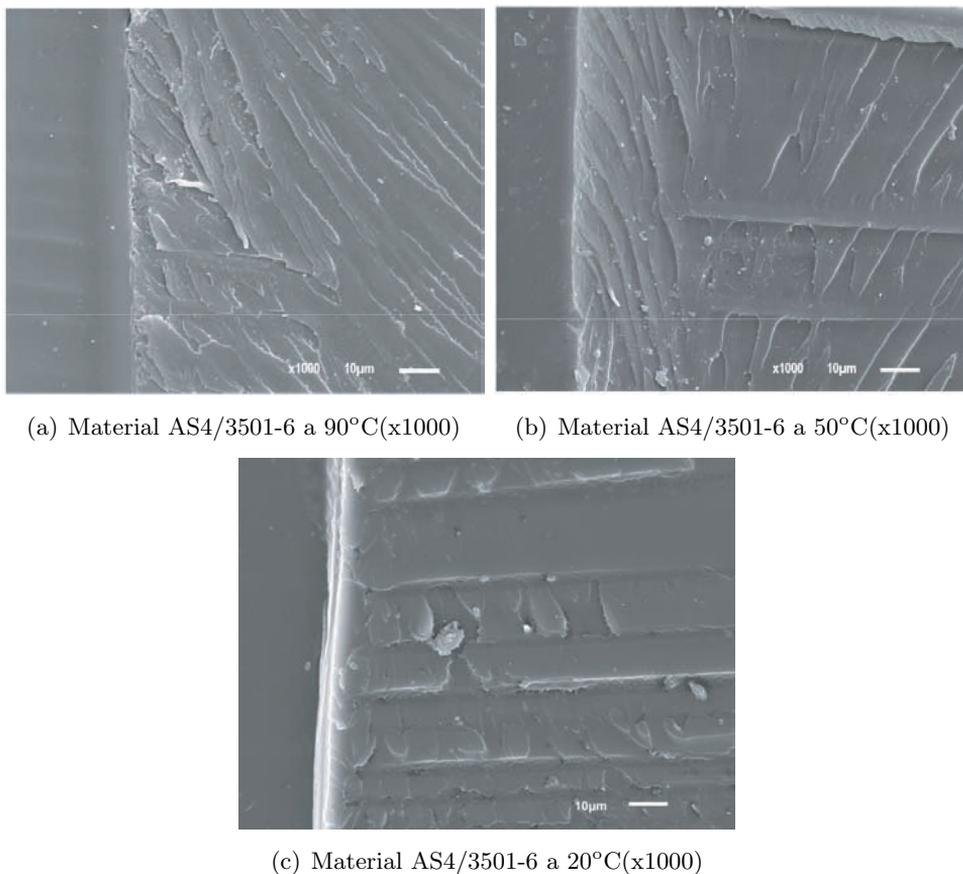


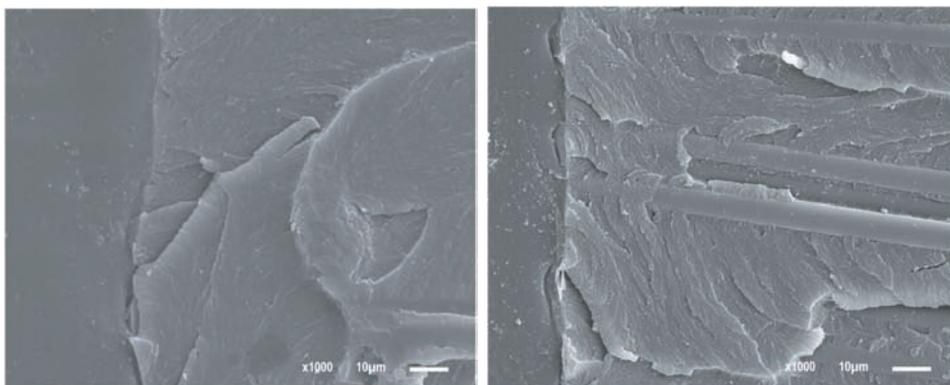
Figura 7.4: Superficies de fractura del material AS4/3501-6 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona iniciación).

En las imágenes presentadas en la zona de iniciación de la grieta para el material AS4/3501-6 se aprecia claramente la presencia de grandes cantidades de resina en el frente del inserto (bolsas de resina). Esta morfología es producida, como se comentó en páginas previas, durante el proceso de fabricación del laminado, y derivada del emplazamiento del film desmoldeante (inserto).

En cuanto a la influencia de la temperatura, se observa un ligero aumento de la deformación dúctil a medida que se incrementa la temperatura de ensayo. La presencia de las bolsas de resina hace que el proceso de iniciación esté controlado principalmente por la matriz. El aumento del comportamiento dúctil de la misma con la subida de la temperatura de ensayo hace que la resistencia a la deslaminación, para este material, sea mayor tal y como se observó en los ensayos experimentales, tabla 5.2 (capítulo 5), donde los valores de tenacidad

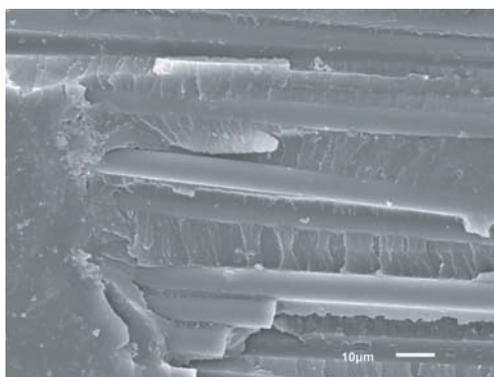
(G_{IC}) aumentan con la temperatura de ensayo desde $128 J/m^2$ a $20^\circ C$ hasta $160 J/m^2$ a $90^\circ C$.

En la figura 7.5 se presentan las superficies de fractura en la zona de iniciación de la deslaminación de probetas ensayadas a 90 , 50 y $20^\circ C$ bajo sollicitación estática del material AS4/8552.



(a) Material AS4/8552 a $90^\circ C$ (x1000)

(b) Material AS4/8552 a $50^\circ C$ (x1000)



(c) Material AS4/8552 a $20^\circ C$ (x1000)

Figura 7.5: Superficies de fractura del material AS4/8552 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) $90^\circ C$, b) $50^\circ C$ y c) $20^\circ C$ (zona iniciación).

Este material, en comparación con el AS4/3501-6, ofrece superficies de fractura con un mayor grado de rugosidad, aunque también presenta bolsas de resina en el frente del inserto como consecuencia del proceso de fabricación. En cuanto a la influencia de la temperatura, como se puede apreciar en las imágenes, no existe mucha diferencia entre las deformaciones sufridas en las probetas ensayadas, especialmente entre las obtenidas a 20 y $50^\circ C$. Esto concuerda con

los resultados obtenidos en los ensayos donde la influencia de la temperatura en los valores de G_{IC} no era significativa, tabla 5.3 (capítulo 5).

Fase frío

En la figura 7.6 se presentan micrografías obtenidas de la zona de inicio de la deslaminación de las probetas ensayadas bajo sollicitación estática a 0, -30 y -60°C del material AS4/3501-6.

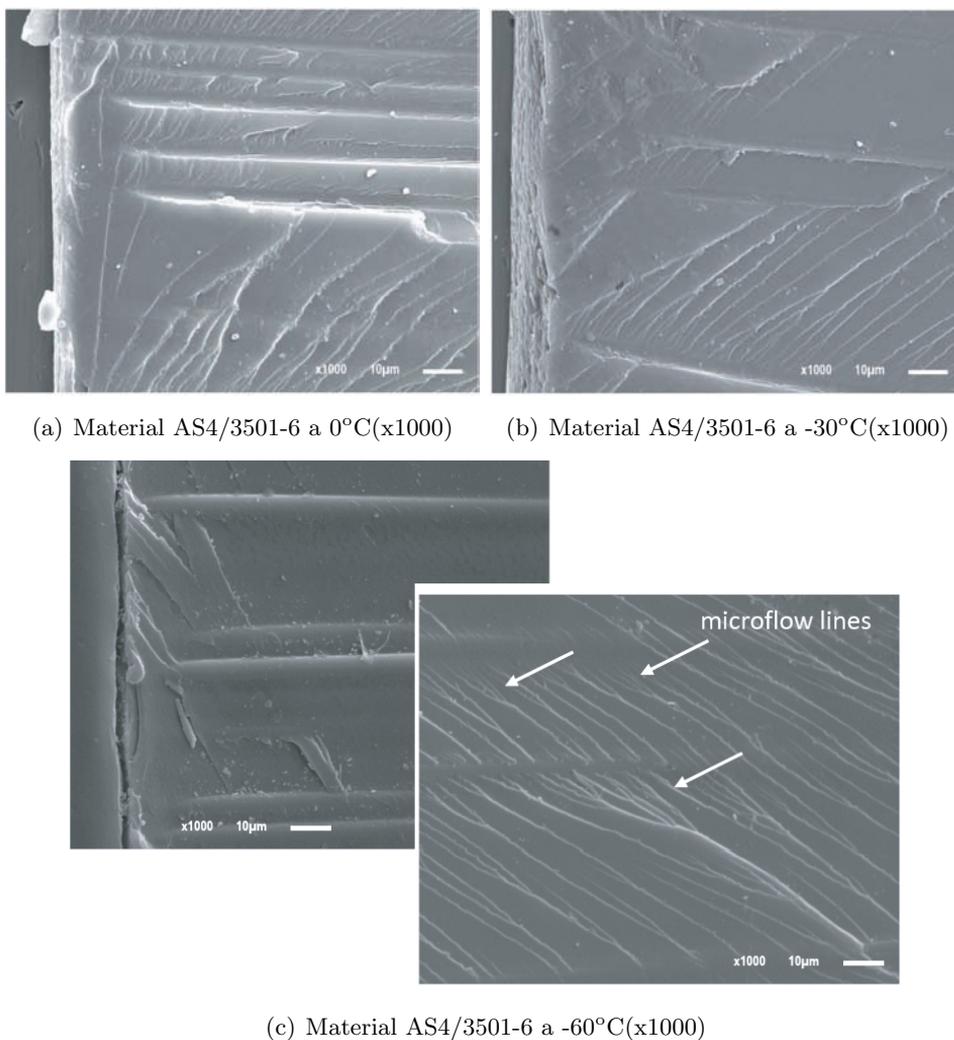


Figura 7.6: Superficies de fractura del material AS4/3501-6 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona iniciación).

A bajas temperaturas el material AS4/3501-6 presenta grietas en la matriz de forma ramificada conocidas como “microflow lines”, morfología típica de matrices epoxi frágiles [143, 144]. Se observaron en todas las temperaturas analizadas.

Este comportamiento más frágil de la matriz se corresponde con los resultados obtenidos en los ensayos realizados donde los valores de tenacidad crítica fueron más bajos a los obtenidos a temperatura ambiente y temperaturas elevadas para este material, tabla 5.2 (capítulo 5).

En la figura 7.7 se presentan las superficies de fractura para el material AS4/8552 de probetas ensayadas a 0, -30 y -60°C en la zona de iniciación y sollicitación estática.

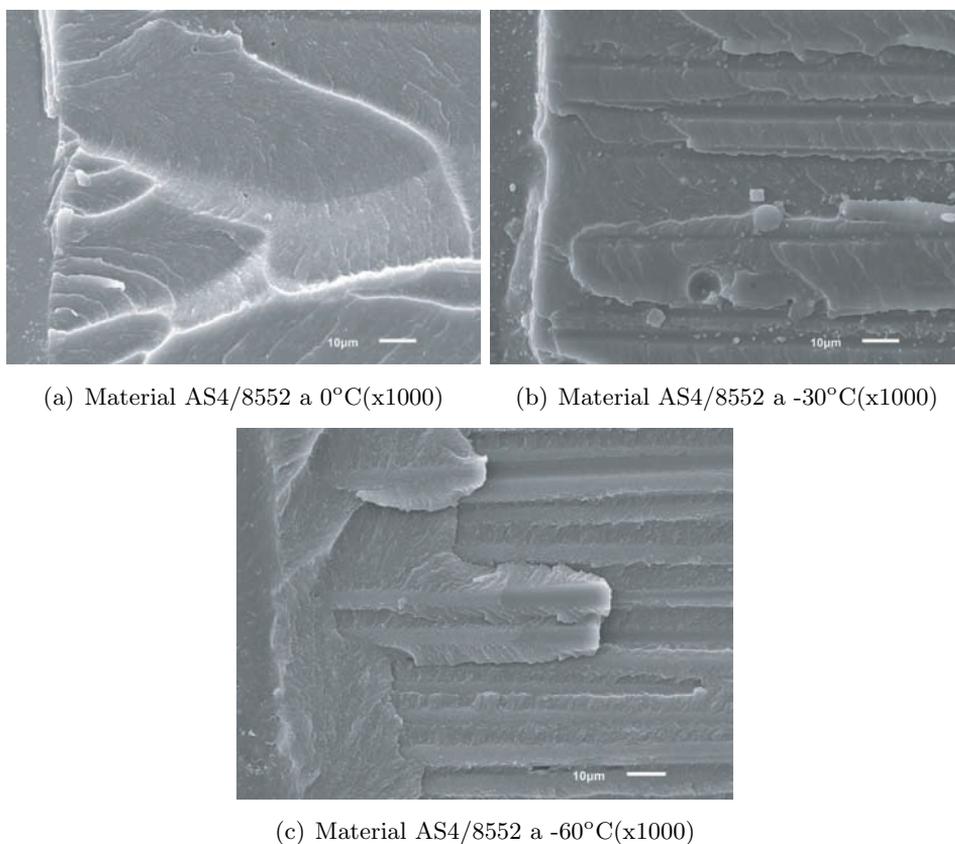


Figura 7.7: Superficies de fractura del material AS4/8552 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona iniciación).

Al igual que a elevadas temperaturas, el material AS4/8552 no presenta una influencia muy marcada por la bajada de la temperatura de ensayo en la zona de iniciación, tal y como se puede ver en los resultados experimentales obtenidos, las tenacidades críticas no difieren mucho en función de la temperatura de ensayo, tabla 5.3 (capítulo 5).

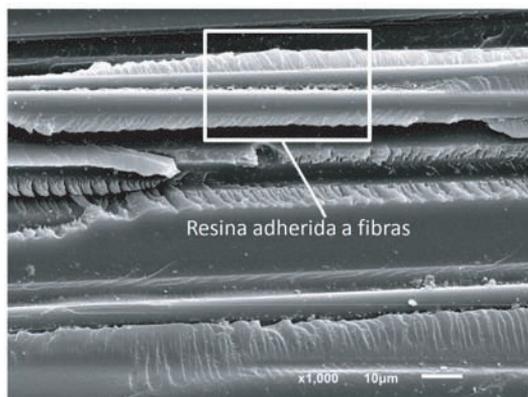
Comparando ambos materiales, la matriz 3501-6 tiene un mayor grado de deformación (mayor densidad de estrías) que la matriz 8552.

7.2.2. Estudio de la zona de propagación de la deslaminación bajo sollicitación estática

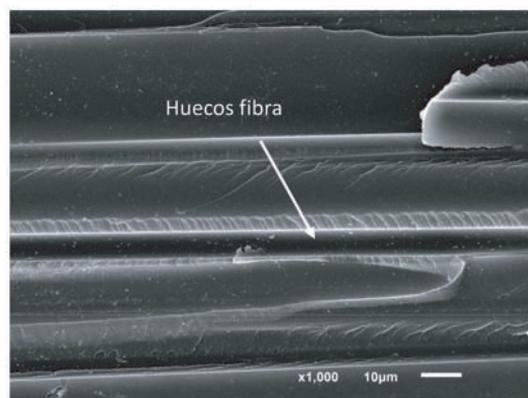
En este punto se analiza el proceso de propagación de la grieta en micrografías extraídas a una distancia entre 10 y 15 mm del final del inserto.

Fase calor

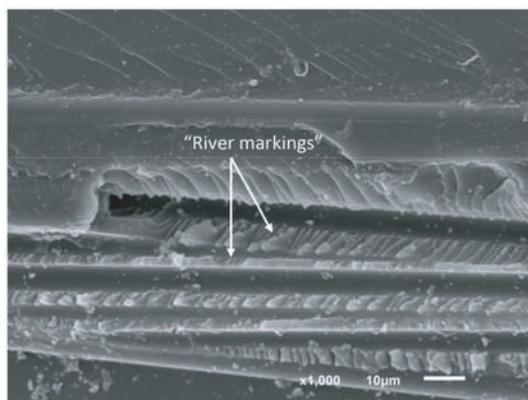
En la figura 7.8 se presentan las micrografías más representativas obtenidas durante la etapa de propagación de la deslaminación estática a 90, 50 y 20°C, del material AS4/3501-6.



