

Trabajo Fin de Máster
Máster Universitario en Ingeniería Aeronáutica

Estudio Experimental de la Influencia del Radio de
las Inclusiones en la Resistencia de Materiales
Compuestos Reforzados con Partículas

Autor: Alejandro Zurita Van Dinter

Tutores: Israel García García

Jesús Justo Estebaranz

Dep. Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras
Escuela Técnica Superior de Ingeniería
Universidad de Sevilla

Sevilla, 2018



Trabajo Fin de Máster
Máster Universitario en Ingeniería Aeronáutica

Estudio Experimental de la Influencia del Radio de las Inclusiones en la Resistencia de Materiales Compuestos Reforzados con Partículas

Autor:

Alejandro Zurita Van Dinter

Tutores:

Israel García García

Profesor Ayudante Doctor

Jesús Justo Estebanz

Profesor Contratado Doctor Interino

Dep. Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras

Escuela Técnica Superior de Ingeniería

Universidad de Sevilla

Sevilla, 2018

Trabajo Fin de Máster: Estudio Experimental de la Influencia del Radio de las Inclusiones en la Resistencia de Materiales Compuestos Reforzados con Partículas

Autor: Alejandro Zurita Van Dinter

Tutor: Israel García García
Jesús Justo Estebaranz

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

Presidente:

Vocales:

Secretario:

Acuerdan otorgarle la calificación de:

Sevilla, 2018

El Secretario del Tribunal

A mi familia

A mis amigos

Agradecimientos

En primer lugar, me gustaría agradecer a mis padres y a mi hermano, Daniel, el apoyo incondicional que me han dado a lo largo de esta etapa, especialmente en los momentos más duros de los primeros años. Ellos son, en gran medida, los responsables de que todo este esfuerzo haya dado finalmente sus frutos.

Quisiera expresar también mi agradecimiento a mis tutores Israel y Jesús, por guiarme a lo largo del desarrollo de este proyecto, por su seguimiento continuo y por el interés que en todo momento han demostrado.

También quiero dar las gracias a todo el personal del LERM por su gran apoyo a lo largo de estos meses: a José Ramón por su asistencia y su paciencia en las gestiones, a Isabel por esos días dedicados a enseñarme los secretos de la reología, y especialmente a Antonio, sin cuya experiencia y consejo no hubiera sido posible la realización de este trabajo. Tampoco me olvido de la ayuda que me han prestado Miguel y el resto de miembros del equipo. Gracias a todos por hacer, además, tan agradables estas mañanas de laboratorio.

Y, por supuesto, agradecer a mis amigos de la Universidad, tanto a los que conocí en aquella residencia de Camas, como a los que acabé conociendo tras horas y horas de compartir clase y facultad, todos los buenos momentos que hemos compartido a lo largo de estos años, que han contribuido a hacer de Sevilla una casa para mí.

Alejandro Zurita Van Dinter

Sevilla, 2018

Resumen

El objetivo principal de este trabajo es la comprobación de la existencia o no de un efecto del tamaño de las partículas que refuerzan un material compuesto en la tensión de rotura del mismo. Con este fin, se han fabricado y ensayado probetas de resina en cuyo interior se encuentra encapsulada una única partícula esférica.

El primer bloque de nuestro estudio se ha centrado en la elección de los materiales de matriz y esfera, así como la búsqueda de un método de fabricación adecuado a las características del problema bajo análisis. Una vez optimizado el proceso, se ha procedido a la fabricación en serie y el ensayo de probetas con esferas de distintos tamaños.

Durante estos ensayos se ha verificado, mediante el uso una cámara de alta velocidad, que el despegue de la interfase matriz-esfera se produce en uno de los polos de esta última, debido a que estos puntos son concentradores de tensiones. Posteriormente se ha realizado un tratamiento e interpretación de los resultados obtenidos, que hemos usado para verificar la existencia del efecto de tamaño.

Finalmente, se ha empleado un modelo teórico basado en un criterio acoplado tensional-energético para corroborar los resultados obtenidos experimentalmente. Las conclusiones alcanzadas son comparadas con las encontradas en la literatura.

Abstract

The main goal of this project is to verify the existence of a size effect of the particles that reinforce a composite material on the tensile strength of such material. To achieve this, resin specimens with a single embedded particle are manufactured and tested.

The first section of our study revolves around the choice of the best materials for the matrix and the particle, as well as the design of a manufacturing process that is adequate for the physical properties of the problem being analyzed. Once the process is optimized, specimens with different sized spheres are series-produced and tested.

During these tests, it is verified, using a high-speed camera, that the debonding of the matrix-sphere interface occurs at one of the poles of such a sphere, as these points act as stress concentrators. The results obtained are subsequently be processed and interpreted, allowing us to verify the presence of a size effect.

Finally, a theoretical model based on a coupled stress-energy criterion is employed to verify the results obtained through the experiments. The conclusions reached are compared with those obtained in the literature.

Índice

Agradecimientos	ix
Resumen	xi
Abstract	xiii
Índice	xv
Índice de Tablas	xix
Índice de Figuras	xxi
1 Introducción	1
1.1. <i>Definición de material compuesto</i>	1
1.2. <i>Clasificación de los materiales compuestos</i>	1
1.3. <i>Materiales compuestos reforzados con partículas</i>	1
1.3.1. <i>Compuestos endurecidos por dispersión</i>	2
1.3.2. <i>Compuestos reforzados con partículas propiamente dichas</i>	3
2 Antecedentes y Objetivos	5
2.1. <i>Antecedentes</i>	5
2.2. <i>Objetivos del estudio</i>	6
2.3. <i>Estructura</i>	6
3 Elección de Materiales	9
3.1. <i>Elección del material de la matriz</i>	9
3.1.1. <i>Resinas de poliéster</i>	9
3.1.2. <i>Resinas viniléster</i>	10
3.1.3. <i>Resinas epoxi</i>	10
3.1.4. <i>Justificación de la elección de la resina epoxi</i>	11
3.1.5. <i>Características técnicas de las resinas epoxi empleadas</i>	12
3.2. <i>Elección del material de la partícula esférica</i>	13
3.2.1. <i>Características mecánicas del material de las esferas</i>	14
4 Caracterización de la Resina Epoxi	15
4.1. <i>Ensayo de viscosidad</i>	15

4.1.1.	Principio de operación	15
4.1.2.	Viscosímetro empleado	15
4.1.3.	Elección de la frecuencia de rotación y el vástago	16
4.1.4.	Procedimiento de operación	17
4.1.5.	Resultados	17
4.2.	<i>Ensayo de tiempo de gelificación</i>	18
4.2.1.	Funcionamiento del reómetro	18
4.2.2.	Breve introducción a la reología	19
4.2.3.	Procedimiento de operación	20
4.2.4.	Resultados	21
4.3.	<i>Caracterización de la resina epoxi Resoltech WWA/WWB4</i>	23
5	Optimización del Proceso de Fabricación	25
5.1.	<i>Definición de objetivos y limitaciones</i>	25
5.2.	<i>Realización de pruebas iniciales</i>	25
5.2.1.	Concepto inicial de molde	25
5.2.2.	Obtención de un cilindro transparente de resina	26
5.3.	<i>Encapsulado de la esfera metálica</i>	28
5.3.1.	Métodos basados en la evolución de la viscosidad de la resina	28
5.3.2.	Métodos basados en el magnetismo	29
5.3.3.	Métodos basados en la sujeción de la esfera	31
5.4.	<i>Subsanado de defectos</i>	31
5.4.1.	Eliminación de grietas	31
5.4.2.	Eliminación de defectos de los polos de la esfera	32
5.5.	<i>Curado en horizontal en tubo de PVC</i>	35
5.6.	<i>Empleo de la resina Resoltech WWA/WWB4</i>	37
6	Fabricación de las Probetas	39
6.1.	<i>Elaboración del molde</i>	39
6.2.	<i>Preparación del conjunto esfera - hilo - soporte</i>	42
6.3.	<i>Preparación y vertido de la colada</i>	44
6.4.	<i>Curado de la resina</i>	46
6.5.	<i>Cilindrado y lijado de las probetas</i>	46
6.5.1.	Cilindrado	46
6.5.2.	Lijado y pulido	48
7	Realización de los Ensayos	49
7.1.	<i>Probetas ensayadas</i>	49
7.1.1.	Probetas para la determinación del efecto de tamaño	50

7.1.2. Probetas para la caracterización del material	52
7.2. Equipos empleados	52
7.2.1. Máquina de ensayos dinámicos INSTRON 8802	52
7.2.2. Máquina universal de ensayos INSTRON 4482	52
7.3. Consideraciones sobre la velocidad de ensayo	53
8 Resultados Experimentales	55
8.1. Observación de la rotura y despegue de la interfase	55
8.2. Caracterización mecánica de la resina Resoltech WWA/WWB4	57
8.3. Estudio de la tensión de rotura de las probetas ensayadas	58
8.3.1. Serie 1	59
8.3.2. Serie 2	60
8.3.3. Serie 3	61
8.3.4. Serie 4	61
8.4. Análisis de la existencia del efecto de tamaño	62
9 Comparación con Resultados Teóricos	65
9.1. Introducción al modelo teórico	65
9.2. Criterio tensional	65
9.3. Criterio energético	66
9.3.1. Método Fisher-Gurland	67
9.3.2. Método Martynenko-Lebedyeva	69
9.4. Hipótesis realizadas	69
9.5. Resultados teóricos y comparación con los resultados experimentales	70
10 Conclusiones y Líneas Futuras	73
10.1. Conclusiones	73
10.2. Líneas futuras	74
Referencias	75
Anexo A: Códigos Matlab Empleados	77

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1–1. Aplicaciones de distintos materiales compuestos reforzados por dispersión	2
Tabla 3–1. Propiedades de los tres tipos de resina considerados	11
Tabla 3–2. Propiedades de rigidez y resistencia de materiales considerados para la esfera	14
Tabla 3–3. Propiedades de rigidez y resistencia de materiales considerados para la esfera	14
Tabla 4–2. Viscosidad máxima (mPa·s) en función de la frecuencia de rotación y del vástago	17
Tabla 4–2. Resultados del estudio de viscosidad aparente de los distintos componentes	18
Tabla 4–3. Viscosidad aparente y densidad de los distintos componentes del sistema Resoltech	23
Tabla 4–4. Reactividad del sistema epoxi Resoltech	23
Tabla 7–1. Propiedades de las probetas de la Serie 1	50
Tabla 7–2. Propiedades de las probetas de la Serie 2	50
Tabla 7–3. Propiedades de las probetas de la Serie 3	51
Tabla 7–4. Propiedades de las probetas de la Serie 4	51
Tabla 7–5. Velocidades empleadas en la realización de los ensayos	54
Tabla 8–1. Caracterización mecánica de la resina epoxi Resoltech WWA/WWB4	58
Tabla 8–2. Tensión de rotura de las probetas ensayadas de la Serie 1	60
Tabla 8–3. Tensión de rotura de las probetas ensayadas de la Serie 2	60
Tabla 8–4. Tensión de rotura de las probetas ensayadas de la Serie 3	61
Tabla 8–5. Tensión de rotura de las probetas ensayadas de la Serie 4	62
Tabla 9–1. Comparativa entre tensiones de rotura teóricas y experimentales	71

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2-1. Progresión del despegue en una probeta sometida a cargas de tracción.	6
Figura 3-1. Estructura molecular básica del poliéster.	9
Figura 3-2. Estructura molecular de un monómero de viniléster.	10
Figura 3-3. Estructura molecular básica de la resina epoxi.	10
Figura 3-4. Componentes del sistema epoxi <i>EL CAIRO</i> .	12
Figura 3-5. Componentes del sistema epoxi <i>Resoltech WWA-WWB4</i> .	13
Figura 4-1. Viscosímetro empleado para las mediciones.	16
Figura 4-2. Reómetro AR-2000 de <i>TA Instruments</i> .	19
Figura 4-3. Representación en función del tiempo de la tensión y la deformación.	19
Figura 4-4. Evolución de las propiedades de la resina sometida a una rampa de temperatura.	21
Figura 4-5. Determinación gráfica del tiempo de gel de la resina a 105°C.	22
Figura 4-6. Determinación gráfica del tiempo de gel de la resina a 60°C.	22
Figura 5-1. Barra maciza de teflón y molde elaborado a partir de ésta.	26
Figura 5-2. Tapón empleado para evitar la pérdida de resina.	27
Figura 5-3. Apariencia del cilindro de resina tras el proceso de pulido.	28
Figura 5-4. Dimensiones del anillo magnético considerado.	29
Figura 5-5. Esquema del funcionamiento de un levitador magnético con control electrónico.	30
Figura 5-6. Aparición de cavidades en la resina debido a la entrada de aire.	32
Figura 5-7. Posibles métodos para la eliminación de burbujas de la resina.	34
Figura 5-8. Conjunto molde-soporte en la posición de curado.	35
Figura 5-9. Comparativa entre los dos soportes de madera empleados a lo largo de las pruebas.	36
Figura 5-10. Probetas con esfera descentrada.	36
Figura 5-11. Probeta obtenida tras la optimización del proceso de fabricación.	37
Figura 6-1. Agarre mediante mordaza del tubo de PVC para situarlo en su posición de corte.	39
Figura 6-2. Sierra para metal y lima empleadas.	39
Figura 6-3. Adhesivo específico para PVC.	40
Figura 6-4. Lijado de los extremos del tubo y posterior pegado de los tapones de PVC.	40
Figura 6-5. Calibre pie de rey empleado para realizar las mediciones.	41
Figura 6-6. Vista general de la taladradora-fresadora y detalle de la posición del molde.	41
Figura 6-7. Desbarbador empleado para el perfeccionamiento del contorno del taladro.	42
Figura 6-8. Aspecto definitivo del molde desechable de PVC.	42
Figura 6-9. Pegamento de contacto para bandas extensométricas.	43
Figura 6-10. Hilo de pescar de 0.3 milímetros y cúter empleado para el corte.	43

Figura 6-11. Conjunto formado soporte metálico, hilo y esfera.	44
Figura 6-12. Báscula empleada para la realización del pesaje.	44
Figura 6-13. Inclinómetro digital empleado.	45
Figura 6-14. Disposición de los moldes previa y posterior al centrado de la esfera.	46
Figura 6-15. Horno de laboratorio empleado para el curado de la resina.	46
Figura 6-16. Torno manual Pinacho S-90/180.	47
Figura 6-17. Distintas fases del cilindrado de una probeta.	47
Figura 6-18. Trapo o rueda de pulido.	48
Figura 6-19. Aspecto definitivo de la probeta tras el proceso de pulido.	48
Figura 7-1. Comparativa del tamaño de las probetas de las distintas series fabricadas.	49
Figura 7-2. Agrupación por series de las probetas fabricadas.	51
Figura 7-3. Probetas fabricadas para la caracterización del material (Serie C).	52
Figura 7-4. Máquina dinámica INSTRON 8802 y detalle del agarre de la probeta.	53
Figura 7-5. Máquina universal INSTRON 4482 y detalle del agarre de la probeta.	53
Figura 8-1. Iniciación y propagación de la grieta en la probeta P6-3.	55
Figura 8-2. Forma de rotura de las distintas probetas de la Serie 2.	56
Figura 8-3. Detalle de la superficie de rotura de la probeta P6-3.	56
Figura 8-4. Iniciación y propagación de la grieta en la probeta P8-1.	57
Figura 8-5. Detalle de la superficie de rotura de la probeta P8-1.	57
Figura 8-6. Diagrama $\sigma - \epsilon$ de las probetas ensayadas de la Serie C.	58
Figura 8-7. Curvas $\sigma - \epsilon$ pertenecientes a las distintas probetas de la Serie 1	59
Figura 8-8. Curvas $\sigma - \epsilon$ pertenecientes a las distintas probetas de la Serie 2	60
Figura 8-9. Curvas $\sigma - \epsilon$ pertenecientes a las distintas probetas de la Serie 3.	61
Figura 8-10. Curvas $\sigma - \epsilon$ pertenecientes a las distintas probetas de la Serie 4.	62
Figura 8-11. Verificación experimental de la existencia del efecto de tamaño.	63
Figura 9-1. Esquema del modelo empleado para analizar la esfera con y sin despegue.	65
Figura 9-2. Criterios tensional y energético para distintos radios de esfera.	70
Figura 9-3. Comparación entre los resultados obtenidos de forma teórica y experimental.	71

1 INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas, los materiales compuestos han ido adquiriendo cada vez más importancia en todo tipo de procesos de fabricación, debido a las numerosas ventajas que ofrecen: excelentes propiedades mecánicas, gran resistencia a las altas temperaturas y a la corrosión, y la posibilidad de fabricar componentes y estructuras más ligeros. Además, es sencillo conseguir propiedades adaptadas a la aplicación concreta en la que se vayan a emplear.

