

Determinación de la respuesta a fatiga de GLARE (Glass Reinforced Laminate) reforzado con nanotubos de carbono

Determination of the fatigue response of GLARE (Glass Reinforced Laminate) reinforced with carbon nanotubes

C. Valderrama¹, R. Solís², A. Artigas^{3,4}, A. Monsalve^{3,4}

¹Academia Politécnica Aeronáutica, Fuerza Aérea de Chile.

²CIDCA, Fuerza Aérea de Chile.

³Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ingeniería, Universidad de Santiago de Chile.

⁴Programa de Integridad Estructural.

alberto.monsalve@usach.cl

Resumen

Se investigó la respuesta a fatiga de GLARE (Glass Reinforced Laminate) fabricado con resina epóxica reforzada con nanotubos de carbono (NTC). Para la fabricación del Glare se utilizó Al 2024-T3, fibra de vidrio S2-5433, resina epóxica L20 y endurecedor EPH-161. Se usaron NTC comerciales. Las muestras se prepararon íntegramente en el taller de materiales compuestos de la Empresa Nacional de Aeronáutica (ENAER). Se utilizaron probetas rectangulares de 50 x 140 mm de acuerdo a la norma ASTM E647. Con el fin de reforzar la resina epóxica utilizada, se agregaron NTC en las dosificaciones de 0,5 y 1% en peso. Se determinaron las curvas carga versus número de ciclos utilizándose cinco niveles de carga y tres probetas por cada nivel. Se determinaron las curvas de Paris para cada una de las configuraciones fabricadas, determinándose los coeficientes C y m. La metodología experimental consideró en todos los casos una perforación circular de 7,7 mm de diámetro en el centro de cada probeta, dos entallas ubicadas perpendiculares al eje de aplicación de carga de 2 mm y una grieta de 3 mm de longitud. Los resultados se compararon con los resultados obtenidos con GLARE fabricado sin refuerzo a través de ensayos de fatiga, obteniéndose en todos los niveles una mejora en la vida a fatiga.

Palabras Clave: GLARE; Nanotubos de Carbono; Fatiga; Curva de Paris.

Abstract

The fatigue behaviour of GLARE (Glass Reinforced Laminate) fabricated with an epoxy resin reinforced with carbon nanotubes was investigated. 2024-T3 aluminum alloy, glass fiber S2-4533, L20 epoxy resin and EPH-161 hardener were used. Commercial CNT were added to epoxy resin. Samples were prepared in composite materials laboratory of "Empresa Nacional de Aeronáutica" (ENAER). Rectangular-shaped samples (50x140 mm), in accordance with ASTM E647 standard were tested. In order to reinforce the epoxy resin, 0.5wt% and 1wt% of CNT was added. The load vs number of cycles curve were determined using five load levels and three probes per level. Paris curve for each of the fabricated configurations were plotted, determining the C and m coefficients. The experimental methodology considered in all cases a 7.7 mm diameter hole in the center of the samples, two notches perpendicular to the load direction 2 mm and a precrack of 3 mm in length. The results were compared with those obtained in GLARE without CNT, obtaining in all cases an enhancement in the fatigue behavior in the cases of GLARE reinforced with CNT.

Keywords: GLARE; Carbon Nanotubes; Fatigue; Paris Curve.

Introducción

A partir de los años 80, se han desarrollado principalmente para la industria aeronáutica materiales metálicos reforzados con fibras. El GLARE (Glass Laminate Reinforced), es uno de estos materiales y consiste en láminas de aluminio entre medio de las cuales, se insertan láminas de fibra de vidrio. En la unión de estas láminas se utiliza resina epóxica. Las propiedades mecánicas que presentan estos materiales, son suficientemente elevadas como para que hayan sido ya introducidos a la industria aeronáutica, especialmente por la empresa AIRBUS. En la Figura N° 1 se muestra un esquema del GLARE, donde puede verse la estructura, consistente en capas de aluminio entre las cuales, se introducen láminas de fibra de vidrio (Botelho *et al.*, 2006).

Las láminas de fibra de vidrio a su vez pueden ser fabricadas a partir de un conjunto de láminas unidireccionales según la nomenclatura descrita en la Tabla N° 1. Por ejemplo GLARE 3A significa que cada lámina de fibra de vidrio corresponde a dos capas de fibra, una orientada a 0° y otra a 90° respecto de la dirección de laminación de la lámina de aleación de aluminio. La expresión GLARE 3 2/1 0.4 significa 2 láminas de aleación de Al de 0,4 mm de espesor y 1 lámina de fibra de vidrio de tipo 3A.