(a) Material AS4/3501-6 a 90°C(x1000)



(b) Material AS4/3501-6 a 50°C(x1000)



(c) Material AS4/3501-6 a 20°C(x1000)

Figura 7.8: Superficies de fractura del material AS4/3501-6 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona propagación).

En estas imágenes se pueden observar varias de las morfologías típicas del modo I de fractura.

Una de las más características y que además aparece de manera recurrente en todas las temperaturas consideradas son las denominadas marcas de río (“river markings”). Según estudios realizados por Purslow [145] y Smith [146] estas marcas parecen indicar una fluencia plástica de la matriz. La confluencia de estas líneas, también conocidas como “corrugated roof” por Hibbs et al. [147], indican la dirección de propagación de la grieta como se puede observar en la figura 7.9. Las marcas de río son el resultado de la interacción de los planos de fractura adyacentes y consisten en una deformación preferencial de la matriz como líneas inclinadas respecto al eje de la fibra. A 20°C, donde el comportamiento de la matriz es más frágil, aparte de la formación de marcas de río se detectaron “cusps” o “hackles” [142, 145], morfología observada en la matriz 3501-6 por varios autores [148, 149, 150]. Esta morfología se aprecia en la matriz entre fibras que han sido desprendidas (fiber pull out) y son indicativas de una fractura rápida y de la presencia de esfuerzos cortantes.

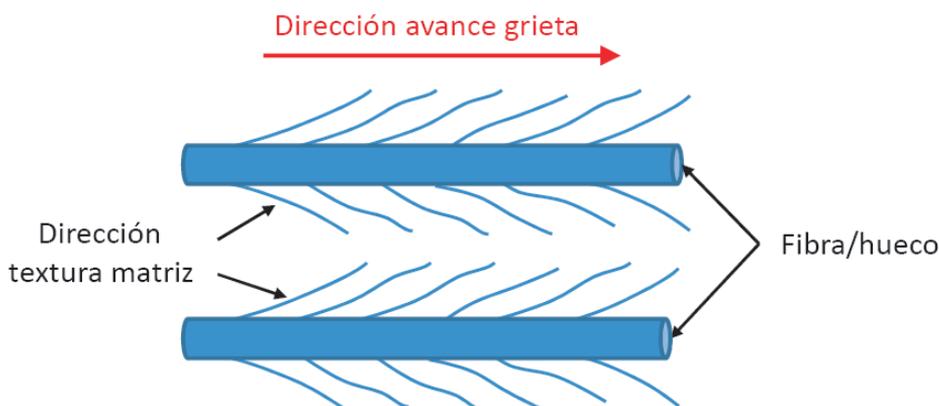


Figura 7.9: Dibujo esquemático de la dirección de deformación de la matriz en el entorno de la fibra.

También se constata de manera generalizada la presencia fibras rotas. Estas morfologías son indicativas de la formación de puentes de fibra (“fiber bridging”), figura 7.10, fenómeno habitual en los laminados de refuerzo unidireccional y del modo I de carga.

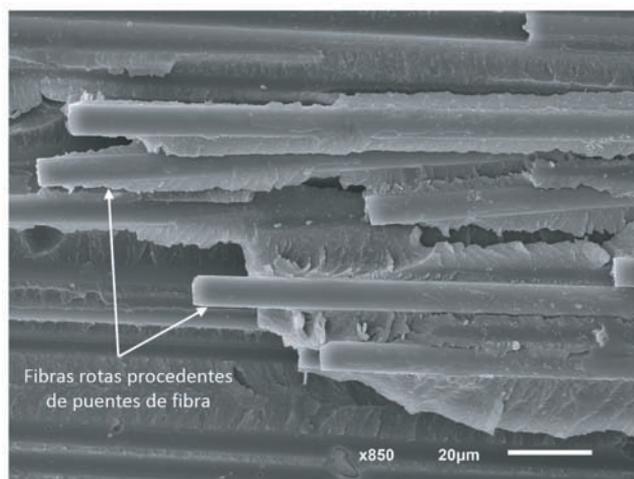
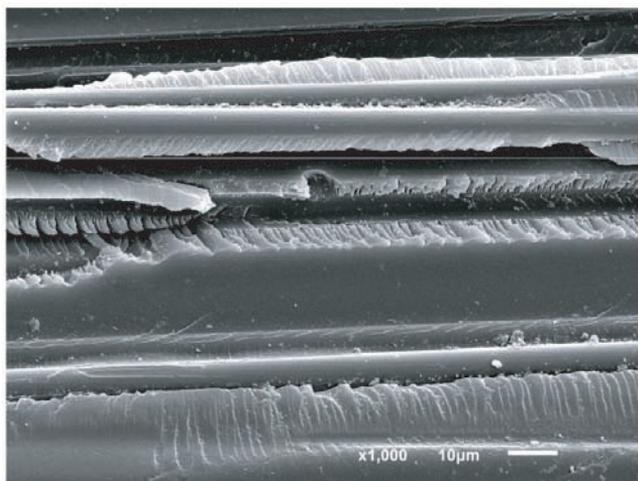


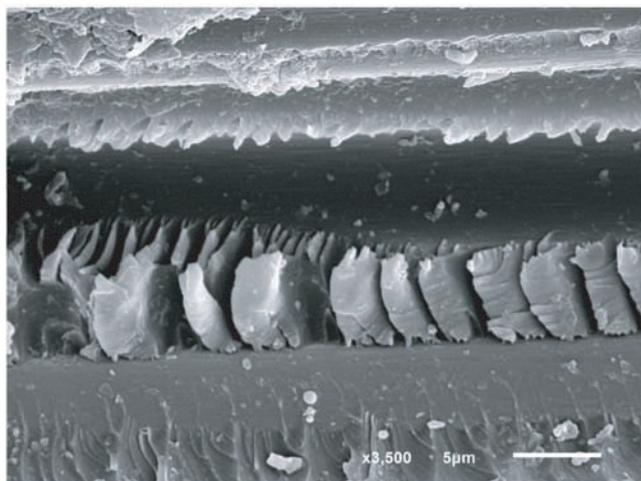
Figura 7.10: Rotura de fibras por formación de puentes de fibra. Material AS4/8552 ensayado a 90°C, x850.

Como se ha comentado en líneas superiores, de manera ocasional, aparecen marcas “hackle” también conocidas como “lamellae structures” [151], “cusps” o “serrations”, figura 7.11. Esta característica que se consideraba propia del modo II de fractura debido a los esfuerzos cortantes que se producen ha sido observada por varios autores en el modo I de fractura [149, 152] y para la matriz de resina epoxi tipo 3501-6 [153]. Sin embargo, Smith y Grove [154] y Morris [155] no observaron las marcas hackle en la deslaminación bajo modo I de fractura, probablemente porque en sus investigaciones la grieta se propagó por una zona rica en resina sin exposición a las fibras. Otra posibilidad es que la configuración de los ensayos minimizara cualquier esfuerzo cortante en modo II que algunos investigadores creen necesarios para el desarrollo de marcas hackle [149].

Otra de las morfologías típicas del modo I de fractura que se observa en las micrografías de manera generalizada son los huecos limpios dejados por las fibras (“fiber prints”) lo cual es indicativo de un avance preferente de la grieta por la intercara fibra-matriz. A medida que aumenta la temperatura de ensayo se observaron menos huecos y mas cantidad de matriz adherida a las fibras debido al incremento del comportamiento dúctil de la matriz. Además esta característica implica una unión fuerte de la fibra/matriz con el consiguiente aumento de la tenacidad como se observó en los resultados obtenidos. Además se puede apreciar como las superficies se suavizan con el incremento de la temperatura de ensayo.



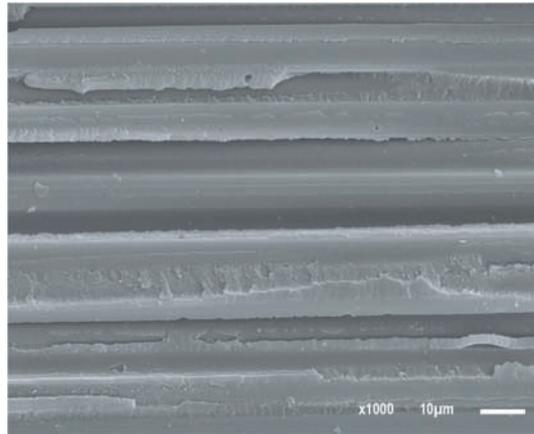
(a) Material AS4/3501-6 a 90°C (x1000)



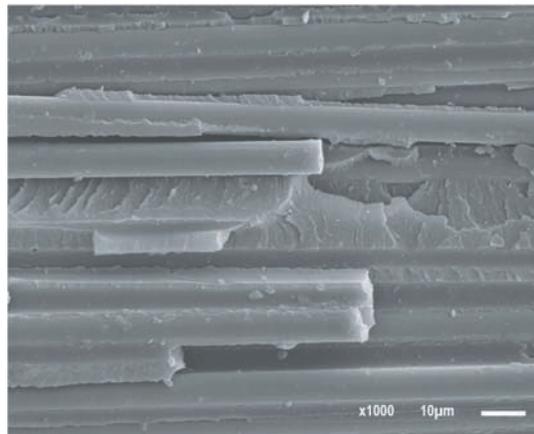
(b) Material AS4/3501-6 a 90°C (x3500)

Figura 7.11: “Hackle markings” en material AS4/3501-6 ensayado a 90°C estáticamente (zona propagación).

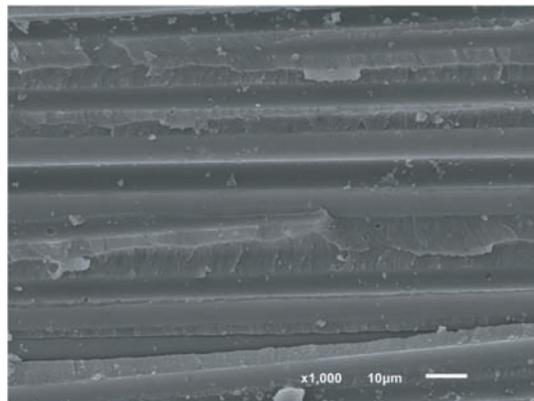
A continuación, en la figura 7.12, se presentan las micrografías más representativas obtenidas durante la propagación de la deslaminación estática a 90, 50 y 20°C del material AS4/8552.



(a) Material AS4/8552 a 90°C(x1000)



(b) Material AS4/8552 a 50°C(x1000)



(c) Material AS4/8552 a 20°C(x1000)

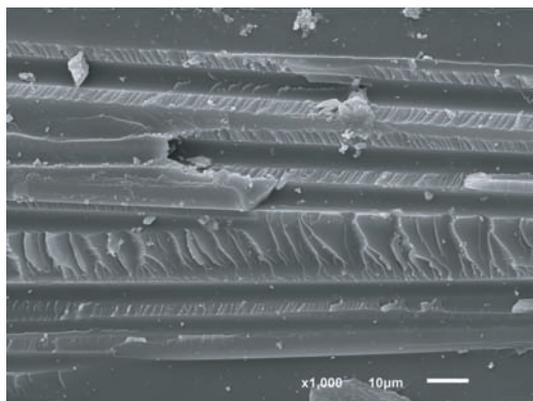
Figura 7.12: Superficies de fractura del material AS4/8552 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona propagación).

Las morfologías dominantes para este material son las típicas del modo I como son las marcas de río (que indican la dirección de la deslaminación y una fluencia plástica de la matriz), huecos de fibra limpios (indicativo de un progreso de la grieta por la intercara fibra/matriz) y fibras rotas debido a la formación de puentes de fibra. Cabe destacar, que la presencia de marcas de río, hackle y fibras rotas es inferior a la observada en el material AS4/3501-6.

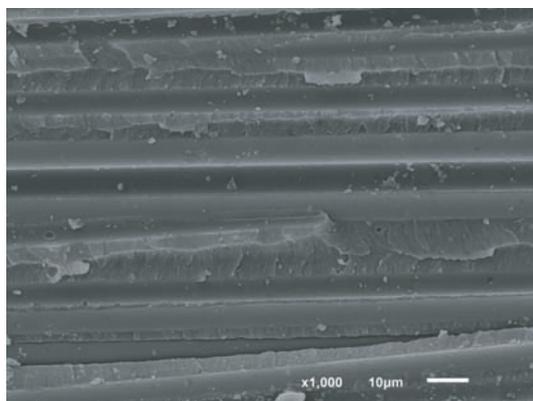
Respecto a la influencia de la temperatura, este material no presenta una diferencia notable entre las micrografías obtenidas a 50°C y temperatura ambiente, a 90°C, sin embargo, se aprecia un ligero aumento de la ductilidad de la matriz con una mayor cantidad de matriz adherida a las fibras, indicativo de una fuerte unión fibra/matriz.

Como se puede observar en las micrografías anteriores, las superficies de fractura del material ensayado a 50°C presentan un menor grado de deformación y por lo tanto un comportamiento ligeramente más frágil. Presenta “marcas de río” más rugosas en comparación con las obtenidas a 20 y 90°C. Esta característica se ajusta a los resultados obtenidos en los ensayos estáticos para este material, donde los valores de G_{IC} a 50°C son inferiores a los obtenidos a 90°C y similares a los obtenidos a temperatura ambiente.

Con el fin de analizar el comportamiento de ambas matrices se presenta en la figura 7.13, dos imágenes tomadas de superficies de fractura de probetas ensayadas bajo modo I y sollicitación estática de ambos materiales a temperatura ambiente, en la zona de propagación de grieta.



(a) Material AS4/3501-6 a 20°C (x1000)



(b) Material AS4/8552 a 20°C (x1000)

Figura 7.13: Superficies de fractura bajo sollicitación estática en modo I (zona propagación).

Se puede apreciar un mayor número de fibras rotas y una cantidad mayor de estrías (marcas de río y “cusps”) para el material AS4/3501-6 [148, 149] y por tanto una mayor deformación de la matriz. En ambos materiales se presentan huecos limpios de fibra como consecuencia de la propagación preferencial de la grieta por la intercara fibra/matriz.

La menor deformación de la matriz junto con la fuerte unión fibra/matriz para el material AS4/8552 para las temperaturas consideradas, junto con la textura más rugosa de la matriz, concuerda con el hecho de que sea una matriz más tenaz y por tanto más resistente a la deslaminación que el material

AS4/3501-6, (superficie suave, crecimiento estable).

Comparando ambos materiales, las superficies obtenidas para el material AS4/3501-6 presentan una mayor influencia de la temperatura. Esta característica se corresponde con los resultados obtenidos en el procedimiento experimental realizado para las temperaturas consideradas.

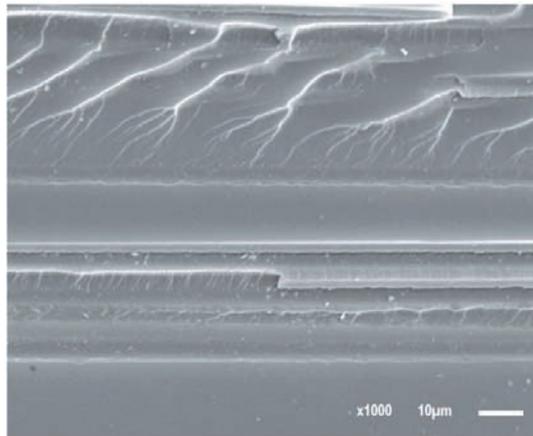
Fase frío

En las figuras 7.14 y 7.15 se presentan las micrografías más representativas obtenidas durante la propagación de la deslaminación estática a 0, -30 y -60°C, para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente.