El objetivo de este capítulo introductorio es el establecimiento de una serie de conceptos que son básicos para entender la motivación del presente trabajo. Por ello, tras una definición y clasificación general de los materiales compuestos, se abordarán en mayor profundidad los aspectos clave de los materiales compuestos reforzados con partículas, que son los que centran el enfoque de este estudio.

1.1. Definición de material compuesto

En términos generales, se define un material compuesto como la combinación a escala macroscópica de dos o más materiales, con interfases de separación entre ellos, para formar uno nuevo [1]. El constituyente de refuerzo es embebido en una matriz, generándose un material que, además de combinar las propiedades individuales de cada uno de los constituyentes, adquiere otras nuevas que no pueden ser alcanzadas por ninguno de ellos actuando de forma aislada.

1.2. Clasificación de los materiales compuestos

Aunque existen diversas formas de clasificar los materiales compuestos, la clasificación más general es la que los agrupa en función del tipo de refuerzo. De esta forma, podemos distinguir, por un lado, los materiales compuestos reforzados con fibras, y por otro, los reforzados con partículas.

Las fibras se distinguen porque una de sus dimensiones, la longitud, es mucho mayor que las otras dos [1]. En el grupo de las partículas se incluyen una gran variedad de refuerzos: desde fibras cortas o esferas huecas, hasta nuevos materiales como los fullerenos o los nanotubos de carbono [2]. Se pueden efectuar clasificaciones de las partículas según su forma (esféricas, cúbicas, laminares o irregulares) o según su tamaño (macropartículas, micropartículas o nanopartículas).

El presente estudio se centra en los materiales compuestos reforzados mediante partículas, por lo que los siguientes puntos de este capítulo introductorio estarán centrados en las propiedades y las aplicaciones de dichos materiales. Esto servirá, junto con los antecedentes que se establecerán en el siguiente capítulo, para justificar la motivación y el interés práctico del análisis realizado.

1.3. Materiales compuestos reforzados con partículas

Mientras que el refuerzo con fibras se emplea principalmente para mejorar la resistencia del material, el refuerzo con partículas puede tener diferentes objetivos. En general, y al contrario de lo que ocurre en los compuestos de fibras, las partículas no tienden a absorber una parte importante de la carga que soporta el material compuesto [1].

Esto significa que el refuerzo con partículas no va a ser tan efectivo para mejorar la resistencia del material como el refuerzo con fibras. En algunos casos, es posible incluso que aparezca una disminución de resistencia, como en el caso de la introducción de partículas duras en materiales frágiles [1], ya que éstas pueden provocar concentraciones de tensión que favorezcan la aparición de

grietas en la matriz. Sin embargo, un refuerzo mediante partículas bien diseñado servirá para mejorar en cierta medida las propiedades de rigidez y resistencia del material.

Los materiales compuestos reforzados con partículas presentan una ventaja muy interesante: la inclusión del refuerzo en una matriz permite obtener propiedades muy específicas para el material resultante. Por ejemplo, podemos añadir partículas para mejorar sus conductividades térmica o eléctrica: al añadir partículas conductoras a un plástico podemos obtener plásticos que conducen en cierta medida la corriente eléctrica, y que además serán mejores conductores térmicos. También podemos usar esta forma de refuerzo para mejorar el comportamiento a altas temperaturas, para reducir la fricción, aumentar la resistencia a la abrasión o la dureza, etc. Otra ventaja que ofrecen estos materiales es que son compatibles con los métodos de fabricación tradicionales, como el moldeo por inyección, lo que permite reducir el coste de fabricación.

Existen dos tipos de materiales compuestos reforzados con partículas: los compuestos endurecidos por dispersión y los compuestos con partículas propiamente dichas.

1.3.1. Compuestos endurecidos por dispersión

En este tipo de compuestos el tamaño de las partículas es muy pequeño, con diámetros entre 10 y 250 nm. Estas partículas dificultan el movimiento de las dislocaciones, produciendo un efecto de endurecimiento notable del material con pequeñas cantidades. Además, no presentan problemas de ablandamiento debido al envejecimiento, teniendo una mayor resistencia a fluencia que los metales y aleaciones sin reforzar. Las propiedades de los compuestos endurecidos por dispersión serán óptimas cuando se cumplan las siguientes condiciones [2]:

- 1) La fase dispersa, generalmente un óxido duro y estable, debe ser un obstáculo efectivo para el deslizamiento.
- 2) El material disperso debe tener un tamaño, forma, distribución y cantidad adecuados.
- 3) El material disperso debe tener baja solubilidad en el material al que refuerza, y no deben existir reacciones químicas, como ocurre con el aluminio y la alúmina que lo refuerza.
- 4) Se debe conseguir una buena unión material dispersante-matriz, es decir, una correcta interfase entre el refuerzo y el material. Para que esto sea así, es indispensable que la solubilidad del refuerzo sea pequeña.

La Tabla 1-1 muestra distintos materiales compuestos reforzados por dispersión, así como sus posibles aplicaciones.

Tabla 1-1. Aplicaciones de distintos materiales compuestos reforzados por dispersión [2]

Sistema	Aplicaciones
Ag-CdO	Materiales para contactos eléctricos
Al-Al ₂ O ₃	Posible uso en reactores nucleares
Be-BeO	Tecnología aeroespacial y nuclear
W- ThO ₂ , ZrO ₂	Filamentos, calefactores
Co-ThO ₂ , Y ₂ O ₃	Materiales magnéticos resistentes a la termofluencia
Pb-PbO	Parrillas para batería o acumuladores
Pt-ThO ₂	Filamentos, componentes eléctricos
Ni-20% Cr-ThO ₂	Componentes para turbomáquinas
Al-SiC	Industria aeroespacial y del automóvil

De entre todos estos compuestos es destacable por su amplia utilización en la industria el formado por

una matriz de aluminio reforzada con partículas de carburo de silicio (Al-SiC). En comparación con los materiales convencionales (generalmente aleaciones férreas), la matriz de aluminio permite que el material sea más ligero, más dúctil y más fácil de procesar. El refuerzo aporta rigidez y resistencia mecánica, que se vuelven comparables a las de estas aleaciones. Además, presentan mejores propiedades específicas y resistencia al desgaste.

Debido a estas características, los compuestos Al-SiC han encontrado numerosas aplicaciones en el sector aeroespacial, aeronáutico y de defensa, donde han sido empleados para fabricar desde componentes estructurales de aviones y satélites y los módulos electrónicos de estos últimos, hasta piezas interiores de naves espaciales. Este compuesto es también empleado en la industria del automóvil, ya que permite reducir el peso, disminuir el consumo de combustible y, en consecuencia, las emisiones de gases contaminantes a la atmósfera.

1.3.2. Compuestos reforzados con partículas propiamente dichas

Este tipo de material compuesto contiene grandes cantidades de partículas gruesas que no dificultan de forma efectiva el movimiento de dislocaciones. En este grupo se incluirían numerosas combinaciones de metales, cerámicas y polímeros. El objetivo en este caso será, generalmente, producir combinaciones de propiedades poco frecuentes, y no mejorar la resistencia mecánica.

El empleo de materiales compuestos reforzados con partículas en procesos industriales de todo tipo es común en la actualidad. En la industria automotriz, por ejemplo, se suelen emplear plásticos reforzados con partículas de fibra de vidrio para fabricar los parachoques, los salpicaderos, y ciertos paneles de la carrocería de los vehículos.

En la fabricación de herramientas destinadas al corte de aceros endurecidos se emplean los llamados *cermets*, consistentes en partículas cerámicas duras y frágiles (como las de los carburos de tungsteno o titanio) que están inmersas en una matriz metálica más dúctil (generalmente de níquel o cobalto), mejorando su tenacidad. Otro ejemplo puede ser el uso de aleaciones de W-Ag para obtener contactos eléctricos de interruptores con buena resistencia al desgaste y excelente conductividad eléctrica. Por último, debemos mencionar la fabricación de gomas vulcanizadas. Estas gomas, también llamadas gomas reforzadas, se obtienen mediante un proceso químico en el que se mezclan con partículas de negro de carbón, junto con azufre y otros elementos que favorecen el curado.

También podemos encontrar ejemplos de aplicaciones del refuerzo de materiales con partículas en otros objetos que usamos en nuestra vida cotidiana: las carcasas de ordenadores y móviles, ciertos tipos de casco o incluso de mobiliario de oficina están fabricados con plásticos reforzados. Otro ejemplo muy ilustrativo lo encontramos en el mundo de la construcción: el hormigón. En este caso, la grava que se añade a una matriz de cemento confiere al material resultante resistencia y rigidez, funcionando el cemento como el aglutinante que une toda la estructura.

2 ANTECEDENTES Y OBJETIVOS

En este capítulo se va a realizar, en primer lugar, una revisión de los antecedentes de este proyecto, lo que nos servirá para terminar de definir el marco de trabajo. Posteriormente se establecerán los objetivos y la estructura de nuestro estudio.

2.1. Antecedentes

El estudio de las propiedades mecánicas de los materiales compuestos reforzados con partículas ha sido el tema central de numerosas investigaciones en los últimos años. En concreto, han sido dos las líneas de investigación que han adquirido mayor importancia: por un lado, el análisis del efecto del tamaño de las partículas esféricas en las propiedades mecánicas del material, y por otro, la determinación y predicción de la rotura de la interfase matriz-partícula, conocida como *debonding* o despegue.

Siguiendo la primera de estas líneas de investigación, Cho *et al.* [3] analizaron el efecto en las propiedades mecánicas de materiales compuestos de matriz polimérica del tamaño de las partículas esféricas con las que se reforzaban. Se emplearon partículas cuyo diámetro variaba entre la macroescala (0.5 mm) y la nanoescala (15 nm), encontrándose que el tamaño de las partículas en la macroescala y la microescala apenas tiene influencia en el módulo de Young del material compuesto, y que éste aumenta conforme disminuye el tamaño de las partículas en la nanoescala. En cuanto a la tensión de rotura, se observó que, si el porcentaje de partículas en volumen era del 1%, ésta crecía al reducirse el diámetro de las partículas, mientras que si el porcentaje en volumen era del 3%, la evolución era justamente la contraria.

Posteriormente, el propio Cho y C.T. Sun [4] estudiaron, mediante simulaciones de dinámica molecular, el comportamiento elástico de nanocompuestos poliméricos. En este análisis se modelaron las inclusiones como nanopartículas esféricas. Se demostró que el módulo de Young de los nanocompuestos es muy dependiente del tamaño de las nanopartículas y de las fuerzas de interacción entre las cadenas del polímero y la nanopartícula. Se observó que el módulo de Young aumentaba al disminuir el diámetro de las nanopartículas, lo que corroboraba lo encontrado en el primer estudio realizado. Esto se producía únicamente si la fuerza de la interacción entre el polímero y la nanopartícula era, al menos, igual de fuerte que la de la interacción polímero-polímero.

Con respecto a la segunda línea de investigación, los profesores de la ETSI Israel García, tutor de este Trabajo, Vladislav Mantic y Enrique Graciani [5] desarrollaron un modelo teórico enfocado en la predicción del comienzo del *debonding* en materiales compuestos reforzados con partículas sometidos a tensión uniaxial. Este modelo permitía predecir el valor crítico de la carga aplicada y el ángulo esférico de despegue en función de las propiedades y el tamaño de la partícula, de la matriz y de las propiedades de la interfase. Se comprobó que la fuerza necesaria para el despegue de la matriz era mayor cuanto más pequeñas fueran las partículas, siendo prácticamente constante para partículas grandes.

Los resultados predichos se compararon con observaciones experimentales encontradas en la literatura, encontrándose que coincidían en cuanto a la tendencia observada pero que existían discrepancias cuantitativas. Esto último se consideró no concluyente debido a la escasez de resultados experimentales fiables en la literatura, por lo que se propuso la realización de una serie de experimentos para conseguir una validación completa. Estos experimentos consistirían en la realización de ensayos de tracción sobre probetas de resina en las que se encontraría embebida una única esfera de vidrio.

Es aquí donde se justifica la realización de nuestro estudio, enfocado en observar la influencia del tamaño de las inclusiones esféricas en las propiedades mecánicas del material, así como el comienzo

de la separación de la matriz de la partícula que la está reforzando.

Por mencionar un trabajo muy similar en naturaleza al que aquí se desarrolla, podemos citar el realizado por Gent y Park [6], que realizaron observaciones experimentales con una única esfera de cristal que se imbuía en este caso en una matriz de elastómero. Se encontró que la tensión requerida para producir la rotura de la interfase matriz-partícula era mayor mientras más pequeña fuera la partícula.

2.2. Objetivos del estudio

El objetivo del presente estudio es doble:

1) Observar la rotura de la interfase partícula-matriz, y el posterior despegue de la matriz de la partícula que se produce cuando sometemos a tracción una probeta con un defecto esférico. Está bien documentado en la literatura que, en el caso de una partícula esférica, el *debonding* ocurre en los polos de ésta. Nuestro primer objetivo será verificar este comportamiento mediante el uso de una cámara de alta velocidad. En la Figura 2-1 se muestran las imágenes obtenidas en [3], en las que se observa la progresión del fallo del material. La imagen (a) muestra el comienzo del despegue en el polo inferior de la partícula. Dicho despegue se va haciendo cada vez más grande conforme se incrementa la carga (b), hasta que se produce también el despegue en el polo superior (c). En la figura (d) se muestra la máxima extensión del despegue.

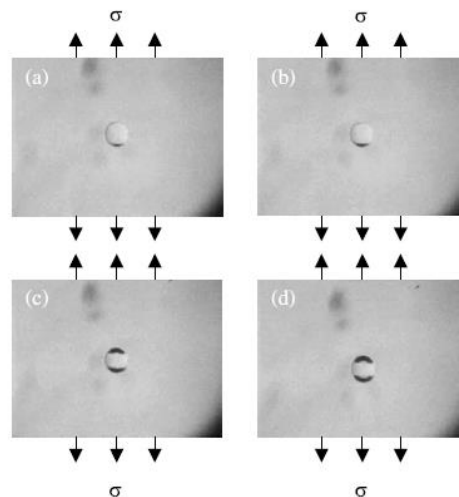


Figura 2-1. Progresión del despegue en una probeta sometida a cargas de tracción [3].

2) Estudiar el efecto del tamaño de las inclusiones en las propiedades mecánicas del material y en el propio *debonding*. Como se estableció en el apartado anterior, el despegue se verá favorecido por la presencia de partículas mayores.