Los nanotubos de carbono (NTC) han sido objeto de investigación desde que fueran descubiertos en 1991 por Iijima. Los NTC consisten en tubos delgados y largos que son básicamente láminas de grafeno enrolladas en cilindros y se caracterizan por elevadas

propiedades mecánicas térmicas y eléctricas (Rau-nika *et al.*, 2017), presentando una relación de largo sobre diámetro superior a 106. Su rigidez se encuentra entre las más altas entre los materiales conocidos. Por medio de microscopía de fuerza atómica, se ha medido un módulo de elasticidad de 1TPa con una resistencia tensil (UTS) de 63 GPa (Harris, 2004). En comparación la fibra de carbono presenta un módulo de elasticidad de 800 GPa y la fibra de vidrio de sólo 70 GPa. Además, los nanotubos de carbono pueden deformarse mucho antes de fracturarse, mostrando una gran capacidad de recuperar su forma inicial después de ser deformados. Una de las

Tipo	Dirección de la fibra	Espesor del prepreg (mm)
GLARE 2A	$0^\circ/0^\circ$	0,250
GLARE 2B	$90^\circ/90^\circ$	0,250
GLARE 3	$0^\circ/90^\circ$	0,250
GLARE 4A	$0^\circ/90^\circ/0^\circ$	0,375
GLARE 4B	$90^\circ/0^\circ/90^\circ$	0,375
GLARE 5	$0^\circ/90^\circ/90^\circ/0^\circ$	0,500
GLARE 6	$45^\circ/45^\circ$	-

Tabla N° 1. Tipos de GLARE fabricados de uso comercial.

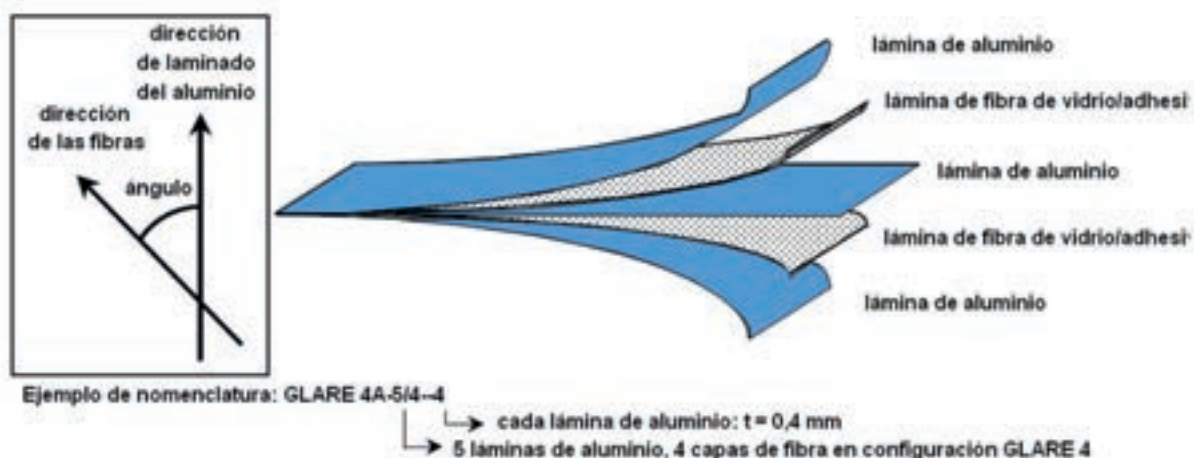


Figura N° 1. Estructura del GLARE mostrando las capas de Al y de fibra de vidrio.

tendencias actuales es la de incorporar NTC a materiales poliméricos con el fin de mejorar las propiedades mecánicas de éstos. A su vez, estos polímeros reforzados con NTC pueden utilizarse en la fabricación de materiales compuestos con propiedades mejoradas a partir del empleo de estos polímeros reforzados.

En el presente trabajo, se busca mejorar aún más las propiedades mecánicas del GLARE, a través del refuerzo de la resina epóxica con partículas de nanotubos de carbono.