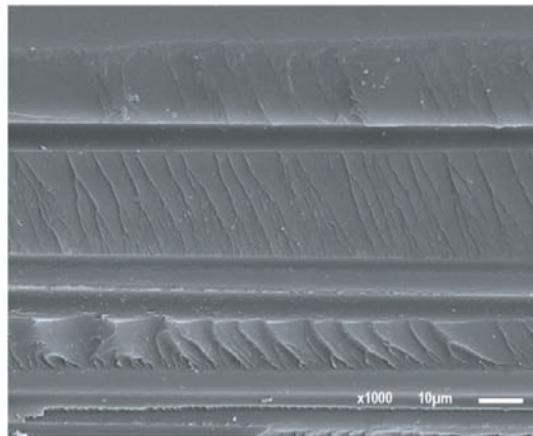
En todos los casos para el material AS4/3501-6, figura 7.14, se observaron marcas de río y líneas “microflow” en varias zonas. Estas líneas son características de la fractura cohesiva, rotura frágil de la matriz y lo que origina un comportamiento del laminado más frágil que el observado a elevadas temperaturas. En las micrografías se puede observar la rotura del conjunto fibra/matriz, especialmente a -60°C donde se aprecia el despegue de varias láminas lo cual es indicativo de un progreso de la grieta intralaminar y rotura del conjunto fibra/matriz (translaminar) como consecuencia del comportamiento más frágil de la matriz y por tanto consecuente con la disminución de su tenacidad para esta temperatura.

En cuanto al material de matriz modificada (8552), figura 7.15, al igual que ocurría a elevadas temperaturas no se aprecian cambios sustanciales en las superficies de fractura. Las morfologías presentes son las típicas de modo I junto con fibras separadas con cantidades de resina adherida, lo cual es indicativo de que a pesar de las bajas temperaturas de ensayo este material mantiene una unión fuerte fibra/matriz.

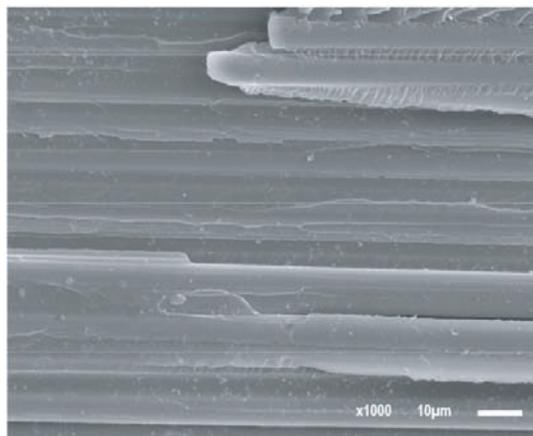
En comparación con el AS4/3501-6, la matriz del material AS4/8552 presenta una menor deformación, lo cual es indicativo de un crecimiento de grieta más estable y continuo y de una matriz más tenaz.



(a) Material AS4/3501-6 a 0°C(x1000)

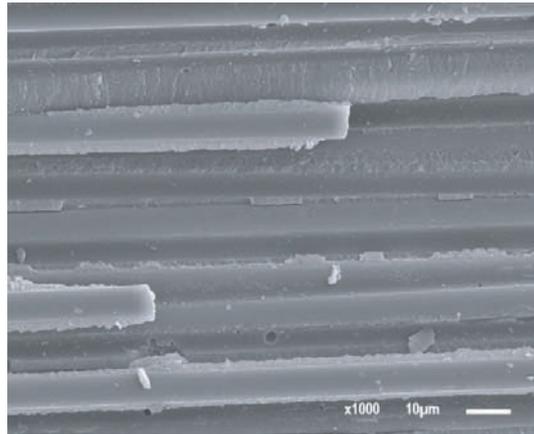


(b) Material AS4/3501-6 a -30°C(x1000)

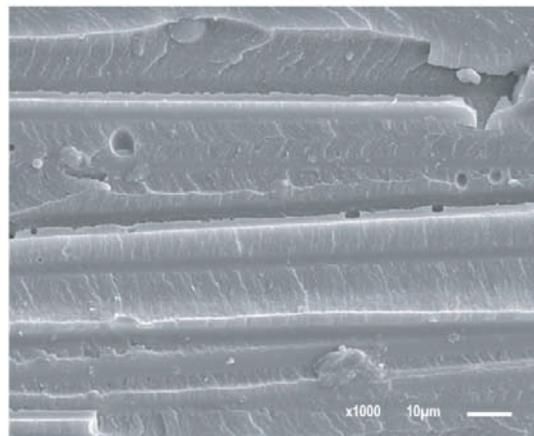


(c) Material AS4/3501-6 a -60°C(x1000)

Figura 7.14: Superficies de fractura del material AS4/3501-6 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona propagación).



(a) Material AS4/8552 a 0°C(x1000)



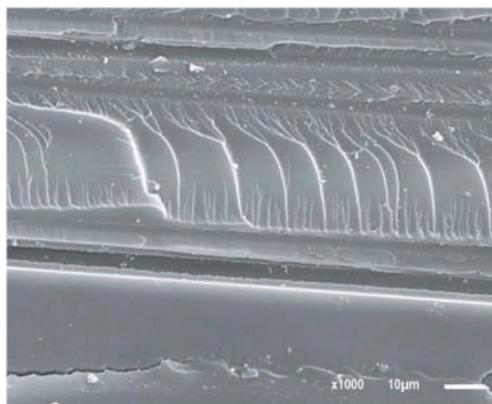
(b) Material AS4/8552 a -30°C(x1000)



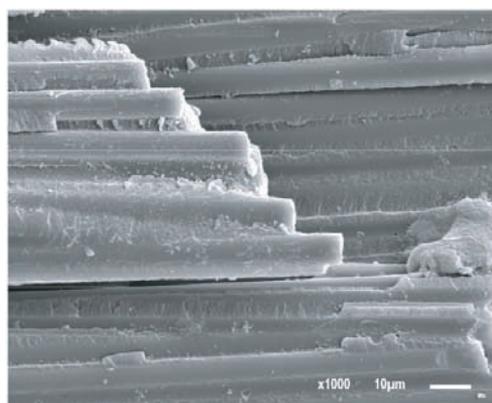
(c) Material AS4/8552 a -60°C(x1000)

Figura 7.15: Superficies de fractura del material AS4/8552 ensayado bajo sollicitación estática en modo I a: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona propagación).

En la figura 7.16 se presentan dos micrografías ensayadas estáticamente a bajas temperaturas de ambos materiales.



(a) Material AS4/3501-6 a 0°C(x1000)



(b) Material AS4/8552 a -30°C(x1000)

Figura 7.16: Superficies de fractura del material bajo sollicitación estática en modo I ensayado a bajas temperaturas (zona propagación).

En las imágenes se aprecia que el material AS4/3501-6 tiene una matriz más deformada y de topografía más áspera como consecuencia del aumento del comportamiento frágil de su matriz. También presenta grietas en la matriz paralelas a la dirección de la deslaminación, lo cual denota la rotura frágil de la misma (“matrix cleavage”), especialmente en las cercanías de la unión fibra/matriz lo que justifica la baja resistencia a deslaminación de este material a bajas temperaturas.

El material AS4/8552 tiene de origen una buena unión fibra/matriz aunque

al disminuir la temperatura de ensayo se observa un ligero aumento del comportamiento frágil y disminución de su tenacidad, caracterizado por el aumento de fibras rotas y rotura entre láminas.

En resumen, cuando se comparan ambos materiales se puede observar claramente como el material AS4/3501-6, en general está más afectado por la temperatura. Además la unión fibra/matriz es más débil (comportamiento más frágil) y por tanto de comportamiento menos resistente frente a la deslaminación bajo sollicitación estática.

Analizando todo el rango de temperaturas (90 a -60°C) el material AS4/8552 no presenta una clara influencia de la temperatura excepto a bajas temperaturas en las que se aprecia una cierta tendencia frágil, especialmente durante la propagación de la grieta. El material AS4/3501-6 presenta un comportamiento más dúctil a medida que se incrementa la temperatura de ensayo y por tanto se produce un aumento de la resistencia frente a la deslaminación (mejora la unión fibra/matriz).

En el proceso de inicio de la deslaminación, la acumulación de resina en el frente de grieta, generada durante la etapa de fabricación de estos laminados, condiciona su comportamiento. Esta acumulación es más acusada en la matriz 3501-6. El hecho de que la iniciación esté, por tanto, controlada principalmente por la matriz provoca que los valores de iniciación de ambos materiales muestren esa diferencia de resultados, siendo más elevada para el material de matriz modificada (AS4/8552). Este comportamiento se ha observado para todo el rango de temperatura analizado.

La propagación de la grieta fue estable en todos los casos, lo que es una evidencia también de la formación de estas estructuras, en los que las fibras se salen de la superficie de fractura formando un puente entre los dos brazos de la probeta. La formación de puentes de fibra se considera un mecanismo propio de la geometría de ensayo adoptada, que incrementa de manera artificial los valores de tenacidad del material, este fenómeno se observó para todas temperaturas objeto de análisis y para los dos materiales.

Las micrografías muestran una buena concordancia con los resultados experimentales obtenidos en ambos materiales.

7.3. Modo I dinámico

En este apartado se analizarán las superficies de fractura obtenidas de las probetas más representativas ensayadas bajo modo I de fractura y sollicitación dinámica para ambos materiales y temperaturas de ensayo.

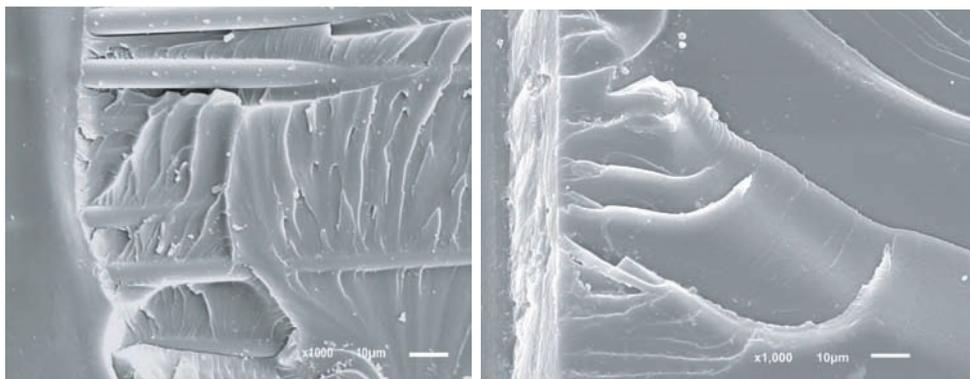
Al igual que se ha realizado en el análisis fractográfico de las probetas ensayadas bajo sollicitación estática, se comentan primero las obtenidas en la fase de iniciación (a altas y bajas temperaturas) y posteriormente en la fase de propagación de la deslaminación (altas y bajas temperaturas).

7.3.1. Iniciación dinámica de la deslaminación

Fase calor

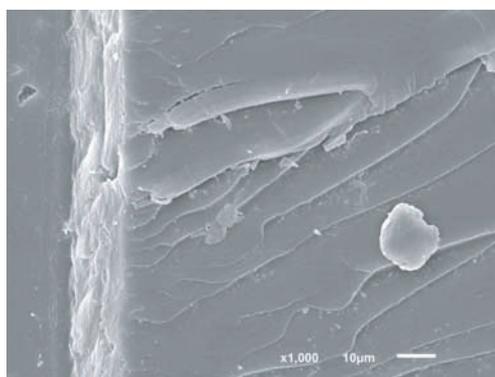
En las figuras 7.17 y 7.18 se muestran las micrografías obtenidas en la zona de iniciación de la deslaminación para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente, ensayados a fatiga a 90, 50 y 20°C.

Al igual que en los ensayos estáticos, en la zona de iniciación, se observan grandes cantidades de resina para ambos materiales y de nuevo una mayor deformación dúctil para la matriz 3501-6 a medida que aumenta la temperatura de ensayo. Esta deformación es más notable para ambos materiales debido a la duración de los ensayos bajo cargas cíclicas, que es mucho mayor que en los ensayos estáticos y por tanto están sometidos a un mayor tiempo de exposición al efecto térmico.



(a) Material AS4/3501-6 a 90°C(x1000)

(b) Material AS4/3501-6 a 50°C(x1000)



(c) Material AS4/3501-6 a 20°C(x1000)

Figura 7.17: Superficies de fractura del material AS4/3501-6 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona iniciación).

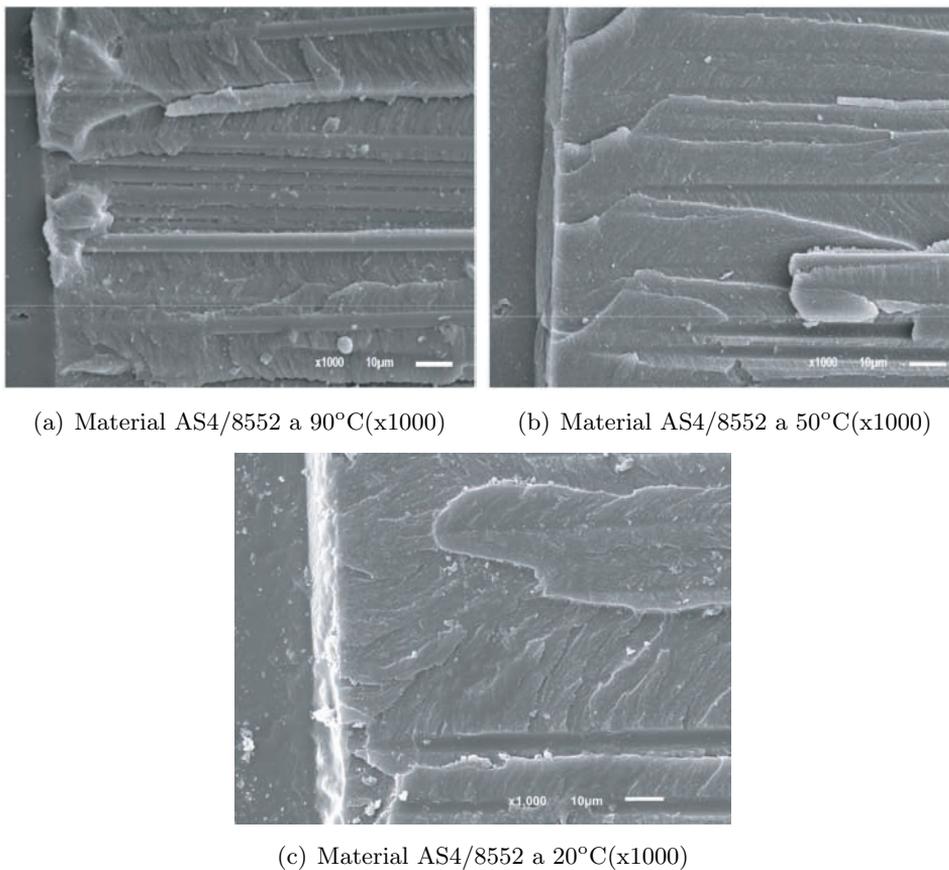
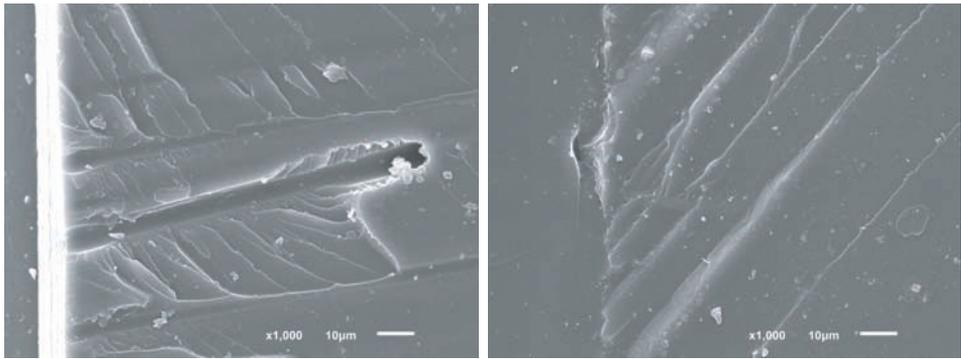


Figura 7.18: Superficies de fractura del material AS4/8552 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona iniciación).

Fase de frío

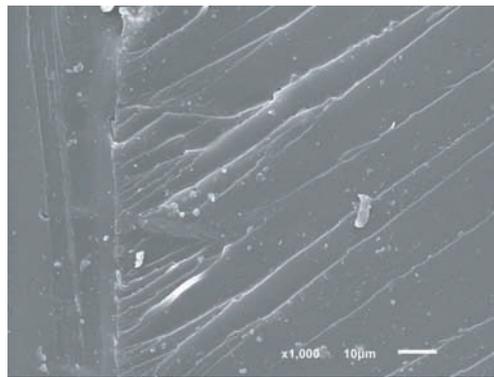
Las figuras 7.19 y 7.20 muestran micrografías obtenidas en la zona de iniciación de la deslaminación para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente, ensayados a fatiga a 0, -30 y -60°C.