Estos objetivos se van a lograr mediante la fabricación de probetas de resina, en las que se va a embeber una esfera a modo de partícula.

2.3. Estructura

En este apartado se describirá de manera breve la forma en la que se ha estructurado el presente documento, proporcionando una visión general del mismo y sentando las bases para su comprensión.

En primer lugar, se definirán los dos grados de libertad de los que consta nuestro problema: el material de la matriz y el de la inclusión esférica. Se justificarán debidamente las decisiones tomadas, proporcionando criterios como la adecuación de los distintos materiales a nuestros propósitos o el

coste de los mismos.

Una vez escogidos los materiales, se llevará a cabo una caracterización de la resina que nos servirá como matriz, a través de distintos ensayos en los que se determinarán propiedades como su viscosidad y tiempo de gelificación.

Posteriormente, se dedicarán dos capítulos al proceso de fabricación de las probetas que emplearemos en los ensayos. En el Capítulo 5 se tratará la búsqueda, a través de sucesivas pruebas, del método de fabricación más adecuado para el cumplimiento nuestros objetivos. En el Capítulo 6, por su parte, se describirá en detalle la ejecución del proceso completo de forma secuencial, lo que constituye una de las principales aportaciones de nuestro estudio, dada la ausencia de procedimientos similares en la literatura.

La definición y realización de los ensayos será el tema central del Capítulo 7. Se detallará el plan de ensayos, así como los aspectos a tener en cuenta en la ejecución del mismo y los equipos empleados. Los resultados de la campaña de ensayos se mostrarán, junto con su interpretación, en el Capítulo 8. El Capítulo 9 servirá para comparar dichos resultados experimentales con los obtenidos mediante la formulación teórica que se presenta en [5].

Finalmente, en el Capítulo 10 se establecerán las conclusiones alcanzadas, así como las líneas futuras de investigación que se abren en el ámbito de nuestro estudio.

3 ELECCIÓN DE MATERIALES

El primer paso a la hora de afrontar la fabricación de nuestras probetas es la definición de los dos grados de libertad que existen: el material de la matriz, y el material de la partícula esférica. Dichos materiales deben satisfacer una serie de requisitos, que garantizarán el cumplimiento de los objetivos de nuestro estudio. En este capítulo se justificará la elección realizada y se presentarán las características básicas de los materiales elegidos.

3.1. Elección del material de la matriz

Los requisitos básicos que debe cumplir el material de la matriz son tres: presentar una buena adhesión a la superficie de la partícula, ser transparente (para poder observar la rotura mediante la cámara de alta velocidad) y ser compatible con los medios de fabricación disponibles en el laboratorio, tanto para el procesado de la propia matriz como para la colocación de la partícula en el lugar correcto. Además, debería presentar, en la medida de lo posible, unas propiedades estructurales adecuadas, en el sentido de que sean similares a las de los materiales empleados en la industria.

Los materiales más adecuados para esta función serán las resinas termoestables, que parten de un estado de mezcla líquida de componentes químicos, y se convierten en un sólido a través de un proceso de polimerización. Una vez concluido este proceso, la resina no volverá a su estado líquido al aumentar la temperatura, algo que será ventajoso puesto que podremos someter las probetas a un tratamiento térmico de post-curado con el objetivo de aumentar el número de enlaces, incrementando su resistencia.

Existen tres tipos principales de resinas termoestables: las resinas de poliéster, las de viniléster, y las resinas epoxi. Nuestra primera tarea será determinar cuál de ellas es más adecuada para su uso como matriz en nuestras probetas.

3.1.1. Resinas de poliéster

Las resinas de poliéster se emplean habitualmente en la fabricación de tuberías, tanques y componentes de alto rendimiento para las industrias marina y del automóvil. Se trata de una resina muy fácil de manipular y trabajar, lo que unido a su bajo precio (menor que el del viniléster y el epoxi) y su menor tiempo de curado la convierte en la resina termoestable más empleada.

El mayor inconveniente que presentan las resinas de poliéster es que tienen unas propiedades mecánicas muy limitadas, por lo que no son compatibles con aplicaciones que sean exigentes desde el punto de vista estructural, o en las que se trabaje con temperaturas muy elevadas. Las resinas de poliéster tienen una naturaleza insaturada, con gran cantidad de enlaces dobles entre los grupos éster (ver Figura 3-1), por lo que su resistencia a la tracción se ve reducida enormemente si las comparamos con resinas viniléster o epoxi [7].

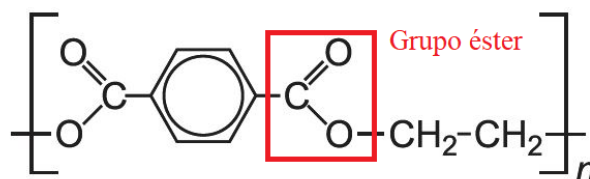


Figura 3-1. Estructura molecular básica del poliéster.

Otra desventaja que presenta el poliéster es que reacciona con el agua a lo largo de su vida útil. En los primeros días desde su fabricación, la resina incrementa su peso debido a la absorción de agua que reacciona con los enlaces dobles que vertebran el polímero. Posteriormente, se produce una reducción progresiva de peso debido a que partes de la cadena polimérica se filtran hacia el exterior, sustituyéndose por agua [7]. Esto supone en la práctica una disminución de las propiedades mecánicas del material.

3.1.2. Resinas viniléster

Las resinas viniléster se emplean en aplicaciones mucho más específicas que las de poliéster. Esencialmente son híbridos formados por el refuerzo de estas últimas con estructuras epoxi. Presentan una gran resistencia química, por lo que son adecuadas para trabajar en contacto con disolventes orgánicos. Son más resistentes a las cargas de fatiga y presentan una mayor resistencia a la tracción que las resinas de poliéster. Además, debido a que son menos propensas a agrietarse ante la aplicación de cargas, son capaces de absorber mayores impactos sin deteriorarse.

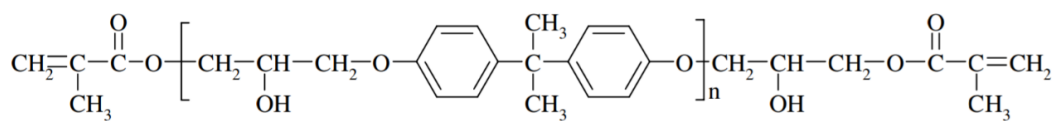


Figura 3-2. Estructura molecular de un monómero de viniléster.

Una desventaja del viniléster es que no se adhiere con facilidad a materiales que tengan una estructura diferente, como el Kevlar, la fibra de carbono o una partícula extraña como la que pretendemos encapsular en la resina. También puede presentar dificultades para adherirse a la propia resina curada, especialmente si ha sido sometida a un tratamiento térmico para favorecer el entrelazado de las cadenas laterales. Esto puede hacer que los trabajos de reparación sean complicados, pues se podría producir un delaminado de la resina aplicada para la reparación. Sin embargo, si la superficie a reparar es preparada con cuidado, se pueden conseguir resultados aceptables.

Al ser el viniléster extremadamente resistente en comparación con el poliéster, se suele emplear en la industria marina para la construcción de yates y barcos de alta calidad, garantizándose así un buen acabado. También se usa como capa de recubrimiento para el poliéster, con el objetivo de evitar el *blistering* producido por la ósmosis.

Tanto el poliéster como el viniléster requieren la adición de estireno, un agente químico que emite gases que son tóxicos y que contribuyen al calentamiento global. Por lo tanto, las empresas que emplean grandes cantidades de estas resinas en países desarrollados deben ser capaces de asegurar que sus sistemas de control de emisiones están en regla.

3.1.3. Resinas epoxi

Las resinas epoxi tienen, en general, propiedades superiores a las del poliéster y el viniléster, debido a las características de su estructura. La estructura principal se encuentra todavía presente, pero en la resina epoxi existen grupos aromáticos englobados dentro de ella. Estos grupos aromáticos consisten en anillos de seis carbonos y seis hidrógenos, también conocidos como anillos de benceno. La Figura 3-2 muestra la estructura molecular de las resinas epoxi, donde los hexágonos representan los anillos de benceno.

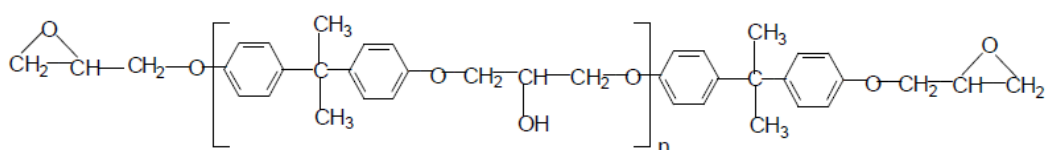


Figura 3-3. Estructura molecular básica de la resina epoxi.

Esta estructura implica que tendremos un polímero con una gran estabilidad ante los cambios de temperatura, con una resistencia aproximadamente tres veces mayor que la del viniléster y capaz de absorber sin dañarse impactos mucho mayores que los otros tipos de resina. Las resinas epoxi presentan también una gran resistencia a la degradación ambiental, y no absorben agua ni presentan *blistering* cuando operan en entornos húmedos, manteniendo su peso a lo largo de toda su vida útil, incluido el post-curado.

En la elaboración del epoxi no se emplea estireno, por lo que no existen componentes volátiles que se evaporen en la resina curada. En este caso, se emplea una amina como endurecedor, que funciona como catalizador de la unión y el enlace de los grupos laterales de las moléculas, y que, cuando se añade en la proporción adecuada, reacciona de forma estequiométrica con la base epoxi.

Otra gran ventaja de las resinas epoxi es que se adhieren con facilidad a otros materiales, como las aramidas (Kevlar), las fibras de carbono y vidrio, o la propia resina curada, permitiendo reparaciones muy sencillas y resistentes.

Todas estas cualidades hacen que el epoxi sea la elección natural para numerosas aplicaciones, como la fabricación de componentes aeronáuticos.

En la Tabla 3-1 se comparan distintas propiedades de las resinas termoestables analizadas. Aquí queda patente que las resinas epoxi tienen una mayor rigidez, una mayor resistencia a la tracción, son capaces de operar a temperaturas más elevadas y experimentan una menor contracción durante el curado.

Tabla 3-1. Propiedades de los tres tipos de resina considerados

Propiedad	Unidades	Resinas de poliéster	Resinas Viniléster	Resinas Epoxi
Densidad	Mg m ⁻³	1.2-1.5	1.15-1.18	1.1-1.4
Módulo de Young	GPa	2-4.5	2.48-3	3-6
Resist. Tracción	MPa	40-90	69-76	35-100
Temp. Distorsión	°C	50-110	88-99	50-300
Contracción Curado	%	4-8	2.1-10	1-2

3.1.4. Justificación de la elección de la resina epoxi

Tras el análisis de las propiedades de los tres tipos de resina consideradas, pasamos a justificar la elección de la resina epoxi como matriz para la fabricación de las probetas.

El primer objetivo de nuestros experimentos es observar la aparición del despegue o rotura de la interfase partícula-matriz. Por lo tanto, un requisito fundamental es que esta interfase sea lo suficientemente fuerte, es decir, que la resina esté correctamente adherida a la partícula. Si empleamos una resina de poliéster o viniléster, cuya adherencia a cuerpos que no comparten su estructura es baja, los resultados de los experimentos podrían no ser los correctos. La resina epoxi, por el contrario, ofrece una buena adhesión a cuerpos extraños, por lo que la interfase será más fuerte.

Por otro lado, si nuestros experimentos van a consistir en ensayos de tracción, lo más correcto es elegir un material que tenga unas propiedades estructurales aceptables. El viniléster ofrece unas propiedades intermedias, pero es menos común, y una vez completado el proceso de curado suele presentar un aspecto amarillento en lugar de transparente. La resina epoxi, por el contrario, es más sencilla de encontrar en distintos formatos, siendo posible adquirir resinas que tengan un acabado transparente al finalizar el curado.

Otro aspecto a tener en cuenta es el coste. De los tres tipos de resina analizados, la resina epoxi es la más costosa y la de poliéster la más barata, siendo el viniléster una opción intermedia. El precio de un kilogramo de resina epoxi de uso general oscila entre los veinticinco y los cincuenta euros, mientras

que el de un kilogramo de poliéster no llega a los veinte. Para una aplicación en la que se fueran a emplear grandes cantidades de material podría ser interesante tratar de ahorrar costes mediante el uso de una resina que, aunque de inferior calidad, cumpliera los requisitos exigidos. Sin embargo, en una aplicación como la nuestra, en la que el volumen de material adquirido va a ser pequeño, la diferencia de precio existente se considera asumible, y se prefiere apostar por una resina de mayor calidad.

3.1.5. Características técnicas de las resinas epoxi empleadas

3.1.5.1 Resina epoxi EL CAIRO

La primera resina empleada en nuestro estudio es un sistema epoxi (*EL CAIRO*) de uso general, transparente y que consta de dos componentes: una base y un catalizador, que se muestran en la Figura 3-3. En la ficha técnica del producto [8], se indica que la proporción de la mezcla debe ser de 100 partes de base epoxi por cada 30 partes de catalizador.

El tiempo de curado a temperatura ambiente es de 24 h, aunque el material alcanza sus propiedades mecánicas definitivas después de una semana. Este proceso de curado puede ser acelerado si en lugar de realizar el curado a temperatura ambiente lo realizamos en un horno a una temperatura más elevada. La reducción de tiempo de curado es muy considerable, como se comprobará en apartados posteriores.

Los componentes de la resina conservan sus propiedades hasta seis meses después de su fecha de envasado, y se recomienda que sean almacenados a una temperatura de entre 15 y 25°C, en un lugar seco. El fabricante indica que la resina almacenada a bajas temperaturas puede mostrar signos de cristalización, un efecto que desaparece si la calentamos. El catalizador debe almacenarse en un recipiente bien cerrado para evitar que le afecte la humedad.



Figura 3-4. Componentes del sistema epoxi *EL CAIRO*.

3.1.5.2 Resina Resoltech WWA-WWB4

Se trata de una resina específica para aplicaciones decorativas o científicas en las que la transparencia sea fundamental. Al igual que la resina anterior, consta de una base epoxi (WWA) y un endurecedor (WWB4), que se pueden observar en la Figura 3-4.

En líneas generales, se trata de una resina de mayor calidad, y cuyo precio (45€/kg) es aproximadamente el doble que el del sistema EL CAIRO. Entre sus principales ventajas se encuentra la facilidad de evacuación de las burbujas atrapadas en la mezcla, gracias a sus agentes de desaireo de última generación. La aparición de burbujas durante la mezcla de los componentes que forman un

sistema epoxi es muy frecuente, y su eliminación puede ser complicada si la resina no es de calidad, complicando enormemente el proceso de fabricación. Además, el sistema Resoltech es perfectamente transparente y cuenta con un filtro de rayos ultravioleta (UV), cuyo objetivo es evitar que la resina amarillee tras su exposición al sol.

La relación de mezcla en peso especificada en la ficha técnica [9] es de 40 gramos de endurecedor por cada 100 gramos de base. Esta proporción es la correspondiente a la versión rígida, que será la empleada en nuestra aplicación. Existe también la opción de obtener una versión flexible, especialmente indicada para la realización de inclusiones en recipientes frágiles que pudieran agrietarse debido a las contracciones y dilataciones derivadas de los cambios de temperatura durante el curado de la resina. La proporción de mezcla en peso base/catalizador será en este caso de 100/89.

El tiempo de curado será de entre 24 y 72 horas dependiendo de la temperatura ambiente, alcanzando sus propiedades mecánicas definitivas en un tiempo que se puede prolongar hasta las dos semanas. La temperatura máxima de curado se sitúa en torno a los 35-40°C; temperaturas más elevadas podrían provocar procesos de exotermia.