Experimental

En el Taller de Materiales Compuestos de la Empresa Nacional de Aeronáutica (ENAER) se fabricó GLARE 3 2/1 0,4, cuyo significado se aclaró en el punto anterior. Las láminas de aluminio correspondieron a la aleación 2024 T3. La resina utilizada correspondió a la resina L 20 con el endurecedor EPH 161, fabricada por la compañía alemana "R&G Faserverbundwerkstoffe GmbH". Se agregaron NTC en concentraciones de 0,5 y 1% en peso. La mezcla de los NTC con el endurecedor se realizó por medios ultrasónicos para evitar la aglomeración de los NTC y seguidamente se agregó el endurecedor a la resina en proporción 1:4. La mezcla obtenida se utilizó para impregnar la fibra de vidrio, que fue la de denominación comercial S2-4533. Seguidamente se realizó la unión de las planchas de aleación de Al y la lámina de fibra de vidrio impregnada con la mezcla de resina, endurecedor y NTC, tras lo cual se realizó el curado de acuerdo a las siguientes condiciones

(Valderrama, 2019): 16 h a 30°C seguido de 8 h a 60°C, ver Figura N° 2.

Para los ensayos de fatiga se utilizó la probeta mostrada en la Figura N° 3a.

Las dimensiones de las probetas utilizadas están basadas en la norma ASTM E647 (ASTM International, 2013). Con el fin de comparar los resultados de ensayos de fatiga con probetas que a futuro serán impactadas balísticamente con munición de calibre 7,62 mm, se realiza una perforación circular de 7,7 mm en el centro de cada una. Con el objeto de asegurar que el crecimiento de grietas por fatiga se realice en los vértices de la perforación, se realizan dos entallas de 2 mm de largo a los largo de un plano ecuatorial de la perforación circular como se muestra en la Figura N° 3b. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de fatiga resonante RUMUL modelo MIKROTRON de 20 kN de capacidad. Con el fin de alejarse de la influencia de la entalla fabricada mediante retiro de material, se hizo crecer la grieta desde 2 hasta 5 mm (es decir se produjo un incremento de 3 mm en la longitud de la grieta a cada lado de la perforación). Enseguida, se contabilizó el número de ciclos necesarios para producir un incremento en la longitud de grieta desde 5 hasta 10 mm como se muestra en la Figura N° 4. En todos los ensayos de fatiga realizados, se utilizó un razón de carga $R=0,5$.

Se obtuvieron curvas carga versus número de ciclos (curvas S-N) y curvas de Paris.



Figura N° 2. Plancha de GLARE durante el proceso de curado.

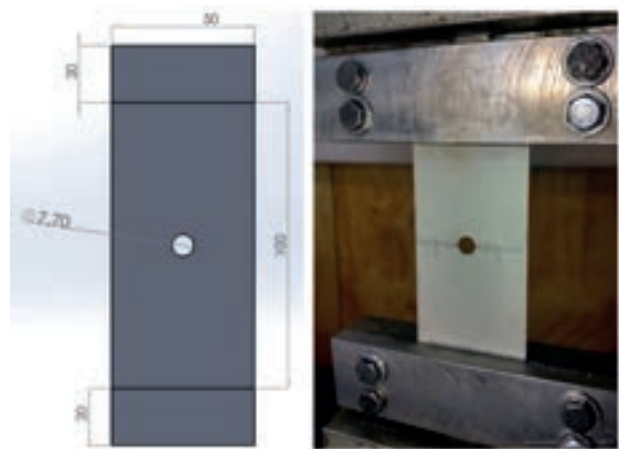


Figura N° 3. (a) Modelo de probeta para ensayo de fatiga según norma ASTM E647; (b) probeta montada en la máquina de fatiga.

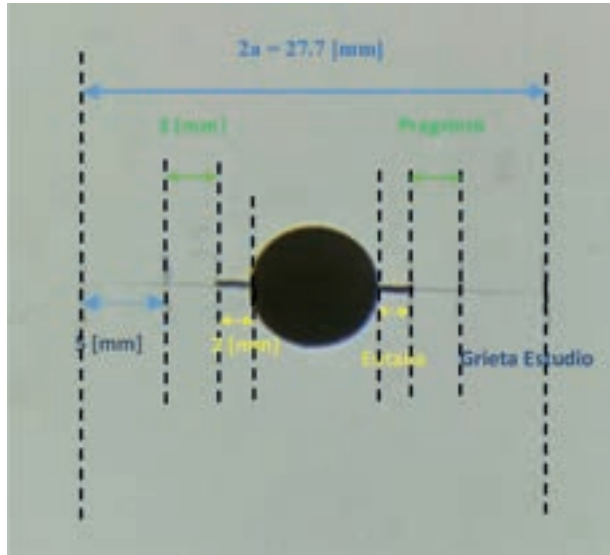


Figura N° 4. Esquema de la medida de crecimiento de grieta durante los ensayos de fatiga.