La influencia de las bajas temperaturas en la zona de iniciación es similar a la observada en los ensayos estáticos para ambos materiales. Si bien, en las micrografías obtenidas de las probetas ensayadas a fatiga, al ser mayor el tiempo de exposición térmica, se aprecia un aumento de la fragilidad de la matriz, especialmente en el material AS4/3501-6.



(a) Material AS4/3501-6 a 0°C(x1000)

(b) Material AS4/3501-6 a -30°C(x1000)



(c) Material AS4/3501-6 a -60°C(x1000)

Figura 7.19: Superficies de fractura del material AS4/3501-6 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona iniciación).

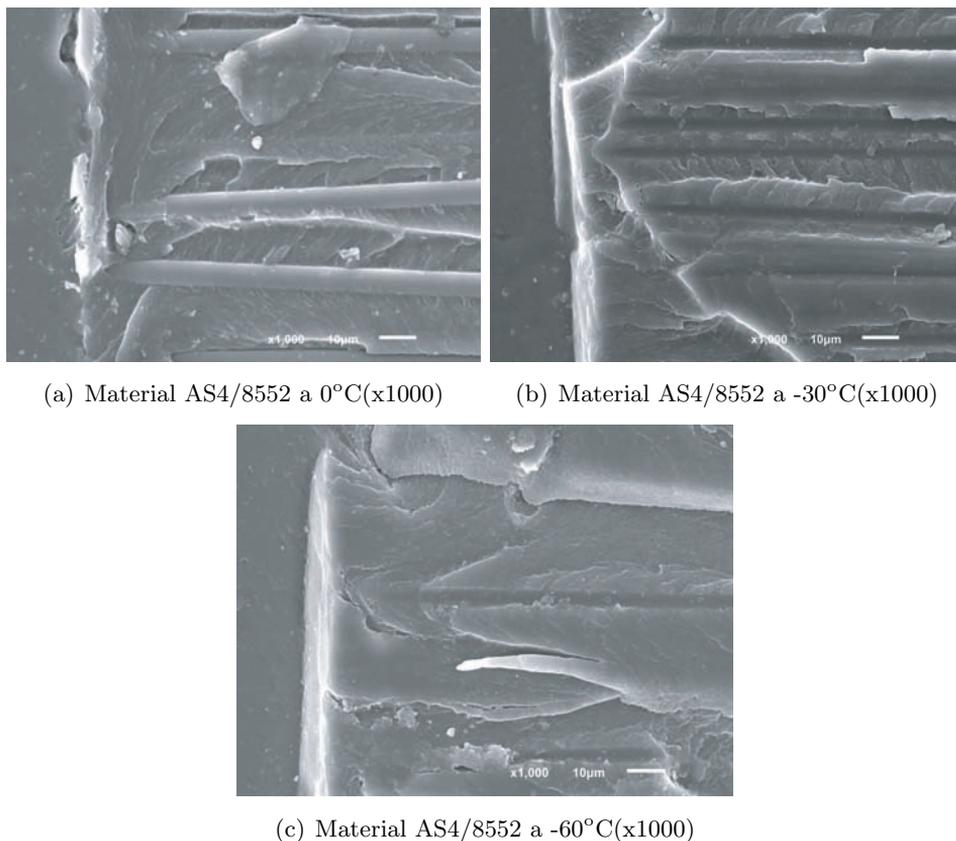


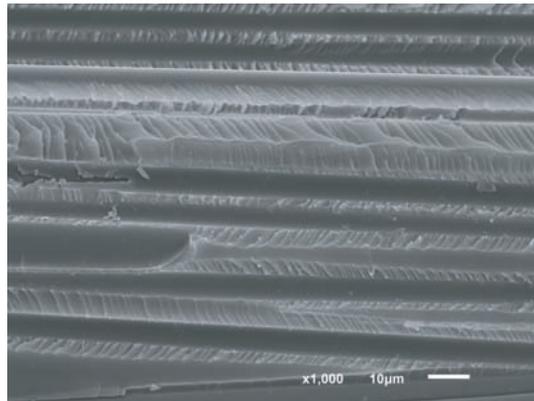
Figura 7.20: Superficies de fractura del material AS4/8552 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona iniciación).

7.3.2. Propagación dinámica de la deslaminación

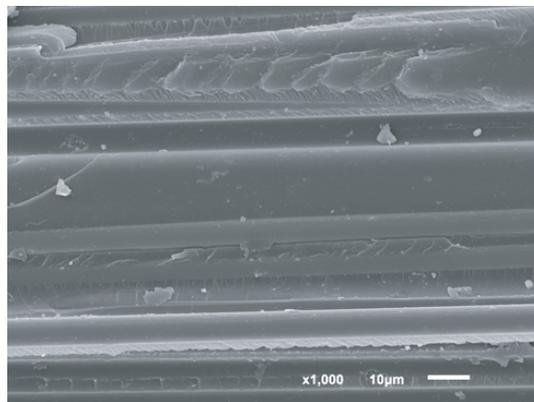
Fase calor

Las figuras 7.21 y 7.23 muestran micrografías obtenidas en la zona de propagación de la deslaminación para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente, ensayados a fatiga a 90, 50 y 20°C.

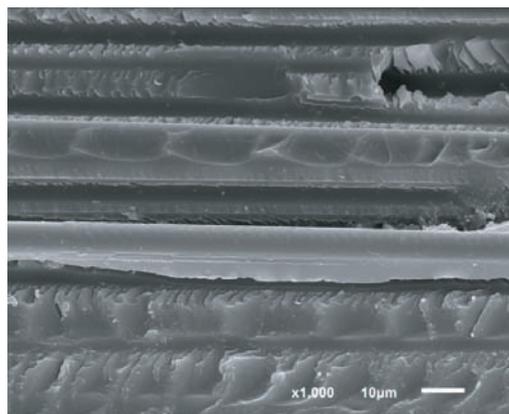
Al igual que durante la propagación estática, en las imágenes obtenidas en la zona de crecimiento a fatiga se pueden apreciar morfologías típicas del modo I de fractura como son: marcas de río, huecos de fibra, fibras rotas, etc.



(a) Material AS4/3501-6 a 90°C(x1000)



(b) Material AS4/3501-6 a 50°C(x1000)



(c) Material AS4/3501-6 a 20°C(x1000)

Figura 7.21: Superficies de fractura del material AS4/3501-6 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona propagación).

La influencia de la temperatura en el material AS4/3501-6 queda reflejada en el aumento de la ductilidad de la matriz, más alta que en las imágenes obtenidas de los ensayos estáticos, debido al mayor tiempo de exposición térmica.

En las imágenes obtenidas a elevadas temperaturas se pudo apreciar una deformación de la matriz en forma de parábola, figura 7.22. Esta morfología es característica de una deformación dúctil según observaciones realizadas por Gregory et al. [72] en un análisis fractográfico realizado en compuestos ensayados a elevadas temperaturas [142]. Este aumento de la ductilidad se corresponde con el incremento frente a la resistencia a la deslaminación obtenido en los resultados experimentales.

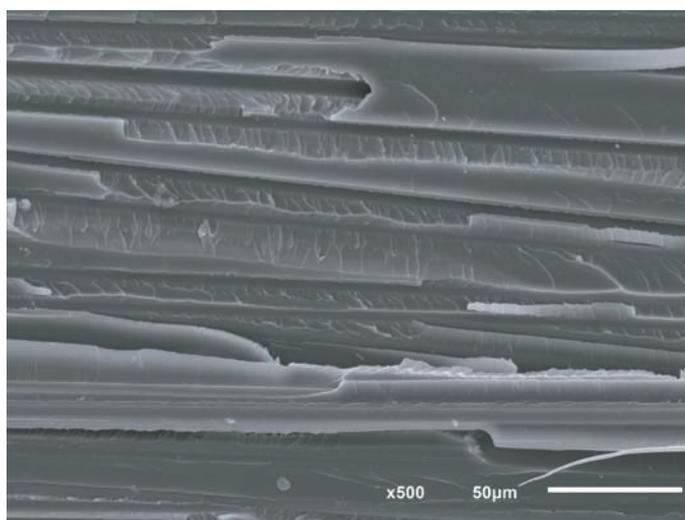
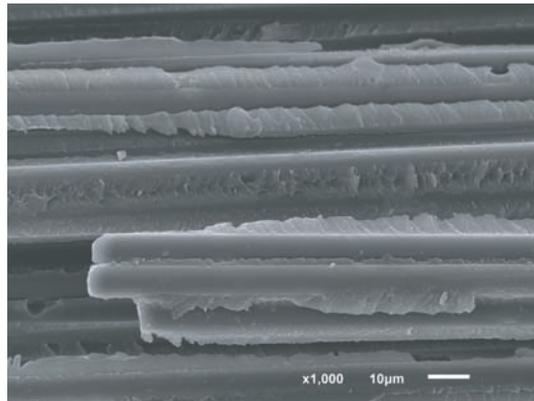
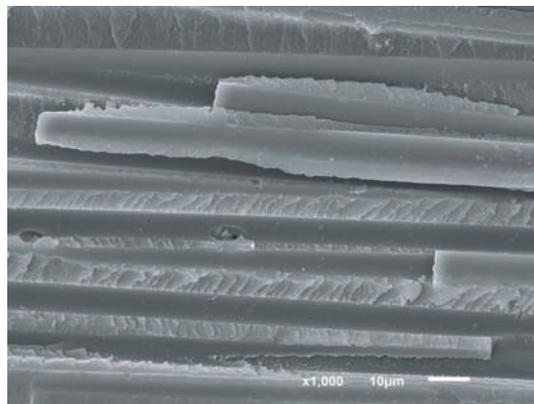


Figura 7.22: Textura de la matriz del material AS4/3501-6 deformada en forma de parábola ensayado a fatiga a 90°C (x500).

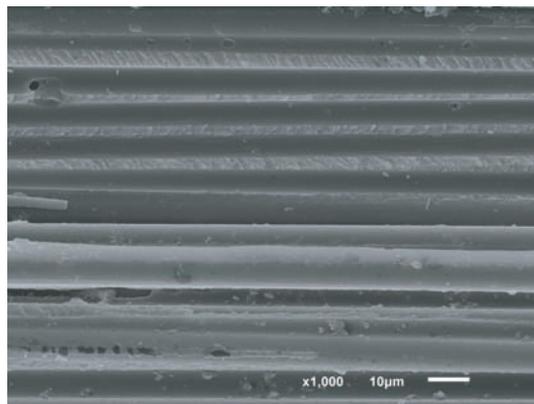
También cabe destacar que en los ensayos realizados bajo cargas cíclicas al igual que en el modo estático, la propagación de la grieta se realizó fundamentalmente a través de la intercara fibra/matriz. Este hecho se muestra como huecos limpios dejados por las fibras y superficies de fibras “limpias” con poca matriz adherida. Sin embargo, junto con los huecos dejados por las fibras, se puede apreciar un aumento de la cantidad de resina adherida a las fibras en los ensayos realizados a elevadas temperaturas como consecuencia lo cual implica un aumento de la unión fibra/matriz y su consecuente incremento de la tenacidad.



(a) Material AS4/8552 a 90°C(x1000)



(b) Material AS4/8552 a 50°C(x1000)



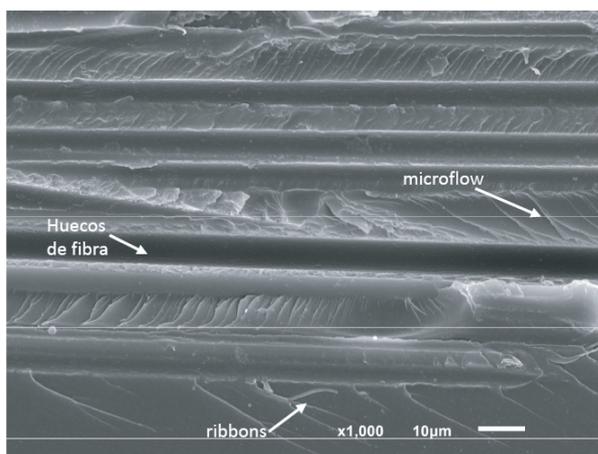
(c) Material AS4/8552 a 20°C(x1000)

Figura 7.23: Superficies de fractura del material AS4/8552 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 90°C, b) 50°C y c) 20°C (zona propagación).

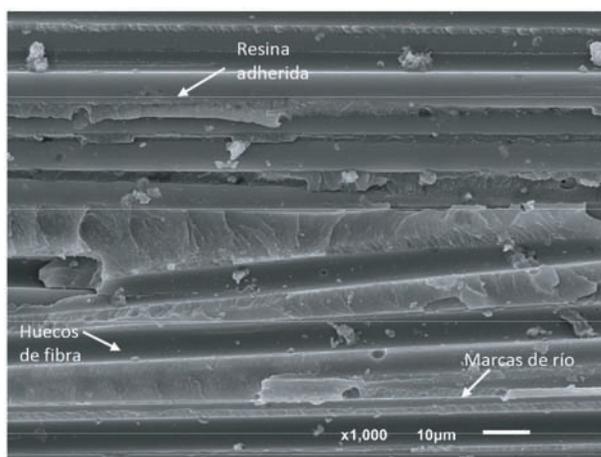
Para el material AS4/8552 también se aprecian claramente morfologías típicas del modo I de fractura en las micrografías obtenidas de los ensayos realizados bajo sollicitación dinámica.

En las imágenes obtenidas se puede apreciar que la influencia de la temperatura es más alta que en los ensayos estáticos. Al aumentar la temperatura de ensayo la matriz presenta un comportamiento más dúctil como se puede apreciar en el aumento de la cantidad de resina adherida a las fibras en las imágenes obtenidas de las probetas ensayadas a 50 y 90°C, en comparación con las obtenidas a temperatura ambiente. La cantidad de resina adherida a las fibras es indicativo de la fuerte unión fibra/matriz que adquiere el material con el incremento de la temperatura que se traduce en un aumento de su tenacidad. Además esta característica se observó en mayor medida para este composite en comparación con el AS4/3501-6, de unión fibra/matriz más débil y por tanto un comportamiento menos resistente frente a la deslaminación.

En la figura 7.24 se presentan dos imágenes del material ensayado a temperatura ambiente con el fin de observar las diferentes matrices ensayadas bajo cargas cíclicas.



(a) Material AS4/3501-6 a 20°C(x1000)



(b) Material AS4/8552 a 20°C(x1000)

Figura 7.24: Superficies de fractura bajo sollicitación dinámica en modo I (zona propagación).

Comparando ambos materiales ensayados a la misma temperatura bajo cargas cíclicas se constata que el material AS4/3501-6 tiene una mayor deformación de la matriz: mayor cantidad de marcas de río, deformación en forma de parábola, líneas “microflow” y superficies más suavizadas (deformación plana). Por el contrario, el material AS4/8552 presenta una fuerte unión fibra/matriz, con grandes cantidades de resina adherida a las fibras y una textura de la matriz más rugosa (de grano grueso) lo cual justifica su mayor resistencia al tener una matriz más tenaz.

A continuación se presentan imágenes obtenidas del material ensayado bajo cargas cíclicas y elevadas temperaturas donde se pueden observar otras morfologías peculiares localizadas, no propias del modo I de fractura.

En estas imágenes se observaron estrías en la matriz que corresponden a marcas de río en cuyos extremos se puede apreciar zonas de alta deformación debido al aumento del compostamiento dúctil pudiendo llegar a la formación de “ribbons” o incluso “matrix rollers” [141], morfología típica de composites sometidos a fractura bajo cargas cíclicas y cuyo origen es similar a la formación de “cusps”, figura 7.25.