En efecto, en el caso de volúmenes de colada grandes (del orden de kilogramos), la generación de calor en una reacción exotérmica elevará la temperatura de la resina hasta valores que son incompatibles con un curado adecuado. Si los volúmenes de colada son pequeños, la temperatura de la resina aumentará únicamente unos grados como consecuencia de la reacción, por lo que no tendremos que ser tan cuidadosos. Aun así, se recomienda no someter el material a temperaturas superiores a los 40°C.

Una vez que la resina se encuentra curada, sí que será posible someterla a un tratamiento térmico de post-curado a mayor temperatura, introduciéndola por ejemplo en un horno a 60°C.



Figura 3-5. Componentes del sistema epoxi *Resoltech WWA-WWB4*.

3.2. Elección del material de la partícula esférica

El requisito fundamental que debe cumplir el material de la partícula esférica es que su rigidez sea mayor que la del material de la resina. De esta forma garantizaremos que la concentración de tensiones se produzca en los polos de la esfera.

Por otro lado, también nos interesa que la tolerancia en el acabado sea lo suficientemente buena como para que la partícula se pueda considerar perfectamente esférica. Esto significa que, aunque no requeriremos esferas de precisión, que son extremadamente caras, sí que necesitaremos que sean de calidad aceptable, con una superficie pulida y sin defectos. De esta forma garantizaremos la

La Tabla 3-2 muestra algunas propiedades específicas de rigidez y resistencia de distintos materiales convencionales. Observamos que con cualquiera de los materiales analizados podemos cumplir este requisito, puesto que su módulo de elasticidad es uno o dos órdenes de magnitud mayor que el de la resina.

Tabla 3–2. Propiedades de rigidez y resistencia de materiales considerados para la esfera

Material	Módulo de Elasticidad E (GPa)	Resistencia a la tracción σ_u (GPa)	Densidad ρ (g/cm ³)
Acero	210	0.34-2.1	7.8
Aluminio Aleado	70	0.14-0.62	2.7
Vidrio	70	0.7-2.1	2.5
Tungsteno	350	1.1-4.1	19.3
Berilio	300	0.7	1.83
Titanio	107	0.23-0.46	4.5

Tras un primer estudio de la oferta de esferas con diámetros del orden de milímetros existente en el mercado, descartamos el berilio, el tungsteno y el titanio debido a su escasa comercialización. Las microsferas de vidrio, por su parte, se suelen emplear en aplicaciones de gran precisión, por lo que su precio suele ser bastante elevado. A esto se añade el problema de que el material es transparente al igual que la resina, lo cual podría dificultar la observación de la rotura. De entre los dos materiales que nos quedan, el aluminio y el acero, las esferas de acero son las más comunes, ya que se emplean en multitud de aplicaciones cotidianas, por ejemplo, como rodamientos para ejes.

Finalmente es esta facilidad para encontrar esferas de acero con un gran rango de diámetros, que se comercializan en grandes cantidades y a un precio muy asequible, la que nos hace decantarnos por este material. El acero también tiene la ventaja de ser ferromagnético, algo que será de utilidad a la hora de plantear alternativas para el proceso de fabricación de las probetas, como se comentará más adelante.

Con el objetivo de disponer de una amplia variedad de tamaños de esfera para realizar distintas pruebas y comprobar cuál es el orden de magnitud con el que es conveniente trabajar, se adquieren inicialmente esferas de 4, 8, 12, 16 y 20 milímetros de diámetro.

3.2.1. Características mecánicas del material de las esferas

Para la obtención de las características mecánicas del material en el que están fabricadas las esferas, se ha recurrido a catálogos [16], que recogen las propiedades de distintas aleaciones de acero al carbono. En nuestro caso, la aleación es la AISI 52100, compuesta por acero martensítico y cromo. La Tabla 3-3 recoge los valores de distintas propiedades de este material.

La realización de ensayos sobre las propias esferas no se considera viable por su gran complejidad y peligrosidad. No sería posible, por ejemplo, realizar sobre ellas un ensayo de compresión, puesto que al producirse la rotura estallarían proyectando numerosas esquirlas.

Tabla 3–3. Caracterización mecánica de las esferas de acero AISI 52100 [16]

Material	Módulo de Elasticidad E (GPa)	Coefficiente de Poisson	Módulo de cizalladura G (GPa)
AISI 52000	200	0.27-0.3	80

A efectos de modelado, se supondrá que el valor del coeficiente de Poisson es de 0.3.

4 CARACTERIZACIÓN DE LA RESINA EPOXI

La ausencia de datos fiables en la ficha técnica del sistema epoxi EL CAIRO implica que será necesaria la realización de una serie de ensayos para caracterizarlo. El primero de ellos consistirá en un análisis de viscosidad de los componentes de la resina, mientras que el objetivo del segundo será conocer el tiempo de gelificación de esta, así como su temperatura óptima de curado.

En el caso del segundo sistema epoxi empleado, la resina de colada WWA/WWB4 del fabricante Resoltech, sí que se dispone de datos suficientes para su caracterización en la ficha técnica del producto. Estos datos serán mostrados en el último apartado de este capítulo.

4.1. Ensayo de viscosidad

En primer lugar, se va a comprobar, mediante un viscosímetro, la viscosidad de la resina en estado puro, del catalizador y de la mezcla resultante, teniéndose siempre en cuenta las proporciones indicadas por el fabricante. La norma técnica de referencia para la realización de este tipo de ensayos es la UNE EN ISO 2555 [10], que especifica un método para determinar la viscosidad aparente por el método Brookfield de resinas en estado líquido, empleando uno de los tipos de viscosímetros rotativos descritos en la misma.

4.1.1. Principio de operación

Un viscosímetro rotativo es un aparato que cuenta con un motor síncrono que hace girar un eje vertical a través de una caja de cambios. Este eje vertical mueve, a través de un resorte espiral, un segundo eje más bajo, formando una extensión del primero. Un vástago desmontable, normalmente un cuerpo de revolución con forma cilíndrica o de disco, está conectado a este segundo eje y gira a una frecuencia de rotación constante en el seno del fluido de estudio.

En un principio, los dos ejes giran a la misma frecuencia, pero cuando el vástago se sumerge aparece una desviación angular entre ellos. Esta desviación está producida por la resistencia ejercida por el fluido sobre el vástago, que depende de la viscosidad, y es registrada mediante la medida de la torsión que produce sobre un resorte espiral.

Los fluidos a los que aplica esta normativa son generalmente no newtonianos, por lo que su viscosidad media depende del gradiente de velocidad al que estén sometidos durante la medición. En este tipo de viscosímetro, el gradiente de velocidad no es el mismo en cada punto del vástago. Por este motivo, en un fluido no newtoniano, el resultado no es la verdadera “viscosidad a un gradiente de velocidad conocido” sino lo que comúnmente se denomina *viscosidad aparente*.

4.1.2. Viscosímetro empleado

Existen tres tipos de viscosímetros rotativos: A, B y C, que permiten hacer mediciones de la viscosidad desde 0,02 Pa.s (20 cP) hasta 60000 Pa.s ($60 \cdot 10^6$ cP). La norma establece unas recomendaciones en cuanto al tipo de viscosímetro que se debe emplear para cada tipo de resina; para la resina epoxi se debe usar un tipo A, estando permitidos los tipos B y C cuando la viscosidad del producto es mayor que el límite medible con el tipo A a la frecuencia de rotación recomendada.

El viscosímetro empleado será, por lo tanto, un tipo A del fabricante Labolan. Cuenta con cuatro vástagos intercambiables y con un estribo de protección, una plancha de metal en forma de “U” que protege los vástagos y asegura una distancia mínima de 10 mm entre el final del vástago y la base del vaso (ver Figura 4-1).



Figura 4-1. Viscosímetro empleado para las mediciones.

4.1.3. Elección de la frecuencia de rotación y el vástago

A la hora de llevar a cabo un ensayo de viscosidad, es fundamental elegir la combinación adecuada de frecuencia de rotación y vástago. Esta elección se hace teniendo en cuenta el valor de la viscosidad a medir, la precisión deseada y el gradiente de velocidad.

En primer lugar, es necesario definir el concepto de *fondo de escala*: se trata del valor máximo de viscosidad que puede medir el viscosímetro para una frecuencia de rotación y un vástago determinados. Para que las mediciones obtenidas sean fiables, en ningún caso deben corresponder a menos del 20% o más del 95% del fondo de escala. Para mejorar la precisión, es aconsejable limitarse a un intervalo entre el 45% y el 95% del fondo de escala.

Por lo tanto, es conveniente contar con una estimación inicial de la viscosidad del producto. Si el valor de la viscosidad no es conocido, se prueba con los diferentes vástagos, empezando por el más pequeño, hasta que se cumplan los requisitos establecidos en la norma. Aunque la elección de la frecuencia de rotación depende del rango de viscosidad a medir, se recomienda que, en la medida de lo posible, ésta sea cercana a 10 min^{-1} .

Si se desea una comparación entre las viscosidades de productos no newtonianos, es necesario utilizar la misma combinación de frecuencia de rotación-vástago para todas las mediciones, incluso si la precisión de una de las mediciones se ve disminuida.

La Tabla 4-1 muestra, para el viscosímetro empleado, el valor máximo de la viscosidad ($\text{mPa}\cdot\text{s}$) en función de la frecuencia de rotación y del vástago elegido.

Tabla 4-1. Viscosidad máxima (mPa·s) en función de la frecuencia de rotación y del vástago

Frecuencia rotación (rpm)	L1	L2	L3	L4
0.3	$2 \cdot 10^4$	$1 \cdot 10^5$	$4 \cdot 10^5$	$2 \cdot 10^6$
0.5	$1.2 \cdot 10^4$	$6 \cdot 10^4$	$2.4 \cdot 10^5$	$1.2 \cdot 10^6$
0.6	$1 \cdot 10^4$	$5 \cdot 10^4$	$2 \cdot 10^5$	$1 \cdot 10^6$
1	$6 \cdot 10^3$	$3 \cdot 10^4$	$1.2 \cdot 10^5$	$6 \cdot 10^5$
1.5	$4 \cdot 10^3$	$2 \cdot 10^4$	$8 \cdot 10^4$	$4 \cdot 10^5$
2	$3 \cdot 10^3$	$1.5 \cdot 10^4$	$6 \cdot 10^4$	$3 \cdot 10^5$
2.5	$2.4 \cdot 10^3$	$1.2 \cdot 10^4$	$4.8 \cdot 10^4$	$2.5 \cdot 10^5$
3	$2 \cdot 10^3$	$1 \cdot 10^4$	$4 \cdot 10^4$	$2 \cdot 10^5$
4	$1.5 \cdot 10^3$	$7.5 \cdot 10^3$	$3 \cdot 10^4$	$1.5 \cdot 10^5$
5	$1.2 \cdot 10^3$	$6 \cdot 10^3$	$2.4 \cdot 10^4$	$1.2 \cdot 10^5$
6	$1 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^3$	$2 \cdot 10^4$	$1 \cdot 10^5$
10	$6 \cdot 10^2$	$3 \cdot 10^3$	$1.2 \cdot 10^4$	$6 \cdot 10^4$
12	$5 \cdot 10^2$	$2.5 \cdot 10^3$	$1 \cdot 10^4$	$5 \cdot 10^4$
20	$3 \cdot 10^2$	$1.5 \cdot 10^3$	$6 \cdot 10^3$	$3 \cdot 10^4$
30	$2 \cdot 10^2$	$1 \cdot 10^3$	$4 \cdot 10^3$	$2 \cdot 10^4$
50	$1.2 \cdot 10^2$	$6 \cdot 10^2$	$2.4 \cdot 10^3$	$1.2 \cdot 10^4$
60	$1 \cdot 10^2$	$5 \cdot 10^2$	$2 \cdot 10^3$	$1 \cdot 10^4$
100	60	$3 \cdot 10^2$	$1.2 \cdot 10^3$	$6 \cdot 10^3$
200	30	$1.5 \cdot 10^2$	$6 \cdot 10^2$	$3 \cdot 10^3$
Incremento	1 mPa·s	1 mPa·s	10 mPa·s	10 mPa·s

4.1.4. Procedimiento de operación

En primer lugar, se monta el viscosímetro con su estribo de protección, sobre su soporte. Se llena el vaso de precipitados con el producto a ensayar, teniendo cuidado de no introducir burbujas de aire, y se comprueba que dicho producto se encuentra a la temperatura adecuada para el ensayo (para las resinas epoxi se recomienda una temperatura alrededor de 23°). Si el producto contiene materia volátil o es higroscópico, se debe cerrar el vaso de precipitados herméticamente antes de ensayar.

Posteriormente, se sumerge el vástago en el producto, y se verifica que esté colocado verticalmente usando la burbuja de centrado existente en el viscosímetro y que se encuentra sumergido hasta la parte inferior de la marca de su eje. Se comprueba también que el extremo inferior del vástago esté colocado a más de 10 mm del fondo del vaso.

Por último, se selecciona la frecuencia de rotación deseada, teniendo en cuenta las recomendaciones del fabricante. Cuando la medida tomada se estabilice, mostrando una variación pequeña, anotaremos el valor de la viscosidad aparente, expresada en el caso de nuestro viscosímetro en mPa·s.

4.1.5. Resultados

En la Tabla 4-2 se muestran los valores de viscosidad aparente obtenidos para la mezcla y los componentes que la forman, a una temperatura de 22°C. Se muestran también las frecuencias de rotación y los vástagos empleados (véase la Tabla 4-1 para conocer las distintas combinaciones posibles). Se observa que el porcentaje del fondo de escala alcanzado es el adecuado para garantizar la máxima precisión en las medidas.

Tabla 4–2. Resultados del estudio de viscosidad aparente de los distintos componentes

	Frecuencia rotación (rpm)	Vástago empleado	Viscosidad aparente (mPa·s)	(%) Fondo de escala
Mezcla	30	L2	634	63.4
Base Epoxi	20	L4	21000	74.3
Catalizador	200	L1	13	45

Comparando los valores obtenidos con los de otras resinas epoxi, como la *Araldit*, de calidad aeronáutica, bajo las mismas condiciones, concluimos que los valores de viscosidad aparente de la mezcla y del catalizador son similares (634 frente a 385-585 mPa·s y 13 frente a 40-70 mPa·s, respectivamente), mientras que la viscosidad de nuestra base epoxi es mucho mayor (21000 frente a 1000-1500 mPa·s).

4.2. Ensayo de tiempo de gelificación

El tiempo de gelificación se define como el tiempo que transcurre hasta que la resina adquiere un aspecto gomoso, de forma que ya no se puede trabajar con ella. Las resinas termoestables, como el epoxi, se transforman a lo largo del proceso de curado, pasando de ser una mezcla líquida de componentes químicos a un material sólido compuesto por una cadena de polímeros altamente reticulada. Cuando se alcanza el tiempo de gelificación, el polímero se encuentra en las fases iniciales de la reticulación, lo que significa que cualquier alteración hará que las propiedades finales se vean afectadas negativamente. Por ejemplo, si un adhesivo es manipulado tras alcanzar su tiempo de gelificación, nunca tendrá una fuerza de adhesión ni una resistencia adecuadas.

En nuestro caso, la determinación de esta característica de la resina tiene un gran interés, puesto que nos permite saber cuánto tarda en comenzar el proceso de curación. De esta forma podremos aproximar con precisión el tiempo que debe pasar la probeta en el horno y conocer hasta qué punto podemos manipular la mezcla, por ejemplo, cambiándola de recipiente.