Resultados y Analisis

Los resultados obtenidos corresponden a: curvas carga-número de ciclos y curvas de Paris.

a) Curvas Carga-Número de Ciclos

Se determinaron las curvas carga versus número de ciclos para las tres dosificaciones de NTC estudiadas: 0, 0,5 y 1% en peso de NTC. Se utilizaron cinco niveles de carga y en cada nivel de carga se ensayaron 3 probetas. Los resultados se muestran en la Figura N° 5, pudiéndose apreciar que a medida que aumenta la dosificación de NTC, las curvas se desplazan hacia la derecha. Esto significa que la adición de NTC a la resina epóxica, mejora el comportamiento a fa-

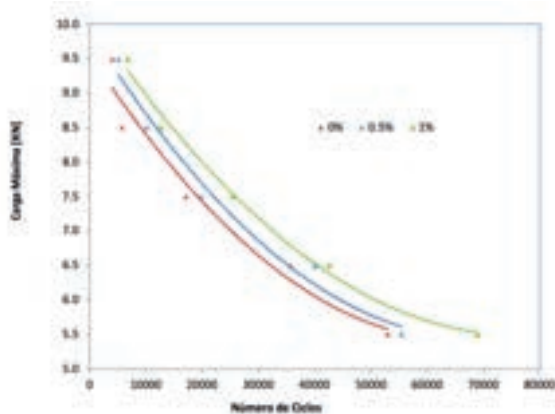


Figura N° 5. Curvas carga máxima versus número de ciclos para las dosificaciones de NTC estudiadas

tiga del material compuesto, resultado que puede explicarse debido al efecto reforzador que genera la adición de NTC, dadas las extraordinariamente altas propiedades mecánicas que presentan.

b) Curvas de Paris

La metodología usada consistió en obtener una tabla de valores de longitud de grieta versus el número de ciclos, luego de lo cual se procedió a ajustar una curva entre ambos valores, ver Figura N° 6. A partir de esta curva se calculó la derivada da/dN .

Para la obtención de la curva de Paris, el valor de ΔK se obtuvo a partir de la relación (ASTM International, 2013):

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B} \sqrt{\frac{\pi a}{2W} \sec \frac{\pi a}{2}} \quad (1)$$

en que ΔP corresponde a $P_{max} - P_{min}$, B es el espesor de la probeta (en este caso 1,7 mm), W es el ancho de la probeta (50 mm) y $a = 2a/W$.

Finalmente se trazó la gráfica $\log(da/dN)$ versus $\log(\Delta K)$ para cada una de las dosificaciones estudiadas, ver Figura N° 7.

A partir de estas curvas fue posible encontrar las pendientes de la zona lineal de la curva, pudiendo deducirse a partir de esta linealización, los coeficientes C y m de la ecuación de Paris: $da/dN = C(\Delta K)^m$. Dichos valores son los que se muestran en la Tabla N° 2. Como se observa, a medida que aumenta la dosificación de NTC, disminuye el coeficiente m , lo que supone que la velocidad de crecimiento de grieta disminuye al aumentar el porcentaje de NTC

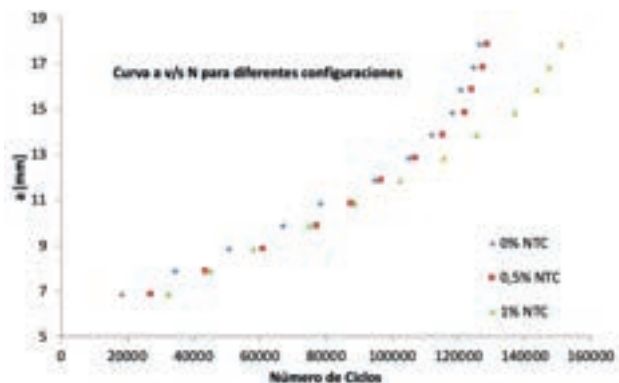


Figura N° 6. Longitud de grieta en función del número de ciclos para las dosificaciones de NTC estudiadas.

	$C \left(\frac{K}{MPa \cdot m^{1/2}} \right)$	m
0% NTC	$7,27 \times 10^{-7}$	2,2082
0,5% NTC	$2,15 \times 10^{-6}$	1,8276
1% NTC	$3,94 \times 10^{-6}$	1,4356

Tabla N° 2. Valores de los coeficientes C y m de la ecuación de Paris para las dosificaciones estudiadas.

agregados. Esto está de acuerdo con los resultados obtenidos para las curvas carga versus número de ciclos mostrados en la Figura N° 5. La disminución en la velocidad de crecimiento de grieta a medida que aumenta la dosificación de NTC agregados se explica por el efecto de refuerzo que generan los NTC, dadas sus elevadas propiedades mecánicas.