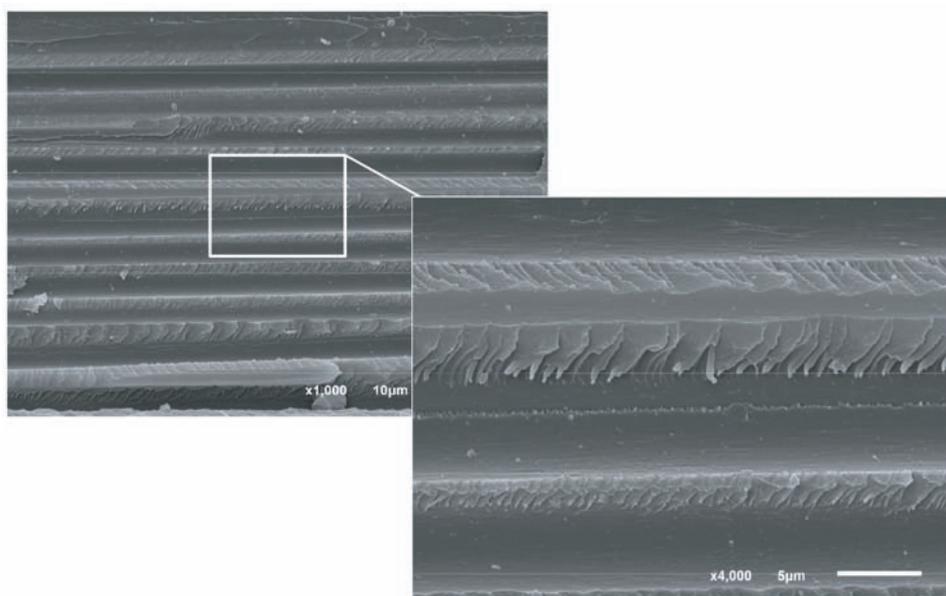


Figura 7.25: Textura de la matriz deformada en torno a la fibra del material AS4/3501-6 ensayado a fatiga a 50°C.

En la figura 7.26 se pueden observar marcas “hackles” y deformación en forma de parábola debido al aumento del comportamiento dúctil de la matriz 3501-6 ensayada a 50°C.

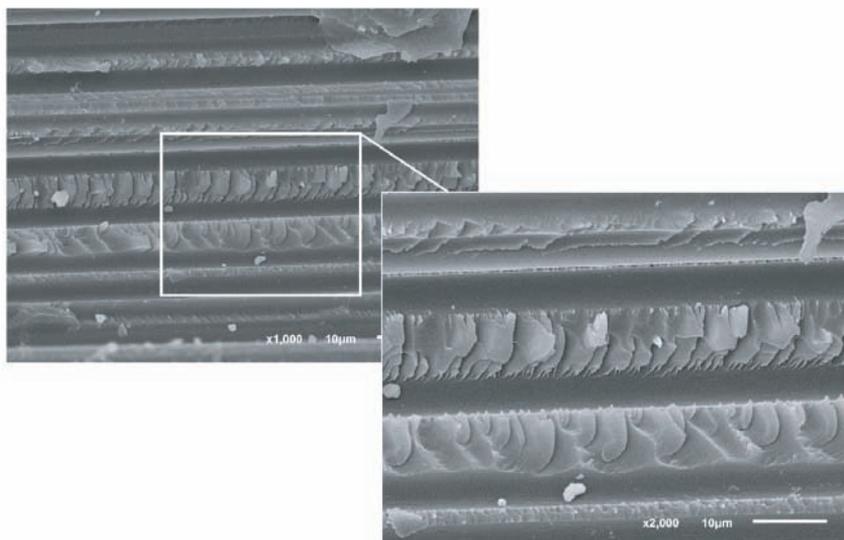


Figura 7.26: Detalle de marcas “hackle” y deformación en forma de parábola en el material AS4/3501-6 ensayado a 50°C bajo cargas cíclicas

En las figuras 7.27 y 7.28 se pueden apreciar las marcas de fatiga en probetas ensayas a 90°C del material AS4/3501-6. Cada marca corresponde a un ciclo de carga.

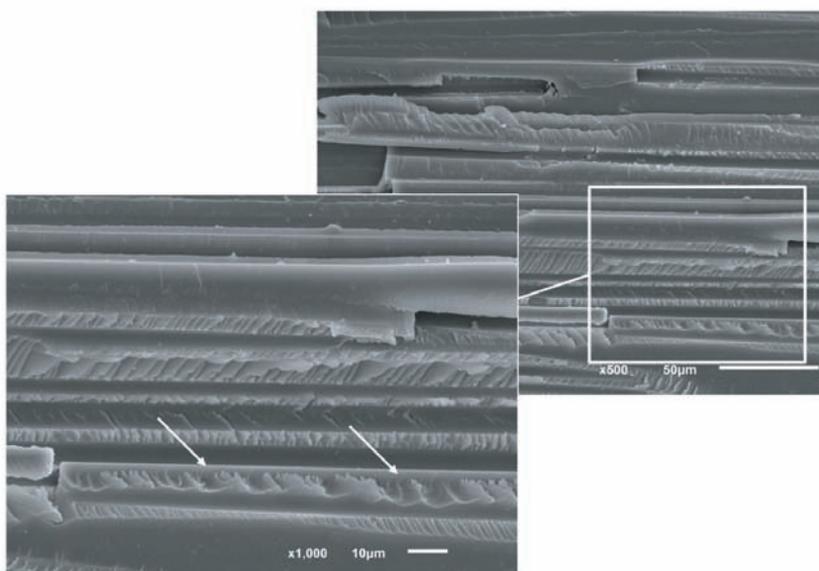


Figura 7.27: Marcas de fatiga del material AS4/3501- ensayado a 90°C.

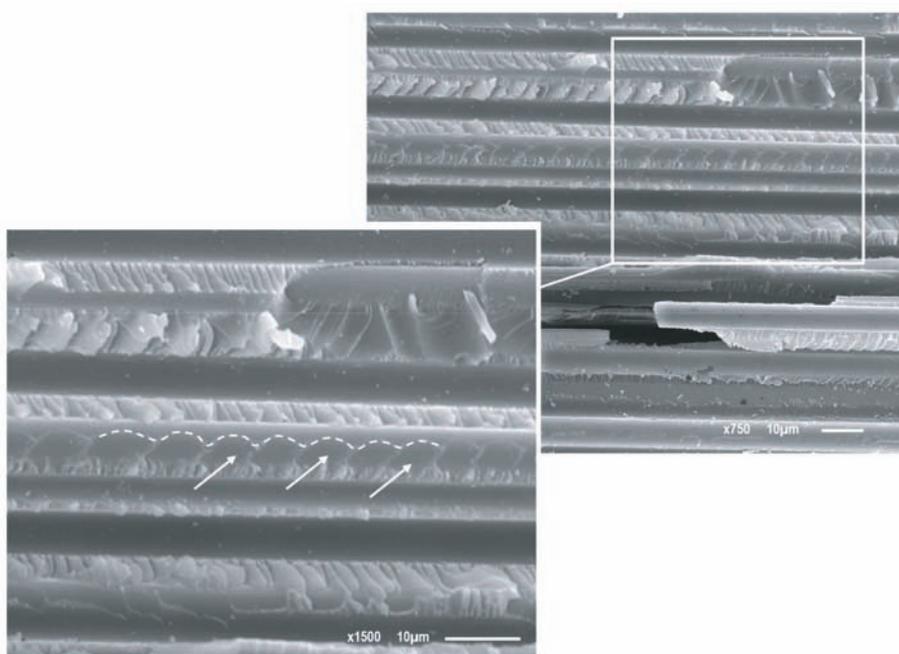
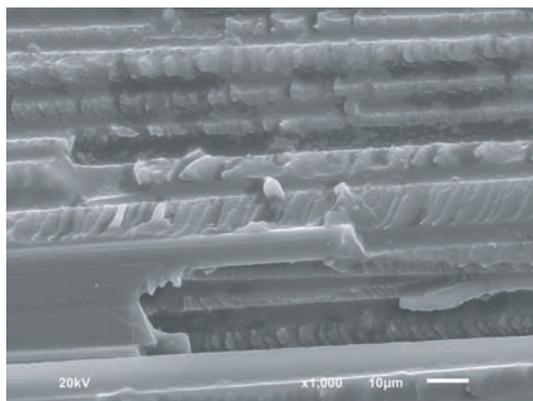


Figura 7.28: Marcas de fatiga del material AS4/3501- ensayado a 90°C.

Fase de frío

Las figuras 7.29 y 7.30 muestran micrografías obtenidas en la zona de propagación de la deslaminación para los materiales AS4/3501-6 y AS4/8552, respectivamente, ensayados a fatiga a 0, -30 y -60°C.

En las micrografías obtenidas de las probetas ensayadas a bajas temperaturas para el material AS4/3501-6 se puede apreciar un incremento del comportamiento frágil de la matriz debido a la presencia de superficies más ásperas y formación de esferas de resina, aunque con las mismas morfologías típicas del modo I de fractura, figura 7.29.



(a) Material AS4/3501-6 a 0°C(x1000)

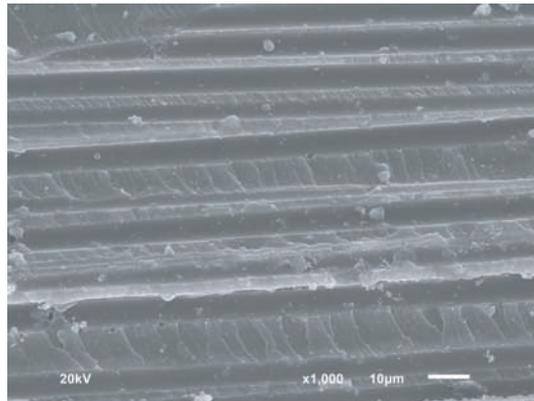


(b) Material AS4/3501-6 a -30°C(x1000)

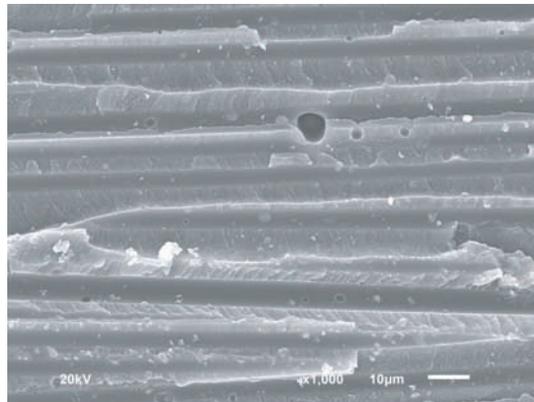


(c) Material AS4/3501-6 a -60°C(x800)

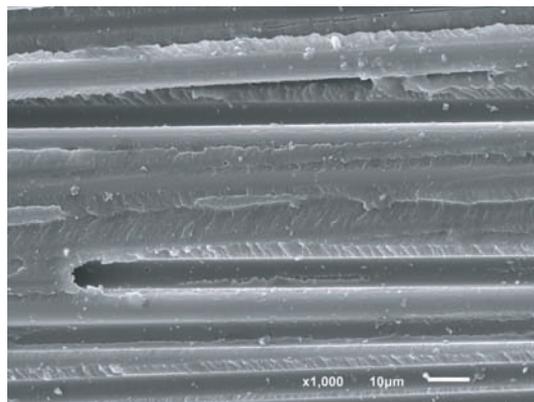
Figura 7.29: Superficies de fractura del material AS4/3501-6 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona propagación).



(a) Material AS4/8552 a 0°C(x1000)



(b) Material AS4/8552 a -30°C(x1000)



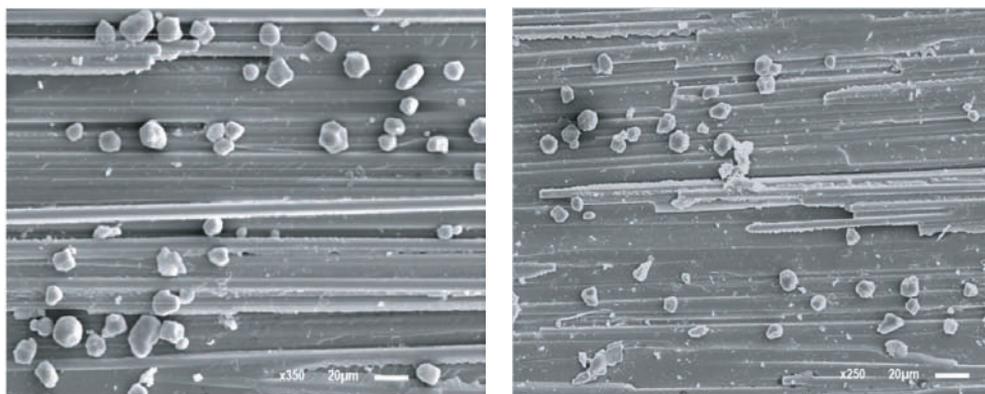
(c) Material AS4/8552 a -60°C(x1000)

Figura 7.30: Superficies de fractura del material AS4/8552 bajo sollicitación dinámica en modo I: a) 0°C, b) -30°C y c) -60°C (zona propagación).

Para el material AS4/8552, figura 7.30, se observó un aumento de la densidad de estrías en la matriz (como marcas de río) con la disminución de la temperatura de ensayo. También se puede apreciar una menor densidad de fibras con resina adherida y mayor cantidad de huecos de fibra, lo cual es indicativo de un progreso de la grieta por la intercara fibra/matriz y de una unión fibra/matriz más débil y frágil a medida que disminuye la temperatura de ensayo, concordante con los resultados experimentales obtenidos.

En este material se observaron burbujas de aire formadas en la resina, esta morfología nada tiene que ver con la temperatura de ensayo o tipo de sollicitación, sino simplemente con el proceso de fabricación del laminado, figura 7.30b.

En la figura 7.31 se presentan imágenes obtenidas del material AS4/3501-6 sometido a bajas temperaturas y sollicitación dinámica. En las imágenes aparecen pequeñas esferas de resina que se formaron cuando el material fue ensayado a -30 y -60°C y cuya formación fue consecuencia del notable aumento del comportamiento frágil de la matriz. Esta morfología no ha sido observada en el material de matriz modificada para ninguna de las temperaturas consideradas.



(a) Material AS4/3501-6 a -30°C (x350)

(b) Material AS4/3501-6 a -60°C (x250)

Figura 7.31: Bolas resina (zona propagación).

En resumen, el análisis fractográfico de probetas fracturadas a fatiga muestra un aspecto similar a las probetas fracturadas en régimen estático tal como ha sido observado por otros autores [89]. Si bien en los ensayos a fatiga, es más notable la influencia de la temperatura debido a que la mayor exposición térmica. En general, la deslaminación es atribuida a diferentes mecanismos dominantes de fractura resultantes de la variación simultánea entre la tenacidad de la matriz y la unión de la intercara fibra/matriz, como ha sido observado también por varios autores [156]. El material AS4/8552 presenta, para todas las temperaturas analizadas, una fuerte unión de la intercara fibra/matriz aportando una elevada resistencia a la deslaminación siendo ésta controlada por la tenacidad de la matriz. Sin embargo, para el material AS4/3501-6 la deslaminación está fundamentalmente controlada por la adhesión de la fibra/matriz (“debonding”), más débil que la del material de matriz modificada, y de la fractura frágil de la matriz (“matrix cleavage”) ofreciendo por tanto, una menor resistencia frente a la deslaminación [144, 147], tal y como se ha obtenido en los resultados experimentales.

Capítulo 8

Conclusiones

En esta tesis doctoral se analiza el comportamiento de dos materiales compuestos de calidad aeronáutica (AS4/3501-6 y AS4/8552) sometidos a deslaminación en modo I de fractura bajo sollicitaciones dinámica y estática a diferentes temperaturas de ensayo: 90, 50, 20, 0, -30 y -60°C. Para ello se ha realizado un análisis experimental y un posterior análisis fractográfico de las superficies de fractura de las probetas previamente ensayadas.