Existen diferentes formas de obtener el tiempo de gelificación de una resina, como el ensayo Fisher-Jones o el análisis reológico. Este último será el empleado en nuestro estudio.

4.2.1. Funcionamiento del reómetro

Un reómetro consiste en un horno en cuyo interior existe una cámara cilíndrica. En esta cámara van alojados dos platos o discos paralelos (normalmente de 25 mm de diámetro). El horno está diseñado de forma que permite el acceso a los platos, entre los cuales se situará la muestra. Existen dos tipos de reómetro en función de si ambos platos giran o si sólo gira uno de los dos: los reómetros de esfuerzo controlado y los de deformación controlada.

En los reómetros de esfuerzo controlado, el plato inferior es fijo y el superior está unido a un eje que rota. El plato superior permanece rotando durante el desarrollo del ensayo. Cuando la resina comience a curar, esta rotación encontrará una cierta resistencia, y cuando se alcance el tiempo de gel, el giro se verá completamente impedido. Este tipo de reómetro se caracteriza por tener combinados el motor y el transductor (CMT). El giro del plato superior es provocado por un motor de arrastre sin contacto. Cuenta con dos sensores: uno de desplazamiento y otro que mide la deformación o rotación.

En los reómetros de deformación controlada, el motor está separado del transductor (SMT). El transductor funciona como medidor de esfuerzos, mientras que el motor aplica las deformaciones.

En nuestro caso, para la realización del ensayo se va a emplear un reómetro de esfuerzo controlado AR-2000 del fabricante *TA Instruments* (véase la Figura 4-2).



Figura 4-2. Reómetro AR-2000 de *TA Instruments*.

4.2.2. Breve introducción a la reología

Se define la reología como el estudio de la forma en la que los materiales fluyen. Generalmente las sustancias que se analizan son líquidas, aunque también se pueden estudiar sólidos muy blandos o bajo condiciones en las que fluyen en lugar de deformarse elásticamente. En reología, se aplica a la muestra una perturbación (esfuerzo o deformación) de tipo oscilatorio (sinusoidal). Se mide la respuesta del material (deformación o esfuerzo), y se determina el ángulo de fase (δ) entre la perturbación y la respuesta [11], como se observa en la Figura 4-3.

Generalmente en un sólido elástico la tensión y la deformación estarán en fase ($\delta = 0^\circ$), mientras que en un líquido newtoniano estarán desfasadas 90 grados ($\delta = 90^\circ$). Los líquidos que presentan un comportamiento viscoelástico (como la resina epoxi que nos ocupa) cumplen que $0^\circ < \delta < 90^\circ$.

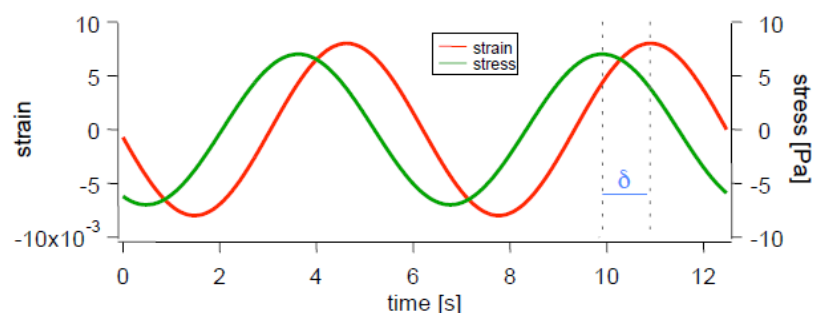


Figura 4-3. Representación en función del tiempo de la tensión y la deformación [11].

En un experimento dinámico, el esfuerzo se denota como un esfuerzo complejo σ^* , que se puede separar en dos componentes:

1) Un esfuerzo elástico en fase con la deformación, que da una idea del grado de comportamiento elástico del material.

$$\sigma' = |\sigma^*| \cos(\delta) \quad (4.1)$$

2) Un esfuerzo viscoso en fase con la velocidad de deformación, que nos da una idea del grado de comportamiento como líquido ideal del material.

$$\sigma'' = |\sigma^*| \sin(\delta) \quad (4.2)$$

Por lo tanto, se cumple que:

$$\sigma^* = \sigma' + i\sigma'' \quad (4.3)$$

Como paso previo al análisis de los resultados obtenidos en los ensayos realizados, es necesario definir una serie de magnitudes que intervienen en los mismos.

Módulo complejo (G^*). Mide la resistencia del material a ser deformado.

$$G^* = \frac{\sigma^*}{\epsilon} = G' + iG'' \quad (4.4)$$

Módulo elástico (G'). Mide la elasticidad del material, es decir, la capacidad del material para almacenar energía.

$$G' = \left(\frac{\sigma^*}{\epsilon}\right) \cdot \cos(\delta) \quad (4.5)$$

Módulo viscoso (G''). Mide la capacidad del material para disipar energía. Esta energía se pierde generalmente en forma de calor.

$$G'' = \left(\frac{\sigma^*}{\epsilon}\right) \cdot \sin(\delta) \quad (4.6)$$

El parámetro $\tan \delta$ nos permite comparar la energía disipada con la almacenada:

$$\tan(\delta) = \frac{G''}{G'} \quad (4.7)$$

$|\sigma^*|$. Módulo de la viscosidad compleja, en escala logarítmica.

% Strain. Variación de la deformación aplicada con respecto a la deformación inicial.

4.2.3. Procedimiento de operación

El procedimiento a seguir a la hora de realizar el ensayo de tiempo de gelificación será el siguiente:

1. Se colocan los discos superior e inferior en el reómetro y se realiza la calibración de éste siguiendo las instrucciones del fabricante.
2. Se configura el ensayo mediante el software asociado al reómetro, seleccionando la temperatura adecuada.
3. Se posiciona el plato superior cerca del inferior y se cierra el horno.
4. Cuando se alcance la temperatura de ensayo, se posiciona con cuidado la muestra en el plato inferior, y se acercan los platos hasta que la distancia entre ellos sea de 0.5 mm. Como tiempo de gelificación se toma el tiempo que transcurre hasta que la muestra no pueda ser desplazada entre los platos bajo la

acción de una determinada presión. Este tiempo se puede obtener gráficamente mediante la representación de distintas curvas en función del tiempo o la temperatura.

5. Se limpian los restos de resina de los discos, dejándolos listos para el siguiente ensayo.

4.2.4. Resultados

Como se ha comentado anteriormente, la determinación del tiempo de gelificación se realiza sometiendo la muestra de resina a una temperatura constante hasta que se produzca el curado. En el caso de que la temperatura de realización del ensayo sea desconocida, ésta se debe determinar sometiendo la muestra a una rampa de temperatura. La temperatura óptima de realización del ensayo será aquella a la que se crucen las gráficas de G' y G'' .

La Figura 4-3 muestra los resultados obtenidos tras someter la resina a una rampa de temperatura de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Podemos apreciar que la temperatura de corte de las dos gráficas es de 105°C . A partir de este punto, se observa también un aumento muy rápido de la viscosidad, lo que indica que la resina está empezando a curar. Esto también se corresponde con las oscilaciones que se producen en la deformación, puesto que el giro del plato empieza a encontrar una cierta resistencia.

Una vez conocida la temperatura adecuada para realizar el ensayo, procedemos a la determinación del tiempo de gelificación. Como se observa en la Figura 4-4, éste se puede obtener gráficamente como el punto de corte de las tangentes a la curva de viscosidad antes y después de comenzar del curado. El tiempo de gelificación obtenido a 105°C es de 7.3 minutos.

No obstante, la temperatura de 105°C se considera demasiado elevada para el curado de nuestras probetas: se comprobó en el horno que la reacción de curado de la resina se producía de forma muy violenta a esa temperatura (la resina comenzaba a “hervir”), haciendo que el material resultante no tuviera las propiedades adecuadas. Por lo tanto, nos planteamos obtener el tiempo de gel a la temperatura de curado en horno de 60°C .

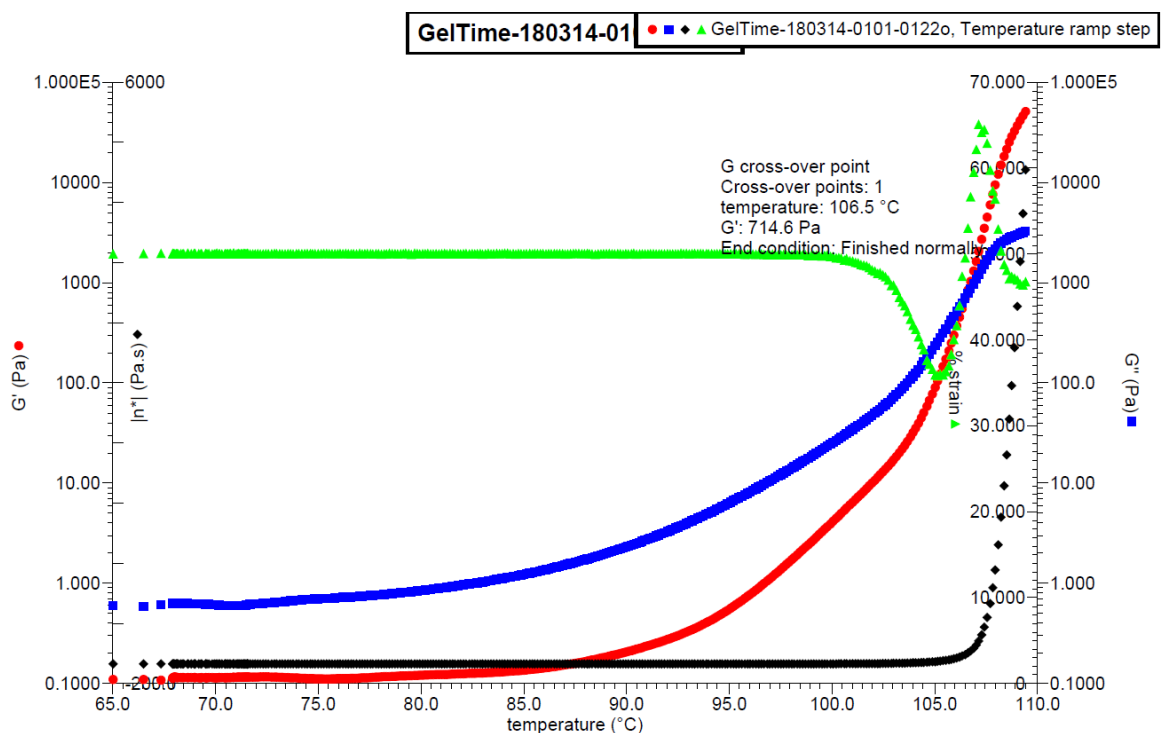


Figura 4-4. Evolución de las propiedades de la resina sometida a una rampa de temperatura.

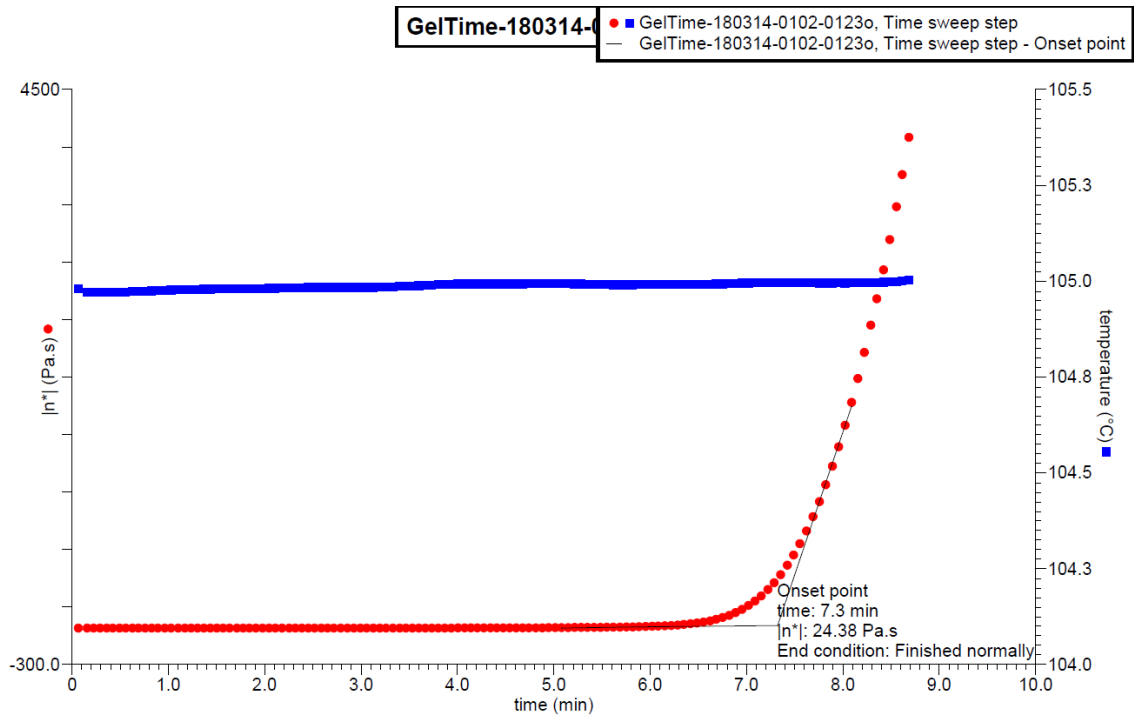


Figura 4-5. Determinación gráfica del tiempo de gel de la resina a 105°C.

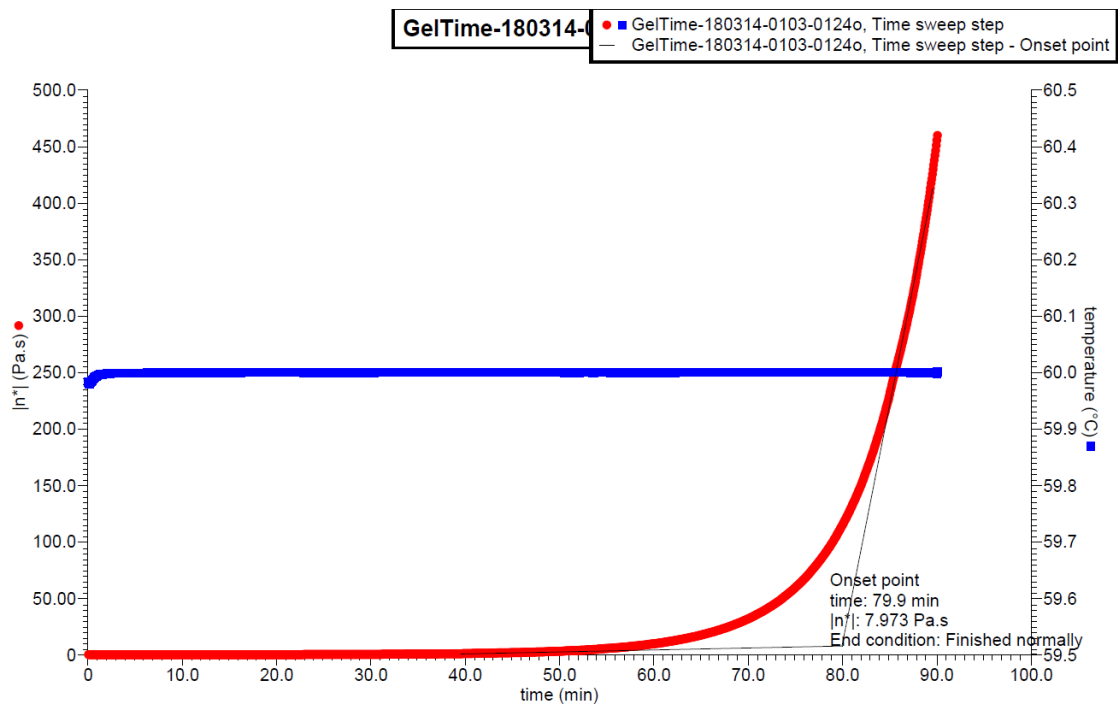


Figura 4-6. Determinación gráfica del tiempo de gel de la resina a 60°C.