La Figura N° 7 muestra además que en los primeros estados de crecimiento de grieta, el efecto retardador en la velocidad de crecimiento de grieta es menos efectivo para las muestras reforzadas con 1% NTC. No está claro a qué se pueda deber este efecto, sin embargo, cuando la grieta se encuentra ya en una etapa de crecimiento más avanzada, la menor velocidad de crecimiento de grieta corresponde a la dosificación de 1% de NTC, seguida de la de 0,5% NTC.

Esto demuestra que la incorporación de NTC a la resina epóxica usada en la fabricación de GLARE, efectivamente retarda el crecimiento de grieta por fatiga.

Lo anterior se ve reflejado también en las curvas de carga versus número de ciclos. En efecto, a medida que aumenta la dosis de NTC añadida, aumenta el número de ciclos necesarios para producir un incremento determinado en la longitud de grieta.

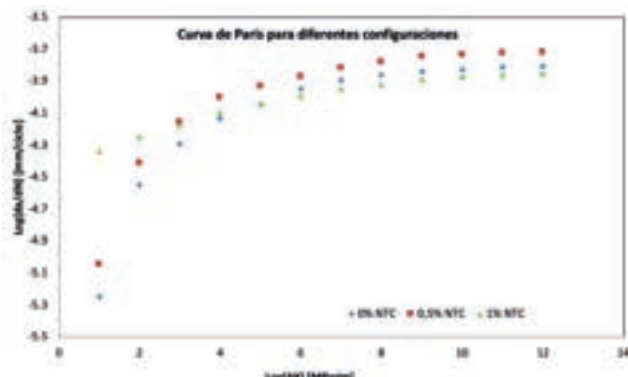


Figura N° 7. Comparación entre las curvas de Paris obtenidas para las dosificaciones estudiadas.

Conclusiones

Se investigó la influencia que ejercen los nanotubos de carbono en la propagación de grietas por fatiga. Se utilizaron dos dosificaciones: 0,5 y 1% en peso de NTC, los que fueron agregados a la resina epóxica usada en la fabricación de GLARE 3 2/1 0,4. El análisis se realizó desde el punto de vista de las curvas carga versus número de ciclos y a través de la curva de Paris.

Se encontró que a medida que aumenta la dosificación de NTC, las curvas de carga versus número de ciclos se desplazan hacia la derecha. Este desplazamiento en las curvas muestra que la incorporación de NTC, mejora el desempeño a fatiga de GLARE.

El estudio además indica que a medida que aumenta la dosificación de NTC, se produce una disminución en la velocidad de crecimiento de grieta por fatiga a altos valores de ΔK , lo que demuestra que el comportamiento a fatiga mejora. Este resultado es concordante con el resultado obtenido a partir de las curvas carga versus número de ciclos.

La mejora en el comportamiento a fatiga encontrado al aumentar la cantidad de NTC agregados, puede deberse a las buenas propiedades mecánicas de los NTC, que generarían un incremento en la resistencia a la propagación de grietas.

Agradecimientos

Los autores desean agradecer a la DICYT (Dirección de Investigaciones Científicas y Tecnológicas) de la Universidad de Santiago de Chile, a la Empresa Nacional de Aeronáutica (ENAER), así como también a AFOSR (Air Force Office for Science and Research), por el financiamiento otorgado y al Programa de Integridad Estructural de la USACH.

Referencias

ASTM International. 2013. E647. Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates.

Botelho EC, Silva RA, Pardini LC, Rezende MC. 2006. A Review on the development and properties of continuous fiber/epoxy/aluminum hybrid composites for aircraft structures. *Materials Research* 9: 247-256. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392006000300002>

Harris PJF. 2004. Carbon nanotubes composites. *International Materials Review* 49: 31-43. <https://doi.org/10.1179/095066004225010505>

Iijima S. 1991. Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature* 354: 56-58. <https://doi.org/10.1038/354056a0>

Raunika A, Aravind Raj S, Jayakrishna K, Sultan MTH. 2017. Carbon nanotube: A review on its mechanical properties and application in aerospace industry. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 270: 012027. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/270/1/012027>

Valderrama C. 2019. Evaluación de la respuesta a fatiga del GLARE con resina reforzada con nanotubos de carbono y sometida a impacto balístico. Tesis, Academia Politécnica Aeronáutica, Chile.