Las principales conclusiones derivadas de esta tesis son:

8.1. Respecto al comportamiento de ambos materiales bajo sollicitación estática

- El material AS4/8552 (fabricado a partir de una matriz epoxi modificada para mejorar su comportamiento a fractura) presenta, en general, un mejor comportamiento frente a la deslaminación para todas las temperaturas objeto de estudio, mostrando valores de tenacidad a fractura más altos tanto para la iniciación (G_{IC}) como para la propagación de la grieta.
- La temperatura afecta de forma similar a los dos materiales compuestos analizados. Así para altas temperaturas, los materiales tienen un comportamiento más dúctil en comparación con el que presentan a temperatura ambiente, mientras que a bajas temperaturas tienen un comportamiento más frágil, ofreciendo una mayor tenacidad con el incremento de la temperatura de ensayo.
- Para el material AS4/8552, la temperatura, en el rango entre 50 y -30°C,

no afecta a la resistencia a la deslaminación puesto que los valores de tenacidad obtenidos son bastante próximos. A diferencia del material AS4/3501-6, donde resistencia aumenta con la temperatura de ensayo y las curvas R ofrecen una forma típica creciente al aumentar la longitud de la grieta debido a la formación de los puentes de fibra. Para el material de matriz modificada (8552) se obtuvieron curvas R decrecientes (también conocidas como desfavorables) en los ensayos realizados a bajas temperaturas. Este comportamiento es debido fundamentalmente a la gran resistencia que ofrece la matriz debido a su elevada tenacidad potenciado por la formación de bolsas de resina producidas en el proceso de fabricación del laminado al introducir el inserto y por el aumento de la rigidez de la matriz al disminuir la temperatura de ensayo. Cabe destacar que las pendientes de las curvas de resistencia del material AS4/8552 son muy suaves con lo cual no se considera la posibilidad de un fallo catastrófico una vez iniciada la fisura.

- En general, en los ensayos estáticos realizados es más notable la influencia del tipo de matriz que la de la temperatura, donde a pesar de obtener diferentes valores de tenacidad para las temperaturas analizadas la diferencia entre estos valores es relativamente pequeña y está dentro del margen de dispersión habituales en estos materiales.

8.2. Respecto al comportamiento a fatiga

- En cuanto a la influencia del tipo de matriz en el proceso de iniciación de fisura, el material de matriz modificada (8552) ofrece una mayor resistencia al inicio de la deslaminación obteniendo, al igual que en los ensayos estáticos, valores de tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) superiores y un número de ciclos necesarios (N_a) superior para todo el rango de temperaturas considerado.
- Considerando el efecto de la temperatura en los valores de iniciación de la deslaminación a fatiga, se observa que el límite a fatiga va aumentando a medida que se incrementa la temperatura para ambos materiales y que ambas matrices ofrecen un comportamiento más dúctil con el incremento de la temperatura.
- Del análisis probabilístico realizado para ambos materiales en la etapa de iniciación cabe destacar que los resultados obtenidos muestran una buena

correlación con los resultados mostrados en las curvas $G_{I_{max}} - N$, obteniendo para el rango de temperaturas considerado (90, 50 y 20°C) una mayor resistencia al inicio de la deslaminación para el material AS4/8552 y una tendencia similar para ambos materiales en función de la temperatura, aumentando su resistencia con el incremento de la temperatura de ensayo.

- En cuanto a la influencia del tipo de matriz en el proceso de propagación dinámica de la deslaminación, al igual que lo observado en los ensayos estáticos, el material AS4/8552 ofrece un mejor comportamiento mecánico para todas las temperaturas analizadas, obteniendo valores de tenacidad máxima ($G_{I_{max}}$) más elevados, un mayor número de ciclos y tasas de propagación de grieta (da/dN) ligeramente más bajas.
- Considerando la influencia de la temperatura durante la propagación dinámica se aprecia en general una mayor resistencia a la propagación a medida que se incrementa la temperatura de ensayo para ambos materiales. De las curvas G-N obtenidas para ambos composites se observa, en general, un aumento de la tenacidad con el aumento de la temperatura de ensayo. También cabe destacar que los valores de tenacidad aumentan a medida que avanza la deslaminación en los ensayos realizados a temperatura ambiente y elevadas temperaturas. Sin embargo, para ambos materiales, las curvas obtenidas a bajas temperaturas son planas lo cual es debido al comportamiento frágil de la matriz y a la disminución de la formación de los puentes de fibra que suele ser el responsable del aumento de la tenacidad con el incremento de la deslaminación en materiales de refuerzo unidireccional.
- En general la temperatura no genera una tendencia clara en cuanto a la tasa de crecimiento como se observó en las curvas obtenidas para ambos materiales, especialmente a elevadas temperaturas.

8.3. Respecto al análisis fractográfico

- En general, el análisis fractográfico de probetas fracturadas a fatiga muestra un aspecto similar a las probetas fracturadas en régimen estático, tal como ha sido observado por otros autores en cuanto a las morfologías observadas, que son principalmente típicas del modo I de fractura. Sin embargo, en los ensayos realizados bajo cargas cíclicas, la influencia de la

temperatura fue más notable para ambos materiales debido al aumento del tiempo de ensayo y por tanto, a la exposición térmica.

- A elevadas temperaturas, ambos materiales presentan un comportamiento más dúctil de la matriz (deformación en forma de parábola, mayor densidad de resina adherida a las fibras, etc.) y por tanto presentando una mayor resistencia a la deslaminación con el incremento de la temperatura de ensayo.
- En los ensayos realizados a bajas temperaturas, ambos composites tienen un comportamiento más frágil de su matriz, más relevante para el material AS4/3501-6 como se pudo observar en las micrografías obtenidas a -30 y -60°C donde presentaba pequeñas esferas de resina fruto del aumento del comportamiento frágil de la matriz con la disminución de la temperatura de ensayo.
- De manera ocasional se observaron marcas “hackle”. Estas marcas a pesar de ser típicas del modo II de fractura han sido observadas por diversos autores en el modo I de fractura como en la presente tesis. Esta morfología se observó más en el material AS4/3501-6, de matriz de comportamiento más frágil.
- En cuanto a la influencia del tipo de matriz se pudo observar que el material AS4/8552 presenta una fuerte unión fibra/matriz y el fallo por deslaminación, por tanto, se produjo principalmente por la fractura de la matriz, indicativo de matrices tenaces. Por el contrario, para el material AS4/3501-6, de unión fibra/matriz más débil, el mecanismo predominante en la deslaminación fue la separación fibra/matriz (“debonding”) que disminuye la resistencia a la fractura.
- De manera ocasional, aparecen morfologías en las que se puede apreciar que la deslaminación no es 100 % interlaminar, sino que también aparecen algunos mecanismos de fallo propios de fractura intralaminar como la fractura del conjunto fibra/matiz, especialmente a bajas temperaturas.
- Existe una relación entre los micromecanismos de fractura observados en el análisis fractográfico y los resultados obtenidos en los ensayos tanto estáticos como a fatiga.

Conclusions

In this thesis the behavior of two aircraft quality composites (AS4/3501-6 and AS4/8552) subjected to delamination in mode I fracture under static and dynamic load is analyzed for different test temperatures: 90, 50, 20, 0, -30 and -60°C. For this purpose, an experimental analysis and a subsequent fractographic analysis of the fracture surfaces of the specimens previously tested has been conducted.

The main conclusions of this thesis are:

8.4. Regarding the behavior of both materials under static solicitation

- AS4/8552 material (made from a modified epoxy matrix to improve its fracture behavior) presented, in general, a better behavior against delamination for all temperatures analyzed, showing higher fracture toughness values both for the initiation (G_{IC}) and the propagation of the crack.
- Temperature affects in a similar trend to both composites tested. Thus, for high temperatures, the materials have more ductile behavior compared with the presented at room temperature. However, at low temperatures they have more brittle behavior, offering a greater toughness when the test temperature increases.
- For the AS4/8552 material the temperature, in the range between 50 and -30°C, does not affect to the delamination resistance obtaining toughness values quite close. AS4/3501-6 material shows an increase in its resistance with the increase of the test temperature and offers R curves with an increasing typical shape due to the formation of fiber bridging. However, for the modified matrix material (8552) decreasing R curves (also known

as unfavorable) in the tests carried out at low temperatures were obtained. This behavior is due to the great resistance that provides the matrix due to their high toughness enhanced by the formation of resin bags produced in the manufacturing process of the laminate when the insert is introduced and for the increased stiffness of the matrix with the decrease of test temperature. It should be noted that the slopes of the resistance curves of AS4/8552 material are very soft so it is not possible to consider the possibility of a catastrophic failure once the crack has been initiated.

- In general, in the static tests is more important the influence of the type of matrix than the influences of the temperature, where despite getting different values of toughness to the analyzed temperatures the differences between these values is relatively small and it is within the range of normal dispersion in these materials.

8.5. Regarding the fatigue behavior

- In terms of the influence of the type of matrix in the crack initiation process, the modified matrix material (AS4/8552) offers greater resistance to the onset of delamination. Obtaining as in the static tests, values of maximum toughness ($G_{I_{max}}$) higher and a number of cycles needed (N_a) superior to all the range of temperature analyzed.
- Considering the effect of temperature on fatigue delamination initiation values, shows that the fatigue limit increases as the temperature increases for both materials, whose matrix offer a more ductile behavior with the increase of test temperature.
- The probabilistic analysis performed for both materials in the stage of initiation, showed that the results have a good correlation with the results obtained in the curves $G_{I_{max}} - N$ obtaining for the temperature range considered (90, 50 and 20°C). Obtaining a greater resistance to the onset of delamination for the AS4/8552 material and a similar trend for both materials depending on the temperature, increasing its resistance when increasing test temperature.
- In terms of the influence of the type of matrix in the process of dynamic propagation of delamination, as observed in the static tests, the AS4/8552 material offers better mechanical behavior for all the temperatures tested,

obtaining higher values of maximum toughness ($G_{I_{max}}$), a greater number of cycles and crack growth rates (da/dN) slightly lower.

- Considering the influence of the temperature during dynamic propagation it can be seen, in general, a greater resistance to the propagation as the test temperature increases for both materials. In the G-N curves obtained for both composites it can be observed, generally, an increase in toughness with increasing test temperature. Also should be note that, the toughness values increase as delamination progresses in the tests conducted at room temperature and high temperatures. However, for both materials, the curves obtained at low temperatures are flat which is due to the brittle behavior of matrix and the decreased formation of fiber bridging which is usually the reason of the increase of delamination toughness in unidirectional reinforced materials.
- In general, the temperature does not generate a clear trend in terms of the growth rate as was observed in the curves obtained for both materials, especially at high temperatures.

8.6. Regarding the fractographic analysis

- In general, the fractographic analysis of the specimens fractured under fatigue loading shows a similar aspect with the specimens fractured in the static regime as it has been observed by other authors in terms of the morphologies observed, which are mainly typical of mode I fracture. However, in the tests carried out under cyclic loading, the influence of temperature was most notable for both materials due to the duration of test and, therefore, to their increase thermal exposure.
- At high temperatures, both materials have more ductile behavior of the matrix (parabola-shaped deformation, higher density of resin bonded fibers, etc.) and thus presenting a greater resistance to delamination with test temperature increasing.
- In tests conducted at low temperatures, composites have more fragile matrix behavior, which is more relevant for AS4/3501-6 material as was analyzed in micrographs obtained at -30 and -60°C where small spheres of resin, as a result of increasing the brittle behavior of the matrix with the decrease in test temperature were observed.

-
- “Hackle” marks were observed occasionally in both materials. These marks despite being typical of mode II fracture have been observed by different authors in the mode I fracture as in this thesis. This morphology was observed in greater magnitude in AS4/3501-6 material, which has more brittle matrix.
 - In terms of the influence of the type of matrix, it was observed that AS4/8552 material has a strong fiber/matrix adhesion and the failure by delamination, therefore, was produced mainly by matrix cleavage, indicative of toughness matrices. On the other side, for AS4/3501-6 material, with weaker fiber/matrix adhesion, the predominant mechanism in the delamination was fiber/matrix debonding which decreases the resistance to fracture.
 - Occasionally, morphologies where not 100 % interlaminar delamination were observed, as intralaminar failure mechanisms as fracture of fiber/matrix set, especially at low temperatures.
 - There is a relationship between the fracture micromechanisms observed in the fractographic analysis and the results obtained in both static as a fatigue tests.

Experiencia investigadora

Participación en congresos

- Participación en la Conferencia COMATCOMP 09 (V International Conference on Science and Technology of Composite Materials y 8º Congreso Nacional de Materiales Compuestos), celebrado en *Donostia – San Sebastián* del 7 al 9 de octubre de 2009. “Influencia del tipo de matriz y de la temperatura, en materiales compuestos carbono-epoxi sometidos a deslaminación bajo sollicitación a fractura en modo I”, P. Coronado, A. Argüelles, J. Viña, R. Zenasni y M. A. Castrillo.
- Participación en el XIV Congreso Europeo de Materiales Compuestos, celebrado en Budapest (Hungría) del 7 al 10 de junio de 2010. “Study of the delamination in a composite carbon/epoxy under mode I fatigue loading subjected to different temperatures”, A. Argüelles, J. Viña, P. Coronado, I. Viña y J. Bonhomme.
- Participación en el XICNM (XI Congreso Nacional de Materiales), celebrado en Zaragoza del 23 al 25 de junio de 2010. “Estudio del fenómeno de deslaminación en un material compuesto carbono/epoxi bajo modo I y sollicitación dinámica sometido a diferentes temperaturas”, A. Argüelles, J. Viña, P. Coronado, I. Viña y J. Bonhomme. (*ISSN* : 1989 : 1989–2535)
- Participación en la Conferencia MATCOMP 11 (IX Congreso Nacional de Materiales Compuestos), celebrado en Gerona del 5 al 8 de julio de 2011. “Influencia de la temperatura en el proceso de deslaminación bajo modo I y sollicitación estática y dinámica de un material compuesto carbono-epoxi”, A. Argüelles, P. Coronado y A. F. Canteli.

- Participación en el XXVIII GEF (28º Encuentro del Grupo Español de Fractura), celebrado en Gijón del 6 al 8 de abril de 2011. “Influencia del tipo de matriz y de la temperatura en compuestos carbono-epoxi, sometidos a deslaminación bajo sollicitación a fractura en modo I”, P. Coronado, A. Argüelles, J. Viña y A. F. Canteli. Premio al mejor poster del congreso.
- Participación en ICCS16 (16th International Conference on Composite Structures), celebrado en Oporto (Portugal) del 28 al 30 de junio de 2011. “Temperature influence in a carbon-fiber epoxy composite, under mode I delamination static and fatigue loading”, P. Coronado, A. Argüelles, J. Viña y A. F. Canteli.
- Participación en ICEM15 (15th International Conference on Experimental Mechanics), celebrado en Oporto (Portugal) del 28 al 30 de junio de 2012. “Analysis of the influence of the temperature in the process of delamination under static and dynamic sollicitation of an unidirectional carbon-epoxy composite”, P. Coronado, A. Argüelles, J. Viña y I. Viña.
- Participación en XII CNMIN, IBEROMAT XII (12º Congreso Nacional de Materiales), celebrado en Alicante del 30 al 31 de mayo y 1 de junio de 2012. “Análisis de la influencia de la temperatura en el proceso de deslaminación bajo sollicitación estática y dinámica, de un material compuesto unidireccional carbono/epoxi”, P. Coronado, A. Argüelles, J. Viña y I. Viña.
- Participación en ICNMMCS (1st International Conference on Mechanics of Nano, Micro and Macro Composite Structures), celebrado en Torino (Italia) del 18 al 20 de junio de 2012. “Influence of matrix type and thermal variations in the phenomenon of delamination, on unidirectional carbon-fibre composites”, P. Coronado, A. Argüelles, J. Viña, J. Bonhomme y V. Mollón.
- Participación en ICCS17 (17th International Conference on Composite Structures), celebrado en Oporto (Portugal) del 17 al 20 de junio de 2013. “Influence of low temperatures on the phenomenon of delamination

under fracture in mode I in carbon/fiber epoxy composites under fatigue loading”, P. Coronado, J. Viña, A. Argüelles e I. Viña.

- Participación en MATCOMP 13 (X Congreso Nacional de Materiales Compuestos), celebrado en Algeciras del 2 al 5 de julio de 2013. “Influencia de las bajas temperaturas en la deslaminación bajo fractura en modo I de compuestos de epoxi/fibra de carbono sometidos a cargas de fatiga”, P. Coronado, A. Argüelles, I. Viña, J. Bonhomme, J. Viña y V. Mollón.