A 60°C, el tiempo de gel de la resina obtenido mediante el reómetro aumenta hasta los 79.9 minutos, como se observa en la Figura 4-5. Sin embargo, al tratar de corroborar esta medida directamente en el horno, se observa una discrepancia, puesto que el tiempo de gel obtenido es de 46 minutos.

Esta discrepancia puede explicarse mediante la sensibilidad que tiene el perfil de curado de la resina al tamaño de la muestra. En efecto, generalmente una cantidad grande de material curará más rápidamente que una cantidad pequeña [8]. Esto se debe a que la reacción química de curado genera calor, lo que favorece su avance. A mayor cantidad de material, más calor generado y mayor velocidad de reacción. Por lo tanto, el tiempo de gel dependerá del volumen de material, y no será el mismo para los 50 g de mezcla introducidos en el horno en un vaso de ensayos que para la diminuta cantidad que se coloca entre los platos.

Por otra parte, también se observa que el curado de la mezcla no es completamente uniforme en todo el volumen de material, observándose que la resina de la parte inferior del recipiente de ensayo cura ligeramente más rápido que la expuesta al aire.

4.3. Caracterización de la resina epoxi Resoltech WWA/WWB4

En el caso de la resina epoxi fabricada por Resoltech, contamos con una ficha técnica con datos fiables, obtenidos según normas ISO, acerca de las características físicas (viscosidad aparente y densidad) y de reactividad de la misma, por lo que no será necesaria la realización de estudios adicionales.

La Tabla 4-3 muestra la viscosidad aparente y la densidad de la mezcla, la base epoxi y el endurecedor, obtenidas a temperatura ambiente (23°C). La norma de referencia para la obtención de la densidad es la ISO 1675, y la tolerancia es de ($\pm 0.05 \text{ g/cm}^3$). En el caso de la viscosidad aparente, la norma técnica de referencia es la ISO 12058.2, siendo la tolerancia de un $\pm 15\%$.

Tabla 4-3. Viscosidad aparente y densidad de los distintos componentes del sistema Resoltech [8]

	Viscosidad aparente a 23°C (mPa·s)	Densidad a 23°C (g/cm ³)
Mezcla	300	1.06
WWA	600	1.10
WWB4	80	0.96

La Tabla 4-4, por su parte, nos indica los valores de distintas magnitudes relacionadas con la reactividad del sistema epoxi, como el tiempo de gel bajo distintas condiciones o la temperatura y el tiempo de pico exotérmico.

Tabla 4-4. Reactividad del sistema epoxi Resoltech [8]

Sistema epoxi	WWA/WWB4
Tiempo de gel para 70 mL a 23°C	29 h
Dura y desmoldable para 70 mL a 23°C	72 h
Tiempo de gel para 1 L a 23°C	12 h 17 min
Temperatura de pico exotérmico para 1 L a 23°C	70°C
Tiempo a pico exotérmico para 1 L a 23°C	11 h 10 min

Se puede observar nuevamente que el tiempo de gel disminuye significativamente cuando se aumenta la cantidad de mezcla, debido a los procesos de generación de calor. También es significativa la alta

temperatura que alcanza la resina cuando las coladas son grandes, con incrementos de temperatura cercanos a los 50°C.

5 OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE FABRICACIÓN

La determinación del método más adecuado para la elaboración de nuestras probetas constituye uno de los puntos centrales de este trabajo, ya que la precisión y corrección de los resultados obtenidos va a depender en gran medida de las decisiones tomadas con respecto al proceso de fabricación.

El proceso elegido deberá cumplir dos requisitos fundamentales. Por un lado, es necesario que sea robusto y repetible, es decir, nos deberá permitir la obtención de probetas con características muy similares de forma consistente. Por otro lado, tendrá que ser lo suficientemente riguroso desde el punto de vista físico como para garantizar que los resultados obtenidos sean representativos.

En este capítulo se establecerá una cronología del proceso que se ha seguido para optimizar el método de elaboración de las probetas, documentándose los resultados de las distintas pruebas realizadas, los problemas encontrados y las alternativas consideradas para su resolución, justificándose además las decisiones tomadas.

5.1. Definición de objetivos y limitaciones

El objetivo de nuestro proceso de fabricación será la elaboración de una serie de probetas cilíndricas de resina epoxi, que contengan en su interior una esfera de acero. Esta esfera deberá estar centrada con respecto a la sección horizontal de la probeta y, a ser posible, estará situada a la mitad de la longitud de ésta.

El diámetro de nuestras probetas estará limitado, durante la realización de las primeras pruebas, por los 19 milímetros de diámetro máximo que admiten las mandíbulas de la máquina universal de ensayos. Por su parte, la longitud de las probetas deberá ser suficiente como para permitir que un buen agarre por parte de las mordazas. En primera aproximación se estima adecuada una longitud en torno a 150 mm.

Las esferas metálicas no deben estar situadas demasiado cerca de las paredes del cilindro, para evitar la presencia de efectos de borde. Por lo tanto, la limitación del diámetro de la probeta llevará asociada también una limitación del diámetro de la esfera. A lo largo de estas primeras pruebas se decide emplear esferas de dos diámetros: 8 mm y 4 mm.

5.2. Realización de pruebas iniciales

5.2.1. Concepto inicial de molde

Una vez definidas las características de nuestras probetas, será necesaria la elaboración de un molde adecuado a nuestras necesidades, que deberá tener forma de tubo y que podrá ser reutilizable o desechable.

La primera alternativa que nos planteamos es el empleo de un molde reutilizable. En este caso, el requisito principal es que debe permitir una fácil extracción de la probeta. Esto es especialmente complicado si tenemos en cuenta que la resina epoxi se adhiere con facilidad a cualquier tipo de material, hasta tal punto que constituye la base de algunos de los pegamentos más efectivos que existen en el mercado. Por lo tanto, nos planteamos el uso de un material como el teflón, por su bajo coeficiente de rozamiento y sus conocidas propiedades antiadherentes.

Partimos de una barra de teflón de sección circular y con un diámetro de 30 mm, como la que se puede

observar en la Figura 5-1 (izquierda). Mediante la sierra-cinta horizontal, cortamos un trozo de 150 mm, que posteriormente será taladrado mediante una broca de 19 mm. Finalmente, será necesario refrentar el tubo resultante tanto por su base como por su cara superior, con el objetivo de obtener dos superficies planas. El resultado final es el que se observa en la Figura 5-1 (derecha).

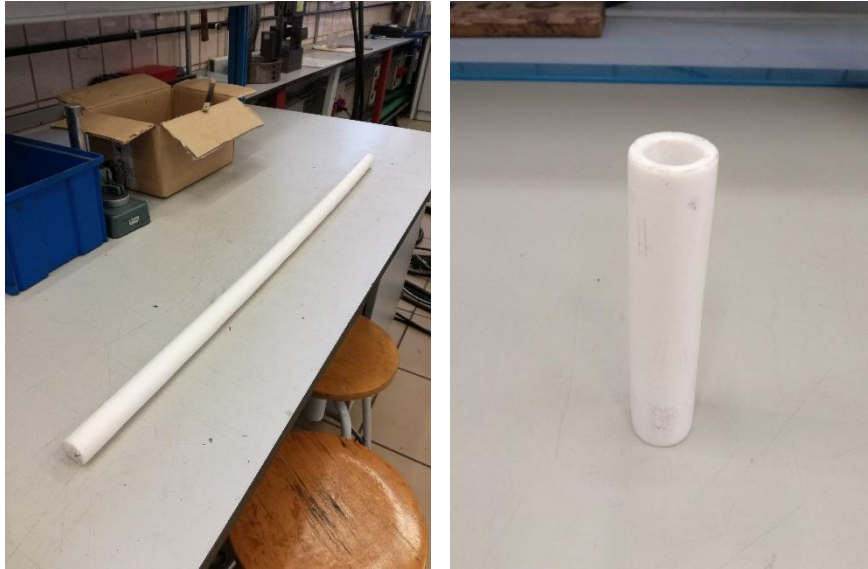


Figura 5-1. Barra maciza de teflón y molde elaborado a partir de ésta.

5.2.2. Obtención de un cilindro transparente de resina

Nuestro siguiente objetivo será comprobar que la resina que hemos adquirido es compatible con nuestras necesidades, y dar con sus condiciones de curado más adecuadas. Para ello, se lleva a cabo una primera prueba a temperatura ambiente, con el molde en vertical y cerrado por su cara inferior usando una lámina de teflón (como las empleadas para realizar una bolsa de vacío para el curado de laminados de material compuesto), apretada mediante una gomilla elástica.

La prueba resulta infructuosa debido a la pérdida de una gran cantidad de resina por la parte inferior, lo que deja patente la necesidad de la elaboración de un tapón que proporcione un cierre adecuado. Para responder a este problema se propone un tapón de teflón como el que aparece en la Figura 5-2, que cuenta con un orificio cilíndrico de 30 mm de diámetro en el que encaja el tubo que sirve como molde, y que se fabrica mediante un taladrado y un posterior refrentado de las superficies en el torno.

Otro inconveniente que nos encontramos en esta primera prueba es que a temperatura ambiente el tiempo de curado de la resina es muy prolongado. El fabricante indica que a 25°C la resina cura en 24 horas y alcanza sus propiedades mecánicas definitivas pasada una semana. Sin embargo, tras 24 horas observamos que la resina no se encuentra completamente curada. Esto se debe a que la temperatura ambiente en el laboratorio durante el curado ha sido menor que la indicada por el fabricante.

Por último, se comprueba que la probeta presenta en su interior una gran cantidad de burbujas de aire que no han sido evacuadas durante el proceso de curado. Cuando se vierte resina en el molde, parte del aire que contiene éste queda atrapado en el interior del fluido. Como nuestras probetas son alargadas y tienen una sección pequeña (y, por lo tanto, poca superficie en contacto con el aire), las burbujas que se encuentran en la parte inferior del cilindro al principio del curado no pueden completar todo su recorrido hacia el exterior. Si calentamos la resina, disminuirá su viscosidad en las fases iniciales del curado, facilitando en gran medida la evacuación de las burbujas, que encontrarán una menor resistencia.

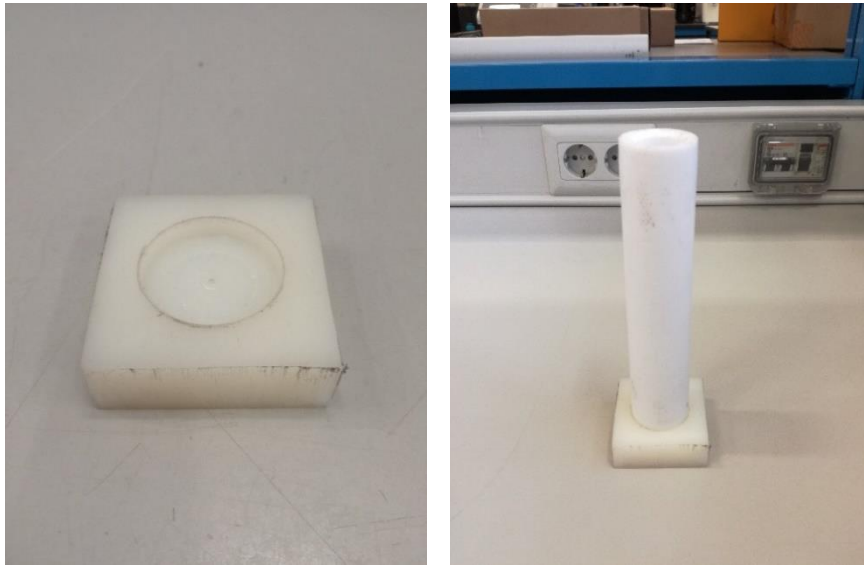


Figura 5-2. Tapón empleado para evitar la pérdida de resina.

Por lo tanto, se decide realizar el curado de las probetas a 60°C en un entorno controlado y a temperatura constante como es el horno de laboratorio. De esta forma se conseguirá, además de reducir el número de burbujas, acelerar enormemente el proceso, que pasa a tener una duración aproximada de tres horas.

Se realiza una segunda prueba en las condiciones anteriormente descritas, empleando únicamente resina (sin introducir ninguna esfera de acero, puesto que este problema será abordado posteriormente). Lo primero que observamos es que existe una pérdida de resina por capilaridad en la zona de ajuste entre el tapón y el cilindro de teflón, a la que en principio no damos importancia por la escasa cantidad de fluido que se pierde.

A pesar del bajo coeficiente de rozamiento que caracteriza al teflón, la gran superficie de contacto que existe entre la resina y el molde hace necesaria la aplicación de una carga concentrada elevada para la extracción de la probeta. Tendremos que recurrir, por lo tanto, al uso de la máquina universal de ensayos. Se apoyará el molde sobre un útil y, con la ayuda de un punzón y de una fuerza que iremos aplicando lentamente a través de dicha máquina, conseguiremos la extracción.

Una vez extraída la probeta, observamos que en su superficie se han acumulado una gran cantidad de burbujas, aunque en la parte interior su número es muy inferior al de la primera prueba. La acumulación de burbujas en la superficie se debe a que la perforación realizada al molde no está pulida, sino que tiene una cierta rugosidad debido a los surcos que deja la broca al penetrar en el material. Las burbujas tienden a adherirse a esta superficie rugosa debido a los efectos de tensión superficial. Este problema se puede solucionar mediante un cilindrado en el torno, en el que se eliminará una cantidad de material relativamente pequeña.

Tras la operación de cilindrado en el torno observamos que la pieza queda opaca, lo cual no nos interesa porque debemos ser capaces de ver la esfera metálica. En general, los plásticos transparentes como el epoxi recuperan su transparencia tras un proceso de lijado y pulido. El lijado de la probeta se realizará en el torno, empleando papel de lija con un tamaño de grano cada vez más fino. El acabado final se obtendrá mediante el uso de un trapo de pulido. Se obtiene un cilindro de resina epoxi con una elevada transparencia, como se observa en la Figura 5-3.



Figura 5-3. Apariencia del cilindro de resina tras el proceso de pulido.

Concluimos, por lo tanto, que la resina adquirida tiene las propiedades de maquinabilidad y transparencia que se requieren para nuestra aplicación.

5.3. Encapsulado de la esfera metálica

El mayor desafío al que nos enfrentamos a la hora de fabricar las probetas es el encapsulado de la esfera de acero en la resina, de forma que quede centrada y manteniendo la continuidad de la interfase en las zonas de interés. A continuación se analizan las distintas alternativas consideradas a la hora de abordar este problema.

5.3.1. Métodos basados en la evolución de la viscosidad de la resina

Estos métodos tratan de aprovechar las variaciones de viscosidad de la resina que se producen durante el curado para posicionar la esfera. Inicialmente, se considera la posibilidad de buscar el instante adecuado para que, tras dejar caer la bola en el interior del molde, vaya descendiendo a la vez que aumenta la viscosidad del fluido, hasta que ésta sea tan grande que la bola detenga su caída y quede inmersa en la resina.

Sin embargo, pronto se comprueba que este método resulta inviable, ya que resulta extremadamente complicado encontrar el instante de tiempo adecuado para dejar caer la bola: si lo hacemos antes de tiempo, la esfera se hundirá rápidamente debido a la mayor densidad del acero, quedando en el fondo del molde. Si la dejamos caer demasiado tarde quedará cerca de la superficie o directamente sobre ella.

El proceso de formación de la goma a 60°C es muy rápido y difícil de predecir: en pocos segundos la resina pasa de ser totalmente líquida a ser prácticamente sólida. A todo esto se une que la reacción de polimerización no ocurre de forma uniforme en toda la resina, y que además es imposible controlar el centrado de la esfera con respecto a la sección del molde. Por lo tanto, se descarta el método al determinarse que no es ni robusto ni repetible.

Otra variación de esta metodología, que también termina siendo descartada, consiste en comenzar el curado de la resina en un vaso de ensayo, y verterla en el molde instantes antes de alcanzar el tiempo de gelificación. Se llenaría el molde hasta la mitad, se dejaría caer la esfera y se rellenaría con el resto de la resina. Esta alternativa presenta una gran falta de repetibilidad, como demuestran los malos

resultados obtenidos durante las pruebas (por ejemplo, la resina curaba en el vaso durante el proceso de vertido).

Tampoco se considera viable llenar la probeta de resina hasta la mitad, esperar a que cure por completo y posteriormente introducir la esfera y llenar el resto del molde con resina líquida. Esta operación, que nos permite crear el efecto de que los objetos están flotando en la resina, es típica del encapsulado de insectos, flores y otros elementos con fines decorativos. Sin embargo, en realidad se trata de la unión entre dos cuerpos distintos de resina, entre los cuales existe una discontinuidad de las cadenas poliméricas. Por lo tanto, al someter el cilindro a tracción, la rotura siempre se producirá en la zona de unión, y no estará relacionada con la aparición del *debonding*, sino con la separación entre los dos cuerpos de resina.

5.3.2. Métodos basados en el magnetismo

Con las alternativas relacionadas con la viscosidad del material ya descartadas, nos planteamos estabilizar la esfera en el seno de la resina líquida mediante el uso de imanes, aprovechando que está fabricada en acero con propiedades ferromagnéticas.

Una primera idea es usar un anillo magnético de ferrita con las dimensiones que se observan en la Figura 5-4: se espera que el campo magnético uniforme que proporciona el anillo nos permita hacer levitar a la esfera de forma estable en su centro.

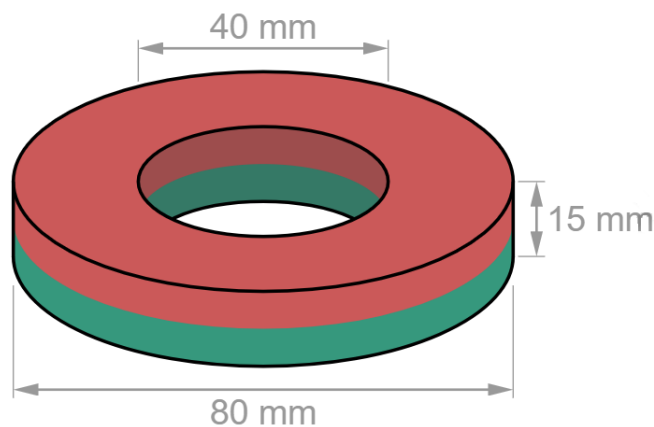


Figura 5-4. Dimensiones del anillo magnético considerado.

Sin embargo, esta idea se descarta tras una breve investigación teórica. El teorema de Earnshaw prueba que no es posible conseguir la levitación estable de un objeto mediante la acción de un campo estático, macroscópico y paramagnético, como el que genera un imán. La intensidad del campo magnético aumenta conforme reducimos la distancia, por lo que, si la esfera se acercara ligeramente a una zona del anillo, comenzaría a ser atraída con mucha más fuerza por dicha zona, y acabaría por pegarse a la pared.

Tampoco es viable la estabilización mediante varios imanes, ya que atendiendo nuevamente al teorema de Earnshaw:

“Un cuerpo paramagnético sometido a cualquier combinación de campos gravitatorios, electrostáticos y magnetostáticos tendrá una posición inestable a lo largo de al menos un eje, pudiendo serlo en cualquier dirección”.

Existen, sin embargo, varias formas de conseguir hacer levitar un objeto, como la estabilización electrónica o el uso de materiales diamagnéticos.

En nuestro caso, la opción más razonable sería la fabricación de un levitador magnético casero con control electrónico. Este tipo de sistemas (ver Figura 5-5) basan su funcionamiento en la regulación del campo magnético generado por una bobina cuando es recorrida por la corriente eléctrica. Un sensor de posición (normalmente un sensor Hall) transmite al controlador información acerca de la desviación que tiene la esfera con respecto a la posición de referencia establecida.

Esta posición se ajusta para que coincida con la altura de levitación deseada. Si la esfera se sitúa por encima de dicha posición, la corriente atravesará la bobina de tal forma que se generará un campo magnético que repela la esfera, mientras que si se sitúa por debajo, el campo magnético generado será tal que la atraiga. Si realizamos este proceso a una frecuencia lo suficientemente alta, conseguiremos que las variaciones de la posición de la esfera sean imperceptibles.

Nótese que para que este sistema funcione de forma adecuada, la esfera debe ser también magnética, puesto que un cuerpo ferromagnético que no fuera un imán se vería siempre atraído por el campo generado por la bobina. Se descarta la posibilidad de imantar la esfera, puesto que las propiedades magnéticas de la misma serían sólo temporales. Si quisiéramos trabajar con una esfera que no fuera un imán permanente, sería necesario estabilizarla mediante la acción de la fuerza de la gravedad y la fuerza de atracción magnética, algo que es menos común y entraña una mayor dificultad.

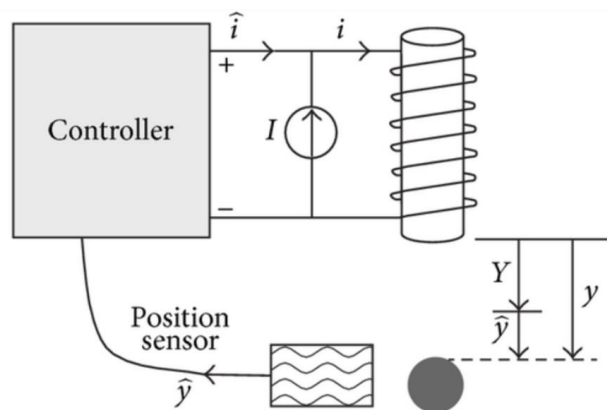


Figura 5-5. Esquema del funcionamiento de un levitador magnético con control electrónico.

El levitador magnético es relativamente sencillo de construir, y el diseño del controlador (ya sea analógico o digital, mediante una placa tipo Arduino) no es excesivamente complejo. Sin embargo, la adopción de este método implica varios inconvenientes:

- El sistema debe estar conectado a una fuente de potencia en todo momento, lo que nos impide el curado de las probetas en el horno. Esto aumenta el tiempo de curado, reduciendo en gran medida el ritmo de producción de probetas que podemos alcanzar.
- El campo magnético generado por la bobina es inversamente proporcional al cuadrado de la distancia. Por lo tanto, las separaciones que podemos conseguir entre bobina y esfera durante la levitación son muy pequeñas (unos 20 mm como máximo). El curado de la probeta con el molde en vertical mediante levitación magnética se considera inviable, puesto que serían necesarias distancias de levitación de unos 70-75 mm, imposibles de conseguir en la práctica. Sí que se considera factible, sin embargo, el curado de la resina colocando el molde en horizontal.
- No se tiene información acerca del comportamiento del sistema de control cuando se hace levitar la esfera en un fluido distinto del aire, tratándose además en este caso de una resina con una viscosidad elevada.

Estos inconvenientes, junto con la inversión de tiempo necesaria para la implementación de un sistema de control electrónico que ni siquiera nos ofrece garantías completas de funcionamiento, nos hacen

contemplar esta alternativa como un último recurso, centrándonos en la búsqueda de un método más simple.

5.3.3. Métodos basados en la sujeción de la esfera

Las grandes dificultades encontradas hasta este punto para encapsular la esfera en la resina manteniendo una interfase continua entre ambas hacen que nos planteemos un método tan evidente como robusto y repetible: la sujeción de la esfera mediante un hilo. Aunque es cierto que esto implica romper la continuidad de la interfase, si conseguimos demostrar que la presencia del hilo no influye en el comportamiento a tracción ni en la rotura de la probeta (iniciación o propagación de la grieta), podremos dar por válidos los resultados obtenidos.

Una buena opción puede ser emplear hilo de pescar de nylon muy fino (0.3 mm de diámetro) para sujetar la bola. Este hilo es muy resistente y fácil de cortar de forma limpia, algo que facilitará el pegado posterior. Otra posibilidad es usar hilo de algodón para hilvanar. Se cree que la buena absorción que caracteriza al algodón podría hacer que se fusione con la resina, generando un cuerpo continuo. Sin embargo, tras varias pruebas se observa que el hilo se puede extraer de la resina, por lo que el cuerpo generado no tiene mayor continuidad que si usamos hilo de nylon. Otra desventaja del hilo de algodón es que está compuesto por una serie de hebras que hacen más complicado obtener un corte regular, lo que dificulta el pegado posterior. Se decide, por lo tanto, emplear hilo de nylon.

La longitud del hilo tendrá que ser la correcta para que la esfera quede justo a la mitad de la longitud de la probeta, teniendo en cuenta que esta va a ser curada en vertical. Llamando d al diámetro de la esfera y teniendo en cuenta que la longitud de nuestro molde es $L=150$ mm, la longitud del hilo será:

$$l = \frac{150 - d}{2} \text{ (mm)} \quad (5.1)$$

Para unir el hilo a la esfera se empleará pegamento de contacto para bandas extensométricas. Este pegamento, que ofrece unas excelentes propiedades adhesivas, se almacena en una nevera a baja temperatura para favorecer su conservación. Tras mojar ligeramente el extremo del hilo en una gota de pegamento, comprobamos que en pocos segundos queda adherido a la esfera. El otro extremo del hilo se unirá a una pequeña pieza metálica que emplearemos para soportar la esfera, así como para facilitar su centrado con respecto a la sección del molde.

El uso de este procedimiento queda validado tras la obtención de las primeras probetas con una esfera encapsulada en su interior. Sin embargo, nos encontramos también con una serie de defectos cuya subsanación se comentará en apartados posteriores.

5.4. Subsanado de defectos

Durante el análisis de las primeras probetas obtenidas mediante el método descrito en el apartado anterior, observamos la presencia de una serie de defectos relacionados con la entrada de aire en el molde. Estas imperfecciones deberán ser eliminadas o reducidas en la medida de lo posible, de forma que no afecten a la fiabilidad de los resultados obtenidos durante los ensayos. Asimismo, se debe asegurar que la presencia del hilo no introduzca ningún tipo de distorsión, modificando su posición de ser necesario.

5.4.1. Eliminación de cavidades

El primer defecto que podemos observar en las probetas es la existencia de grandes cavidades en su mitad inferior, situadas en torno a la zona de cierre del molde mediante el tapón (ver Figura 5-6). Estas cavidades no aparecieron durante la realización de los ensayos preliminares, por lo que se concluye que son debidas a un deterioro progresivo del ajuste entre el molde y el tapón.

Se comprueba que, en efecto, cada desmoldeo contribuye al deterioro del molde: puesto que el teflón

es un material relativamente blando, la presión ejercida sobre la cara superior por la máquina universal de ensayos durante la extracción hace que la cara inferior se deforme, dejando de ser plana y haciendo que el ajuste con el tapón ya no sea adecuado. Esto tiene como consecuencia la formación de cámaras en las que se acumula aire, que posteriormente se inyecta en la resina durante el proceso de curado en forma de grandes burbujas. Al tratar de salir hacia el exterior, estas burbujas acaban produciendo cavidades, como las que se pueden observar en las probetas de la Figura 5-6.

A pesar de que estas cavidades se sitúan generalmente en la zona de agarre de mordaza, en algunos casos su gran tamaño y profundidad pueden hacer inutilizable la probeta. Se hace necesaria, por lo tanto, la adopción de alguna de las siguientes soluciones:

- Llevar a cabo un refrentado de las superficies del molde y el tapón después de cada uso, para garantizar que el ajuste entre ambos sea correcto. Esto añade más complejidad al proceso de fabricación, haciendo que en la práctica el molde no sea reutilizable después de cada uso.
- Emplear una junta de silicona para absorber las irregularidades de la superficie del molde y sellar la unión entre éste y el tapón. Se considera como la opción más adecuada, debido a su sencillez y efectividad.

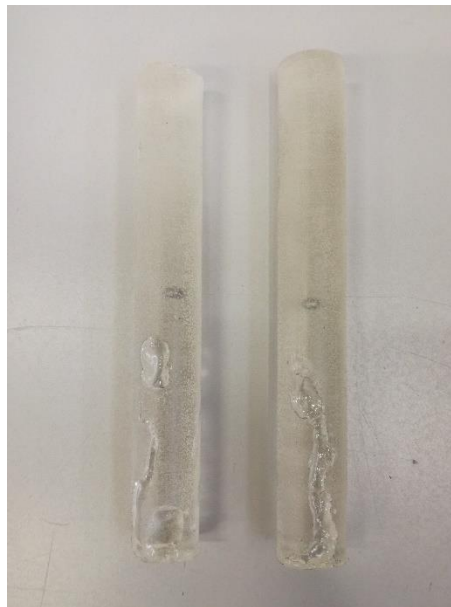


Figura 5-6. Aparición de cavidades en la resina debido a la entrada de aire.

5.4.2. Eliminación de defectos de los polos de la esfera

5.4.2.1 Eliminación de burbujas

El segundo tipo de defecto que observamos en nuestras probetas es la presencia de burbujas en la mitad inferior de la esfera metálica. En el apartado 5.2.2 se comprobó que mediante el curado de la resina a una temperatura de 60°C conseguíamos la evacuación del aire atrapado. Sin embargo, en aquel momento nos centrábamos en comprobar que la resina era adecuada para nuestro propósito, y no introducíamos ninguna esfera en el molde.

La presencia en el seno de la resina de la esfera supone un obstáculo para la salida de las burbujas, que quedan adheridas a la superficie de ésta debido a los efectos de tensión superficial. Este comportamiento será más acusado cuanto mayor sea el tamaño de la esfera. Se aprecia incluso la existencia de una estela formada por las burbujas que consiguen escapar de la influencia de la esfera, pero no consiguen completar su salida al exterior antes de producirse la gelificación.

Si curamos la resina con el molde en vertical, la mayor concentración de burbujas se dará en torno al polo inferior de la esfera de acero. Como se vio en el Capítulo 2, el despegue inicial de la matriz tenderá a producirse en el polo superior o en el inferior, propagándose posteriormente la grieta hasta provocar la rotura de la probeta. La acumulación de burbujas en el polo inferior supone que la interfase no será continua, actuando la zona discontinua como un concentrador de tensiones que podría provocar que la rotura tienda a ocurrir en ese punto.

Cabe remarcar que los defectos debidos a la acumulación de burbujas son una consecuencia de la pequeña relación superficie libre-altura de la probeta, que dificulta la evacuación del aire atrapado en la resina. En efecto, si dejamos reposar la misma cantidad de resina que empleamos para llenar el molde en un vaso de mezcla, que tiene una relación superficie libre-altura mucho mayor, observamos que las burbujas se trasladan de forma natural a la superficie pasados unos minutos, a temperatura ambiente. Si dejamos curar completamente la resina en el vaso de mezcla, obtendremos una pieza completamente cristalina y libre de burbujas, incluido en los alrededores de la esfera.