Publicaciones

- P. Coronado, A. Argüelles, J. Viña, J. Bonhomme y V. Mollón. Influence on the delamination phenomenon of matrix type and thermal variations in unidirectional carbon-fiber epoxy composites. *Polymer Composites*, Online ISSN: 1548-0569, 2014.
- P. Coronado, A. Argüelles, J. Viña e I. Viña. Influence of low temperatures on the phenomenon of delamination of mode I fracture in carbon-fibre/epoxy composites under fatigue loading. *Composite Structures*, Vol.112, pp. 188-193, 2014.
- A. Argüelles, P. Coronado, A. F. Canteli, J. Viña y J. Bonhomme. Using a statistical model for the analysis of the influence of the type of matrix carbon-epoxy composites on the fatigue delamination under modes I and II of fracture. *International Journal of Fatigue*, Vol. 56, pp. 54-59, 2013.
- P. Coronado, A. Argüelles, J. Viña, V. Mollón e I. Viña. Influence of temperature on a carbon-fibre epoxy composite subjected to static and fatigue loading under mode I delamination. *International Journal of Solids and Structures*, Vol. 49(21), pp. 2934-2940, 2012.

Bibliografía

- [1] P. K. Mallick. *Composites Engineering Handbook. Materials Engineering*. Marcel Dekker, Inc. edition, 1997.
- [2] A. Miravete. *Materiales Compuestos*, volume I. Reverte edition, 2007.
- [3] D. Gray, S. V. Hoa, and S. W. Tsai. *Composite Materials: Design and Applications*. RC Press, Boca Raton edition, 2003.
- [4] A. K. Kaw. *Mechanics of Composite Materials*. Taylor Francis Group, 2nd edition, 2006.
- [5] D. Hull. *Materiales Compuestos*. Reverte edition, 2003.
- [6] M. G. Bader, K. L. Pickering, A. Buxton, A. Rezaifard, and P. A. Smith. Failure micromechanics in continuous carbon-fibre/epoxy-resin composites. *Composites Science and Technology*, 48(1-4):135–142, 1993.
- [7] Srinivasan Sridharan, editor. *Delamination Behaviour of Composites*. Number 25. Woodhead publishing edition, 2003.
- [8] J.M. Hodgkinson. *Mechanical Testing of Advanced Fibre Composites*. Woodhead Publishing Limited, 2000.
- [9] D. Broek. *Elementary Engineering Fracture Mechanics*. Kluwer Academic Publishers Group, 4th edition, 1986.
- [10] A. A. Griffith. The Phenomena of Rupture and Flow in Solids. *Philosophical Transactions, Series A.*, 122:163 – 198, 1920.
- [11] C. E. Inglis. Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners. *Transactions of the Royal Institute of Naval Architectes*, 60:219 – 241, 1913.
- [12] G. R. Irwin. Fracture Dynamics. *Fracture of Metals*, ASM, 1948.

-
- [13] J. G. Williams, D. R. Moore, and A. Pavan. *Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers Adhesives and Composites*, volume 28. Oxford, UK,ESIS Publication edition, 2001.
- [14] T.L. Anderson. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. Taylor and Francis Group, Florida, USA, 3rd edition, 1991.
- [15] Air Force Growth (www.Afgrow.net). *Handbook for Damage Tolerant Design*. Fracture Mechanics and Fatigue Crack Growth Analysis software tool, 2009.
- [16] R. W. Hertzberg, R. P. Vinci, and J. L. Hertzberg. *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*. John Wiley and Sons, 5th edition, 2012.
- [17] American Society for Testing and Materials. ASTM D 5528, Standard Test Method for Mode I Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites. 2001.
- [18] American Society for Testing and Materials. ASTM D 6115, Standard Test Method for Mode I Fatigue Delamination Growth Onset of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites. 1997.
- [19] Japanese Standards Association (JSA). JIS K 7086:1993, Testing Methods for Interlaminar Fracture Toughness of Carbon Fibre Reinforced Plastics, 1993.
- [20] Aerospace and Defence Industries Association of Europe - Standardization. Aerospace series carbon fibre reinforced plastics test method determination of interlaminar fracture toughness energy mode I - G_{IC} .1995.
- [21] International Organization for Standardization. ISO 15024:2001, Fibre-reinforced plastic composites .Determination of mode I interlaminar fracture toughness, G_{IC} , for unidirectionally reinforced materials, 2001.
- [22] P. Davies, B. R. K. Blackman, and A. J. Brunner. Standard test methods for delamination resistance of composite materials: current status. *Applied Composite Materials*, 5:345 – 364, 1998.
- [23] P. Davies, C. Moulin, H. H. Kausch, and M. Fisher. Measurement of G_{IC} and G_{IIC} in carbon/epoxy composites. *Composites Science and Technology*, 39:193 – 205, 1990.

- [24] P. Davies, W. J. Cantwell, and H. H. Kausch. Measurement of initiation values of G_{IC} in IM6/PEEK composites. *Composites Science and Technology*, 35:301 – 313, 1989.
- [25] R. H. Martin. Effect of initial delamination on G_{IC} and G_{Ith} values obtained from glass/epoxy double cantilever beam tests. *American Society for Composites 3rd Technical Conference*, pages 688 – 701, 1988.
- [26] P. Davies and O. Brunellière. Effect of defects on interlaminar fracture of glass fibre-reinforced polyester composites. *Journal of Material Science Letters*, 12:427 – 429, 1992.
- [27] M. Hojo, K. Kageyama, and K. Tanaka. Prestandarization study on mode I interlaminar fracture toughness test for CFRP in Japan. *Composites*, 26(4):243–255, 1995.
- [28] T. K. O'Brien and R. H. Martin. Round Robin testing for mode I interlaminar fracture toughness of composite materials. *Journal of Composites Technology and Research*, 15(4):427–429, 1993.
- [29] A. J. Brunner. Experimental aspects of mode I and mode II fracture toughness of fibre-reinforced polymer-matrix composites. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 185:161 – 172, 2000.
- [30] R. Olsson, J. C. Thesken, F. Brandt, N. Jönsson, and S. Nilsson. Investigations of delamination criticality and the transferability of growth criteria. *Composite Structures*, 36:221 – 247, 1996.
- [31] M. Todo and P. Y. B. Jar. Study of mode I interlaminar crack growth in DCB specimen of fibre reinforced composites. *Composite Science and Technology*, 58:105 – 118, 1998.
- [32] D. Stevanovic, P. Y. B. Jar, S. Kalyanasundaram, and A. Lowe. On crack initiation conditions for mode I and mode II delamination testing of composite materials. *Composite Science and Technology*, 60:1879 – 1887, 2000.
- [33] W. Johnson and P. Mangalgiri. Investigation of fiber bridging in double cantilever beam specimens. *Journal of Composites Technology and Research*, 9(1):10–13, 1987.
- [34] B. F. Sørensen. Large-scale bridging in composites: R-curves and bridging laws. *Composites Part A*, 29A:1443–1451, 1998.

- [35] G. Bao and Z. Suo. Remarks on crack-bridging concepts. *Applied Mechanics Reviews*, 45(8):355–366, 1992.
- [36] S. Spearing and A. Evans. The role of fiber bridging in the delamination resistance of fiber reinforced composites. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(9):2191–2199, 1992.
- [37] B. Cox and D. Marchall. Concepts for bridged crack in fracture and fatigue. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(2):341–363, 1994.
- [38] Z. Suo, G. Bao, and B. Fan. Delamination R-Curve phenomena due to damage. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 40:1–16, 1992.
- [39] J. R. Gregory and S. M. Spearing. A fiber bridging model for fatigue delamination I composite materials. *Acta Materialia*, 52(19):5493–5502, 2004.
- [40] A. J. Brunner, B. R. K. Blackman, and J. G. Williams. Calculating a damage parameter and bridging stress from G_{IC} delamination tests of fibre composites. *Composites Science and Technology*, 66:785–795, 2006.
- [41] L. Sorensen, J. Botsis, Th. Gmür, and L. Humbert. Bridging tractions in mode I delamination: measurements and simulations. *Composites Science and Technology*, 68(12):2350–2358, 2008.
- [42] M. F. S. F. de Moura, R. D. S. F. Campilho, A. M. Amaro, and P. N. B. Reis. Interlaminar and intralaminar fracture characterization of composites under mode I loading. *Composites Structures*, 92:144–149, 2010.
- [43] A. B. de Morais. A new fibre bridging based analysis of the Double Cantilever Beam (DCB) test. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 42(10):1361–1368, 2011.
- [44] M. Heidari-Rarani, M. M. Shokrieh, and P. P. Camanho. Finite element modeling of mode I delamination growth in laminated DCB specimens with R-curve effects. *Composites: Part B*, 45:897–903, 2013.
- [45] A. B. De Morais, M. F. de Moura, A. T. Marques, and P. T. de Castro. Mode I interlaminar fracture of carbon/cross-ply composites. *Composite Science and Technology*, 62:679 – 686, 2002.
- [46] A. B. Pereira and A. B. de Morais. Mode I interlaminar fracture of carbon/epoxy multidirectional composites. *Composite Science and Technology*, 64:2261 – 2270, 2004.

- [47] K. Y. Rhee, S. K. Koh, and J. H. Lee. Mode I fracture resistance characteristics of graphite/epoxy laminated composites. *Polymer Composites*, 21:155 – 164, 2000.
- [48] M. M. Shokrieh, M. Heidari-Rarani, and M. R. Ayatollahi. Delamination R-curve as a material property of unidirectional glass/epoxy composites. *Materials and Design*, 34:211 – 218, 2012.
- [49] M. M. Shokrieh, M. Salamat-Talab, and M. Heidari-Rarani. Effect of initial crack length on the measured bridging law of unidirectional E-glass/epoxy double cantilever beam specimens. *Materials and Design*, 55:605 – 611, 2014.
- [50] M. M. Shokrieh, M. Heidari-Rarani, and M. R. Ayatollahi. Interlaminar fracture toughness of unidirectional DCB specimens: A novel theoretical approach. *Polymer Testing*, 31:68 – 75, 2012.
- [51] F. Brandt. New load introduction concept for improved and simplified delamination beam testing. *Experimental Techniques*, 2(1):17 – 20, 1998.
- [52] N. Blanco, E. K. Gamstedt, and J. Costa. Mechanical hinge system for delamination tests in beam-type composite specimens. *Composites Science and Technology*, 68:1837–1842, 2008.
- [53] J. Vicens, I. Baraibar, , G. Blanco, J. Viña, F. Cabrerizo, and B. Corbella. Ensayo de doble viga en voladizo para la propagación de grietas interlaminares en modo I en materiales compuestos: estudio experimental comparativo entre laboratorios. *Acta del VI Congreso Nacional de Materiales Compuestos*, 1:551–518, 2005.
- [54] J. Vicens, B. Corbella, N. Blanco, J. Costa, A. Argüelles, and J. Viña. New mechanical fixtures for load introduction in DCB tests: design and performance. *Composites Testing and Model Identification*, 2006.
- [55] J. Renart, N. Blanco, E. Pajares, J. Costa, S. Lazcano, and G. Santacruz. Side Clamped Beam (SCB) hinge system for delamination tests in beam-type composite specimens. *Composites Science and Technology*, 71:1023–1029, 2011.
- [56] J. Viña, A. Argüelles, A. López, V. Mollón, and J. Bonhomme. Influence of the loading system on mode I delamination results in carbon-epoxy composites. *Experimental Techniques*, 38:53–58, 2014.

- [57] A. Szekrényes. Overview on the experimental investigations of the fracture toughness in composite materials, MET-020507-A. *Hungarian Electronic Journal of Sciences*, 2002.
- [58] A. B. Morais, C. C. Rebelo, A. T. Marques P. M. S. T. de Castro, and P. Davies. Interlaminar fracture studies in Portugal: past, present and future. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 27:767 – 773, 2004.
- [59] S. Solaimurugan and R. Velmurugan. Influence of in-plane fibre orientation on mode I interlaminar fracture toughness of stitched glass/polyester composites. *Composites Science and Technology*, 68:1742 – 1752, 2008.
- [60] A. B. Pereira, A. B. de Morais, M. F. de Moura, and A. G. Magalhaes. Mode I interlaminar fracture of woven glass/epoxy multidirectional composites. *Composites Part A*, 36:1119 – 1127, 2005.
- [61] T. A. Sebaey, N. Blanco, J. Costa, and C. S. Lopes. Characterization of crack propagation in mode I delamination of multidirectional CFRP laminates. *Composites Science and Technology*, 72:1251 – 1256, 2012.
- [62] T. A. Sebaey, N. Blanco, C. S. Lopes, and J. Costa. Numerical investigation to prevent crack jumping in double cantilever beam tests of multidirectional composite laminates. *Composites Science and Technology*, 71:1587 – 1592, 2011.
- [63] M. D. Gilchrist and N. Svensson. A fractographic analysis of delamination within multidirectional carbon/epoxy laminates. *Composites Science and Technology*, 55:195 – 207, 1995.
- [64] M. S. Mohamed Rehan, J. Rousseau, X. J. Gong, L. Guillaumat, and J. S. M. Ali. Effects of fiber orientation of adjacent plies on the mode I crack propagation in a carbon/epoxy laminates. *Procedia Engineering*, 10:3179 – 3184, 2011.
- [65] J. Schön, T. Nyman, A. Blom, and H. Ansell. A numerical and experimental investigation of delamination behaviour in the DCB specimen. *Composites Science and Technology*, 60:173 – 184, 2000.
- [66] K. Shivakumar, H. Chen, F. Abali, D. Le, and C. Davis. A total fatigue life model for mode I delaminated composites laminates. *International Journal of Fatigue*, 26:33–42, 2006.

- [67] M. T. Bashar, U. Sundararaj, and P. Mertiny. Mode-I interlaminar fracture behaviour of nanoparticle modified epoxy/basalt fibre-reinforced laminates. *Polymer Testing*, 32:402–412, 2013.
- [68] K. Almuhammadi, M. Alfano, Y. Yang, and G. Lubineau. Analysis of interlaminar fracture toughness and damage mechanisms in composite laminates reinforced with sprayed multi-walled carbon nanotubes. *Materials and Design*, 53:921–927, 2014.
- [69] A. Korjakin and R. Rikards. Comparative study of interlaminar fracture toughness of GFRP with different surface treatments. *Journal of Reinforced Plastic and Composites*, 19:793 – 806, 1998.
- [70] S. Deng and L. Ye. Influence of fiber-matrix adhesion on mechanical properties of graphite/epoxy composites: II. Interlaminar fracture and inplane shear behavior. *Journal of Reinforced Plastic and Composites*, 18:1041 – 1057, 1999.
- [71] A. F. Gill, P. Robinson, and S. Pinho. Effect of variation in fibre volume fraction on modes I and II delamination behavior of 5HS woven composites manufactured by RTM. *Composites Science and Technology*, 69:2368 – 2375, 2009.
- [72] J. R. Gregory and S. M. Spearing. Constituent and composite quasi-static and fatigue fracture experiments. *Composites Part A*, 36:665 – 674, 2005.
- [73] D. Hunston, R. Moulton, N. Johnston, and W. Bascom. Matrix resin effects in composite delamination: mode I fracture aspects. *Toughened Composites, ASTM STP 937*, pages 74 – 94, 1987.
- [74] S. Lee. Correlation between resin material variables and transverse cracking in composites. *Journal of Material Science*, 19:2278 – 2288, 1984.
- [75] J. Ivens, H. Albertsen, M. Wevers, I. Verpoest, and P. Peters. Interlaminar fracture toughness of CFRP influenced by fibre surface treatment. Part 2. Modelling of the interfacial effect. *Composite Science and Technology*, 54:147 – 159, 1995.
- [76] J. Gregory and S. Spearing. Delamination initiation predictions from constituent behaviour. *14th International Conference on Composite Materials*, 2003.

- [77] H. Chai. On the correlation between the mode I failure of adhesive joints and laminated composites. *Engineering Fracture Mechanics*, 24(3):413 – 431, 1986.
- [78] J. Reeder, D. Allen, and W. Bradley. Effect of elevated temperature and loading rate on delamination fracture toughness. *NASA, Langley Research Center*, 2003.
- [79] D. Stevanovic, S. Kalyanasundaram, A. Lowe, and P. Y. B. Jar. Mode I and mode II delamination properties of glass/vinyl-ester composite toughened by particulate modified interlayers. *Composite Science and Technology*, 63:1949 – 1964, 2003.
- [80] M. Hojo, S. Matsuda, M. Tanaka, S. Ochiai, and A. Murakami. Mode I delamination fatigue properties of interlayer-toughened CF/epoxy laminates. *Composite Science and Technology*, 66:665 – 675, 2006.
- [81] M. Hojo, T. Ando, M. Tanaka, T. Adachi, S. Ochiai, and Y. Endo. Mode I and II interlaminar fracture toughness and fatigue delamination of CF/epoxy laminates with self-same epoxy interleaf. *International Journal of Fatigue*, 28:1154 – 1165, 2006.
- [82] A. Argüelles, J. Viña, A. Fernández-Canteli, and A. López. Influence of the matrix type on the mode I fracture of carbon-epoxy composites under dynamic delamination. *Experimental Mechanics*, 51:293 – 301, 2011.
- [83] A. Argüelles, J. Viña, A. Fernández-Canteli, I. Viña, and J. Bonhomme. Influence of the matrix constituent on mode I and mode II delamination toughness in fiber-reinforced polymer composites under cyclic fatigue. *Mechanics of Materials*, 43:62 – 67, 2011.
- [84] G. Yaniv and I. M. Daniel. Height tapered double cantilever beam specimen for study of rate effects on fracture toughness of composites. *Composite Materials. Testing and Design*, ASTM STP 972, 1986.
- [85] A. A. Aliyu and I. M. Daniel. Effects of strain rate on delamination fracture toughness of graphite/epoxy. *Delamination and Bonding of Materials*, ASTM STP:336 – 348, 1985.
- [86] T. Kusaka, M. Hojo, Y. Mai, T. Kurokawa, T. Nojima, and S. Ochiai. Rate dependence of mode I fracture behaviour in carbon fibre/epoxy composite laminates. *Composite Science and Technology*, 58:591 – 602, 1998.

- [87] K. Gong, Z. Li, and W. Qin. Influence of loading rate on dynamic fracture behavior of fiber-reinforced composites. *Acta Mechanica Solida Sinica*, 21(5):457 – 460, 2008.
- [88] C.-G. Gustafson and M. Hojo. Delamination fatigue crack growth in unidirectional graphite/epoxy laminates. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 6:36 – 52, 1987.
- [89] M. Hojo, K. Tanaka, C.-G. Gustafson, and R. Hayashi. Delamination fatigue crack growth in unidirectional graphite/epoxy laminates. *Composites Science and Technology*, 29:273 – 292, 1987.
- [90] M. Hojo, S. Matsuda, and S. Ochiai. Delamination fatigue crack growth in CFRP laminates under mode I and II loading - effect of mesoscopic structure on fracture mechanism-. *Proceedings of International Conference on Fatigue Composites*, 1:15 – 26, Paris,1997.
- [91] J. Anderson, M. Hojo, and S. Ochiai. Empirical model for stress ratio effect on fatigue delamination growth rate in composite laminates. *International Journal of Fatigue*, 26:597 – 604, 2004.
- [92] K. Shivakumar, H. Chen, F. Abali, D. Le, and C. Davis. A total fatigue life model for mode I delaminated composite laminates. *International Journal of Fatigue*, 28:33 – 42, 2006.
- [93] A. Turon, J. Costa, P. P. Camanho, and C. G. Dávila. Simulation of delamination in composites under high cycle fatigue. *Composites Part A*, 38(11):2270 – 2282, 2007.
- [94] A. Argüelles, J. Viña, A. F. Canteli, M. A. Castrillo, and J. Bonhomme. Interlaminar crack initiation and growth rate in a carbon-fibre epoxy composite under mode-I fatigue loading. *Composite Science and Technology*, 68:2325 – 2331, 2008.
- [95] S. Pagés, J. Costa, J. A. Mayugo, and N. Blanco. Tratamiento de la fatiga en el diseño estructural con materiales compuestos. *VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos*, pages 831–837, 2003.
- [96] I. Maillet, L. Michel, G. Rico, M. Fressinet, and Y. Gourinat. A new test methodology based on structural resonance for mode I fatigue delamination growth in an unidirectional composite. *Composites Structures*, 97:353 – 362, 2013.

- [97] D. Sans, J. Renart, J. Costa, N. Gascons, and J. A. Mayugo. Assessment of the influence of the crack monitoring method in interlaminar fatigue tests using fiber Bragg grating sensors. *Composites Science and Technology*, 84:44 – 50, 2013.
- [98] S. Stutz, J. Cugnoni, and J. Botsis. Crack-fiber sensor interaction and characterization of the bridging tractions in mode I delamination. *Engineering Fracture Mechanics*, 78(6):890 – 900, 2001.
- [99] J. A. Espaarachichi, J. Canning, and M. Steveson. The response of embedded NIR (830 nm) fiber Bragg grating sensors in glass fiber composites under fatigue loading. *Journal of Composite Materials*, 44(7):809 – 819, 2010.
- [100] Y. Uematsu, T. Kitamura, and R. Ohtani. Delamination behavior of a carbon-fiber-reinforced thermoplastic polymer at high temperatures. *Composite Science Technology*, 53:333 – 341, 1995.
- [101] K. D. Cowley and P. W. R. Beaumont. The interlaminar and intralaminar fracture toughness of carbon-fibre/polymer composites: the effect of temperature. *Composites Science and Technology*, 57:1433 – 1444, 1997.
- [102] I. A. Ashcroft, D. J. Hughes, and S. J. Shaw. Mode I fracture of epoxy bonded composite joints: 1. Quasi-static loading. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 21(2001):87 – 99, 2001.
- [103] I. A. Ashcroft, D. J. Hughes, and S. J. Shaw. Mode I fracture of epoxy bonded composite joints: 2. Fatigue loading. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 22(2002):151 – 167, 2002.
- [104] A. Sjögren and L. E. Asp. Effects of temperature on delamination growth in a carbon/epoxy composite under fatigue loading. *International Journal of Fatigue*, 24:179 – 184, 2002.
- [105] L. E. Asp. The effects of moisture and temperature on the interlaminar delamination toughness of a carbon/epoxy composite. *Composite Science and Technology*, 58:967 – 977, 1998.
- [106] M. Juntti, L. E. Asp, and R. Olsson. Assessment of evaluation methods for the mixed-mode bending test. *Journal of Composites Technology and Research*, 21:37 – 48, 1999.

- [107] M. M. Pavlick, M. S. Oliver, and W. S. Johnson. Interlaminar fracture toughness and thickness effects of IM7/977-2 composites in a cryotank environment. *Proceedings of the American Society for Composites 19th Technical Conference*, pages 17 – 20.
- [108] F. Perrin, M. N. Bureau, J. Denault, and J. I. Dickson. Mode I interlaminar crack propagation in continuous glass fiber/polypropylene composites: temperature and molding condition dependence. *Composites Science and Technology*, 63:597 – 607, 2003.
- [109] S. G. Kalarikkal, B. V. Sankar, and P. G. Ifju. Effect of cryogenic temperature on the fracture toughness of graphite/epoxy composites. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 128:151 – 157, 2006.
- [110] M. Sumikawa, Y. Shindo, T. Takeda, F. Narita, S. Takano, and K. Sanada. Analysis of mode I interlaminar fracture and damage behavior of GFRP woven laminates at cryogenic temperatures. *Journal of Composite Materials*, pages 1 – 14, 2005.
- [111] Y. Shindo, K. Horiguchi, S. Mujamai, and D. Shinohe. Effect of mixed-mode ratio on cryogenic interlaminar fracture toughness of woven fabric glass/epoxy laminates. *Advances in Cryogenic Engineering*, 50:224 – 231, 2004.
- [112] Y. Shindo, A. Inamoto, and F. Narita. Characterization of mode I fatigue crack growth in GFRP woven laminates at low temperatures. *Acta Materialia*, 53:1389 – 1396, 2005.
- [113] Y. Shindo, A. Inamoto, F. Narita, and K. Horiguchi. Mode I fatigue delamination growth in GFRP woven laminates at low temperatures. *Engineering Fracture Mechanics*, 73:2080 – 2090, 2006.
- [114] Y. Shindo, M. Miura, T. Takeda, F. Narita, and S. Watanabe. Piezoelectric control of delamination response in woven fabric composites under mode I loading. *Acta Mechanica*, 224:1315 – 1322, 2013.
- [115] Y. Shindo, S. Watanabe, T. Takeda, M. Miura, and F. Narita. Controllability of cryogenic mode I delamination behavior in woven fabric composites using piezoelectric actuators. *Engineering Fracture Mechanics*, 102:171 – 179, 2013.

- [116] L. A. L. Franco, M. L. A. Graça, and F. S. Silva. Fractography analysis and fatigue of thermoplastic composite laminates at different environmental conditions. *Material Science and Engineering, Part A*, 488:505 – 513, 2008.
- [117] B. D. Davidson, M. Kumar, and M. A. Soffa. Influence of mode ratio and hygrothermal condition on the delamination toughness of a thermoplastic particulate interlayered carbon/epoxy composite. *Composites: Part A*, 40:67 – 79, 2009.
- [118] B. D. Davidson, M. A. Soffa, and M. Kumar. Temperature and moisture effects in a particulate interlayered composite: mode I data reduction and toughness. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 28(17):2049 – 2068, 2009.
- [119] R. Selzer and K. Friedrich. Mechanical properties and failure behavior of carbon-fibre resinforced polymer composites under the influence of moisture. *Composites Part A*, 28A:595 – 604, 1997.
- [120] G. M. Cândido, M. L. Costa, M. C. Rezende, and S. F. M. Almeida. Hygrothermal effects on quasi-isotropic carbon epoxy laminates with machined and molded edges. *Composites Part B*, pages 490 – 496, 2008.
- [121] American Society for Testing and Materials. ASTM D 3039/ D3039M-08, Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. 2008.
- [122] American Society for Testing and Materials. ASTM D 3518-76, Standard recommended practice for in plane shear stress-strain response of unidirectional reinforced plastics. 1976.
- [123] American Society for Testing and Materials. ASTM D5229/ D5229M-92, Standard Test Method for Moisture Absorption Properties and Equilibrium Conditioning of Polymer Matrix Composite Materials. 2010.
- [124] Ye Zhu. Characterization of interlaminar fracture toughness of a carbon/epoxy composite material. Master's thesis, The Pennsylvania State University, 2009.
- [125] T. de Kalbermatten, R. Jaggi, P. Flueler, H. H. Kausch, and P. Davies. Microfocus radiography studies during mode I interlaminar fracture tests of composites. *Journal of Materials Science Letters*, 11:543–546, 1992.

- [126] P. Flueler and A. J. Brunner. Crack propagation in fiber-reinforced composite materials analysed with in-situ microfocal radiography and simultaneous acoustic emission monitoring. *Proceedings Composites Testing and Standardisation. ECCM CTS*, pages 385–394, 1992.
- [127] American Society for Testing Materials. ASTM E 399-90. Standard Test Method for Plane Strain Fracture Toughness of Metallic Materials. 1997.
- [128] J. G. Williams. A Linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM) Standard for Determining K_c and G_c for Plastics. *Testing Protocol prepared for ESIS-TC4*, 1990.
- [129] P. Davies. Round Robin analysis of G_{IC} interlaminar fracture test. *Applied Composite Materials*, 3:135–140, 1996.
- [130] J.P. Berry. Determination of fracture surface energies by the cleavage technique. *Journal of Applied Physics*, 34(1):62–68, 1963.
- [131] D. J. Wilkins, J. R. Eisenmann, R. A. Camin, W. S. Margolis, and R. A. Benson. Characterizing delamination growth in graphite-epoxy. *Delamination and Debonding Materials, ASTM STP 775, American Society for Testing Materials*, pages 315–335, 1982.
- [132] L. E . Asp, A. Sjögren, and E. S. Greenhalgh. Delamination growth and thresholds in a carbon/epoxy composite under fatigue loading. *Journal of Composite Technology and Research*, 32(2):55 – 68, 2001.
- [133] T. D. Kalbermatten, R. Jäggi, P. FLüeler, H. H. Kausch, and P. Davies. Microfocus radiography studies during mode I interlaminar fracture tests on composites. *Journal of Materials Science Letters*, 11(9):543–546, 1992.
- [134] W. S. Johnson, M. M. Pavlick, and M. S. Oliver. Determination of interlaminar toughness of IM7/977-2 composites at temperature extremes and different thickness. *NASA, Georgia Institute of Technology*, 2005.
- [135] E. Castillo and A. Fernández Canteli. A general regression model for lifetime evaluation and prediction. *International Journal of Fracture*, 107:117 – 137, 2001.
- [136] E. Castillo, A. Fernández Canteli, H. Pinto, and M. López Aenlle. A general regression model for statistical analysis of strain life fatigue data. *International Journal of Fracture*, 62:3639 – 3642, 2008.

- [137] A. J. Brunner, N. Murphy, and G. Pinter. Development of a standardized procedure for characterization of interlaminar delamination propagation in advanced composites under fatigue mode I loading conditions. *Engineering Fracture Mechanics*, 76(18):2678–2689, 2009.
- [138] S. Singh and E. Greenhalgh. Mixed-mode delamination growth in carbon-fibre composites under fatigue loading. *Defence Research Agency*, 1996.
- [139] R. H. Martin and G. B. Murri. Characterization of mode I and mode II delamination growth and thresholds in graphite/PEEK composites. *National Aeronautics and Space Administrations*, NASA TM 100577, 1988.
- [140] T. K. O'Brien. Generic aspects of delamination in fatigue composites. *Journal of the American Helicopter Society*, 32:13–18, 1987.
- [141] E. S. Greenhalgh and M. J. Hiley. Fractography of polymer composites: current status and future issues. *Proceedings of the 13th European conference on composite materials (ECCM13)*, 2008.
- [142] K. Friedrich. Applications of fracture mechanics to composite materials. *Composites Materials Series*, 6:365, 1989.
- [143] W. J. Cantwell and A. C. Roulin-Moloney. Fractography and failure mechanisms of polymers and composites. *Elsevier Applied Science*, 1989.
- [144] M. Barikani, H. Saidpour, and M. Sezen. Mode-I interlaminar fracture toughness in unidirectional carbon-fibre/epoxy composites. *Iranian Polymer Journal*, 11(6):413–423, 2002.
- [145] D. Purslow. Matrix Fractography of Fibre Reinforced Epoxy Composites. *Composites*, 17:289 – 303, 1986.
- [146] B. W. Smith, R. A. Grove, and T. Minns. Failure analysis of composite structure materials. *Boeing Military Aircraft. Co*, 1986.
- [147] M. F. Hibbs and W. L. Bradley. Correlations between micromechanical failure processes and the delamination toughness of graphite/epoxy systems. *Fractography of Modern Engineering Materials: Composites and Metals, ASTM STP 948*, 1:68–97, 1986.
- [148] A. J. Russell and K. N. Street. Factors affecting the interlaminar fracture energy of graphite/epoxy laminates. *Progress in Science and Engineering of Composites*, 1:279–286, 1982.

- [149] W. D. Bascom, D. J. Boll, B. Fuller, and P. J. Phillips. Fractography of the interlaminar fracture of carbon-fibre epoxy composites. *Journal of Material Science*, 20:3184–3190, 1985.
- [150] L. Arcan, M. Arcan, and I. M. Daniel. SEM fractography of pure and mixed mode interlaminar fractures in graphite/epoxy composites. *Fractography of Modern Engineering Materials*, page 41, 1987.
- [151] R. E. Robertson and V. E. Mindroiu. The stacked lamellar texture on the fracture surfaces of fiber composites. *Journal of Materials Science*, 20:289, 1985.
- [152] T. Johannesson, P. Sjoblom, and R. Selden. The detailed structure of delamination fracture surfaces in graphite/epoxy laminates. *Journal of Materials Science*, 19:1171, 1984.
- [153] V. Mollón, J. Bonhomme, J. Viña, A. Argüelles, and A. Fernández-Canteli. Influence of the principal tensile stresses on delamination fracture mechanisms and their associated morphology for different loading modes in carbon/epoxy composites. *Composites: Part B*, 43:1676–1680, 2012.
- [154] B. W. Smith and R. A. Grove. Determination of crack propagation directions in graphite/epoxy structures. *Fractography of Modern Engineering Materials, STP 948, ASTM*, 1:154–173, 1987.
- [155] G. E. Morris. Determining fracture directions and fracture origins on failed graphite/epoxy surfaces. *Nondestructive Evaluation and Flaw Criticality for Composite Materials*, 1979.
- [156] K-Y. Kim and L. Ye. Interlaminar fracture toughness of CF/PEI composites at elevated temperatures: roles of matrix toughness and fibre/matrix adhesion. *Composites: Part A*, 35:477–487, 2004.