Con el objetivo de evitar la acumulación de burbujas en la mitad inferior de la esfera, se recubre esta última de una película de resina antes de introducirla en el molde. Se pretende que dicha película facilite que las burbujas resbalen en lugar de adherirse por los efectos de la tensión superficial. Sin embargo, se comprueba que esta idea, que parece tener sentido desde el punto de vista teórico, no funciona en la práctica.

Otro método que tampoco proporciona los resultados esperados consiste en comenzar el curado de la resina en un vaso de ensayo que se introduce en el horno a 60°C, vertiéndola en el molde a la misma temperatura pasados unos minutos, una vez que hayan desaparecido las burbujas. Tras completarse el curado de la resina, se observa que no solo no han desaparecido las burbujas del polo inferior de la esfera, sino que además han aparecido otras nuevas en el interior del cilindro. Esto se debe a que cuando se vierte la resina en el molde, parte del aire que se encuentra en el interior de éste queda atrapado en el fluido. En este punto, su viscosidad es ya más elevada por haber comenzado el proceso de curado, dificultando la evacuación de las burbujas que se inyectan.

Será necesario, por lo tanto, recurrir a alguno de los siguientes métodos, más sofisticados:

- Realizar una desgasificación mediante ultrasonidos de la resina. Este método consiste en introducir el molde al baño maría en un recipiente que se hace vibrar a muy alta frecuencia, facilitando la evacuación de las burbujas. El laboratorio no cuenta, sin embargo, con el aparato necesario para ejecutarlo (ver Figura 5-7, izquierda).
- Curar la probeta en el interior de una bolsa de vacío. La preparación de bolsas de vacío (ver Figura 5-7, derecha) es frecuente en el proceso de curado de todo tipo de probetas de material compuesto, por lo que se trata de una alternativa muy cómoda de realizar en el laboratorio.

Se considera, por lo tanto, que el segundo método es el más viable. Su principal inconveniente a priori es que la aplicación del vacío podría conducir a la succión de parte de la resina del interior de la probeta. Para minimizar la cantidad de resina perdida, se cubrirá la parte superior del molde con varias tiras de corcho. El corcho tiene la ventaja de que es permeable al aire, pero dificulta en gran medida la salida de la resina.

Tras la realización de una bolsa de vacío adaptada para el curado en vertical, que introducimos en el horno durante tres horas, obtenemos una probeta completamente libre de burbujas. Sin embargo, observamos que la esfera no está centrada, debido a que durante el curado el molde se ha inclinado ligeramente como consecuencia de las irregularidades de la bolsa de vacío. Este inconveniente, junto con la interferencia del hilo con la rotura de la interfase, que se comentará en detalle en el siguiente apartado, nos hará decantarnos finalmente por un curado en horizontal.



Figura 5-7. Posibles métodos para la eliminación de burbujas de la resina.

5.4.2.2 Modificación de la posición del hilo de nylon

La presencia del hilo en el polo superior de la esfera supone también una discontinuidad en la interfase, además de un posible concentrador de tensiones. Por lo tanto, la iniciación de la rotura en uno de los polos podría estar más relacionada con la importancia de los defectos que existen en dicho polo que con un verdadero despegue de la interfase. Por ejemplo, en una probeta con una esfera sujeta mediante un hilo por el polo superior y con burbujas en el polo inferior, si el defecto provocado por las burbujas es más importante, la grieta se iniciará en el polo inferior, mientras que si es más importante el efecto del hilo, la rotura se producirá en el polo superior.

A modo de prueba, se llevan a cabo dos ensayos de tracción empleando probetas curadas en vertical y con presencia de burbujas en el polo inferior. Se observa que la rotura se produce, como era de esperar, en los polos de la esfera. En una de las probetas, la rotura se produjo en el polo inferior, mientras que la otra rompió por el polo superior. Si bien esto en principio concuerda con los resultados esperados, no podemos garantizar que las discontinuidades existentes no estén introduciendo una cierta distorsión en los resultados obtenidos.

El curado de la resina manteniendo el molde en horizontal nos permitirá solventar los problemas asociados a la presencia del hilo: aunque la interfase siga siendo discontinua, la esfera pasará a estar sujeta por uno de sus laterales, esto es, por una zona que no interviene de forma alguna en la rotura de la probeta.

Este cambio en la forma de curado implica que será necesario incorporar un nuevo tapón a nuestro molde de teflón, y practicarle un taladro que cumplirá una doble función: nos servirá para introducir la esfera y para permitir la evacuación del aire. La adopción de esta modificación no está exenta de inconvenientes:

- La extracción de la probeta tendrá ahora una mayor complejidad, puesto que si la resina ocupa parte del volumen del taladro, no será posible la extracción mediante la máquina universal de ensayos, por el riesgo de dañar la pieza o el propio molde. Si mantenemos el concepto inicial de molde, será necesario realizar un fresado para eliminar el volumen sobrante de resina antes de proceder a la extracción por el método habitual.
- La pérdida de resina en una probeta curada en horizontal por la acción del vacío es más delicada, ya que dará lugar a la formación de cavidades en la probeta. Estos defectos suelen situarse en lo que posteriormente será la zona de agarre de mordaza, por lo que, si la probeta

tiene una longitud suficiente, no deberían influir en nuestros resultados.

A pesar de estas desventajas, la posibilidad de obtener probetas con una interfase continua en la zona de interés nos hace apostar finalmente por un curado con el molde en horizontal.

5.5. Curado en horizontal en tubo de PVC

La necesidad que se ha identificado en el apartado anterior de realizar distintas operaciones de mecanizado para la extracción de la probeta y la corrección de irregularidades hace que el empleo de un molde reutilizable pierda sentido. Se plantea, por lo tanto, el uso de un molde desechable, que será eliminado mediante un mecanizado en el torno para obtener la probeta. El material de dicho molde deberá ser barato y fácil de trabajar: el PVC, que además se comercializa generalmente en forma de tubo, representa una buena alternativa.

Una vez establecido el material de trabajo, será necesaria la determinación de los diámetros interior y exterior de los tubos. El empleo del PVC como componente fundamental de las instalaciones sanitarias actuales hace que se pueda adquirir en numerosos formatos, siendo más comunes los tubos rígidos de 40 y 32 milímetros de diámetro exterior.

Teniendo en cuenta que durante la realización de ensayos preliminares se está trabajando con probetas de 19 milímetros, y que los espesores de las paredes de los tubos suelen ser del orden de pocos milímetros, sería factible emplear un tubo de 25 milímetros de diámetro: nos permitiría ahorrar resina, además de reducir el tiempo de mecanizado en el torno. Sin embargo, es necesario considerar que el exceso de material nos permitirá compensar los defectos superficiales de la probeta.

En efecto, el curado en horizontal hace que la pérdida de una pequeña cantidad de resina por acción del vacío sea inevitable, si bien es posible minimizarla mediante un correcto sellado de la abertura circular por la que introducimos la esfera. Esta fuga provocará que haya pequeños huecos en la parte superior de la probeta, por lo que el diámetro interior debe ser tal que tras eliminar mediante un cilindrado los defectos y grietas superficiales, nos quede una probeta de al menos 19 mm de diámetro.

Se decide, por lo tanto, partir de un tubo de PVC de 32 mm de diámetro, y con un espesor de pared de 3 mm, lo que significa que su diámetro interior es de 26 milímetros. En un principio elegimos una longitud de probeta de 150 milímetros, que se irá ajustando en función de los resultados obtenidos.

Para el cierre del tubo de PVC se emplearán dos tapones tipo hembra, específicos para tubos de 32 milímetros. Para garantizar un correcto sellado de la unión, de forma que se evite la entrada de aire en el molde, emplearemos pegamento para PVC. Al igual que en el caso del teflón, será necesaria la realización de un taladro en el molde, situado a la mitad de la longitud total de éste, que permita la colocación de la esfera en el lugar adecuado.



Figura 5-8. Conjunto molde-soporte en la posición de curado.

Para evitar que el conjunto ruede y se desplace durante el curado debido a la forma cilíndrica del molde, será necesario fabricar un soporte de madera en el que encaje. La Figura 5-8 muestra el conjunto completo en la posición que tendría durante el curado.

En un primer intento se opta por un bloque de madera al que se le ha practicado una incisión a modo de cuña (ver Figura 5-9, izquierda), pero se comprueba que la presión ejercida por el vacío, combinada con el ablandamiento que sufre el PVC al estar operando a su temperatura máxima de servicio (60°C), hace que el molde se deforme, adoptando en su cara inferior la forma de cuña de su soporte.

Esto deja patente la necesidad de fabricar un soporte que tenga una acanaladura que, en lugar de tener forma de cuña, tenga forma cilíndrica y se adapte al contorno del molde. Este nuevo soporte se observa en la Figura 5-9, derecha.



Figura 5-9. Comparativa entre los dos soportes de madera empleados a lo largo de las pruebas.

Tras la ejecución de los procesos de cilindrado y pulido, obtenemos una serie de probetas cuyas propiedades son ya muy cercanas a las buscadas. No obstante, tras la fabricación de tres probetas de prueba, observamos que la esfera se encuentra, en todos los casos, descentrada (ver Figura 5-10). Este problema está asociado al desplazamiento del soporte de la esfera durante el proceso de elaboración de la bolsa de vacío, que es relativamente brusco, así como a las irregularidades de la propia bolsa, que hacen que el hilo que soporta la esfera acabe adquiriendo una cierta inclinación con respecto al molde.



Figura 5-10. Probetas con esfera descentrada.

Por lo tanto, la solución pasará por fijar correctamente el soporte de la bola al molde, mediante el uso de pegamento fuerte de uso convencional (cianocrilato). Además, se comprobará mediante un inclinómetro que los soportes estén nivelados. Por último, se realizará la bolsa de vacío sobre una plancha de aluminio, garantizándose así que la superficie de apoyo sea perfectamente vertical. La adopción de estas modificaciones nos permite, finalmente, la obtención de una probeta en la que la esfera se encuentra centrada, como se aprecia en la Figura 5-11.

Hemos cumplido, por lo tanto, nuestro objetivo de fabricar una probeta con un alto grado de transparencia, sin presencia de burbujas, y en la que la esfera se encuentra centrada con respecto a la sección horizontal y no presenta defectos en los polos que pudieran funcionar como concentradores de tensiones.



Figura 5-11. Probeta obtenida tras la optimización del proceso de fabricación.

5.6. Empleo de la resina Resoltech WWA/WWB4

El repentino cierre de la empresa proveedora de la resina epoxi EL CAIRO, empleada a lo largo de nuestro estudio, nos obliga a buscar una alternativa para abordar la fabricación en serie de las probetas definitivas. Se decide adquirir, por lo tanto, una resina epoxi de alta calidad (Resoltech WWA- WWB4), específica para colada, y que es suministrada por la empresa Castro Composites.

El cambio en la resina empleada implica que tendremos que comenzar un nuevo período de pruebas con el objetivo de encontrar el método de fabricación que mejor se adapte a las propiedades de esta. Tras la realización de una primera prueba siguiendo el método empleado para la fabricación con la resina EL CAIRO, se observan una serie de diferencias en el resultado:

- La adherencia de la nueva resina al molde de PVC es menor, por lo que cuando se rebaja el espesor de este último, tiende a desprenderse de la pieza como una cáscara. Esto es indicativo de que esta resina es más adecuada para la realización de coladas en molde que la anterior.
- La nueva resina no se encuentra completamente curada tras pasar el mismo tiempo en el horno a 60°C que la resina antigua, presentando un aspecto gomoso. Se observa también un cierto deterioro de las propiedades de la resina, derivada de exposición a temperaturas demasiado altas durante el curado.
- Las cavidades existentes en la pieza aparecen ahora también en la zona central, lo que supone un inconveniente al ser la zona en la que se sitúa la esfera. En un principio, esto se achaca a

la resina perdida al realizar el vacío.

- La total ausencia de burbujas de aire atrapadas en la pieza nos lleva a pensar que la realización del vacío no es necesaria con esta nueva resina.

Tras consultar con un representante técnico de la empresa suministradora, se decide curar la resina en el horno durante un período de tiempo prolongado (16 horas) a una temperatura de 35°C, para asegurarnos de que gelifique por completo. De esta forma conseguiremos acelerar el proceso con respecto al realizado a temperatura ambiente, pero sin degradar las propiedades de la resina. Una vez que se ha producido la gelificación, será posible someter la resina a un post-curado a 60°C para mejorar sus propiedades mecánicas. Se decide, asimismo, introducir las probetas directamente en el horno, sin necesidad de fabricar una bolsa de vacío.

El resultado es una probeta correctamente curada y con ausencia total de burbujas. Mediante el empleo de una resina de mayor calidad, se ha conseguido, por lo tanto, eliminar del proceso de fabricación el que probablemente era el paso más delicado, complejo y que requería una mayor inversión de tiempo: la realización de la bolsa de vacío.

Sin embargo, la presencia de cavidades en la zona central del molde sigue representando un problema. Este fenómeno no se encuentra relacionado, por lo tanto, con la pérdida de resina por la aplicación de vacío, sino con la formación de cámaras de aire en el interior de los moldes durante el llenado. Para evitarlas, se decide practicar dos respiraderos, situados a la misma distancia del taladro central por donde se introduce la esfera, y con sus centros alineados con el de éste, tal y como se aprecia en la Figura 6-8, del capítulo siguiente. Estos respiraderos permitirán una evacuación más sencilla del aire que queda atrapado en el interior del molde.

Tras la adopción de esta última modificación, se consigue alejar la cavidad de la zona de interés, produciéndose ésta en la zona de agarre de mordaza, donde su presencia no supone ningún inconveniente.

6 FABRICACIÓN DE LAS PROBETAS

En este capítulo se van a describir, secuencialmente y de forma detallada, los pasos necesarios para la elaboración de las probetas de resina que emplearemos en nuestros experimentos, según el método determinado en el capítulo anterior. De esta forma se pretende facilitar la realización de proyectos posteriores que ampliarán el contenido de nuestro estudio, o que requirieran la fabricación de probetas similares.

6.1. Elaboración del molde

Para la fabricación del molde partiremos de un tubo de PVC de grandes dimensiones, que será cortado manualmente a la longitud deseada mediante una sierra para metal. Para facilitar el corte, se fijará la posición del tubo mediante una mordaza. Posteriormente se procederá al limado de la superficie cortada, con el que se eliminará cualquier tipo de irregularidad.



Figura 6-1. Agarre mediante mordaza del tubo de PVC para situarlo en su posición de corte.



Figura 6-2. Sierra para metal y lima empleadas.

A continuación, se procederá al sellado del molde mediante el pegado de los tapones de PVC en los

extremos. Para ello se seguirán los siguientes pasos:

1. Mediante una lija de grano semi-grueso (número de grano 80), lijamos los extremos de la probeta, así como la cara interna de los tapones, hasta que desaparezca la capa superficial pulida de PVC.
2. Limpiamos la superficie recién lijada empleando acetona, para eliminar cualquier resto de material que pudiera dificultar el pegado.
3. Aplicamos el pegamento para PVC (ver Figura 6-3) en el extremo del tubo y lo cerramos mediante el tapón.



Figura 6-3. Adhesivo específico para PVC.

4. Empleando una hoja de papel desechable, distribuimos el pegamento sobrante por el contorno de la unión, sellándola por completo. Antes de repetir la operación en el otro extremo, esperaremos hasta que el pegamento esté totalmente seco.



Figura 6-4. Lijado de los extremos del tubo y posterior pegado de los tapones de PVC.

Una vez que hayamos conseguido sellar herméticamente el molde, llegará el momento de realizar el orificio a través del cual introduciremos la esfera en el molde, así como los dos orificios laterales o respiraderos. Estos taladros serán ejecutados mediante una taladradora-fresadora de tres ejes del fabricante ERLO, como la que se observa en la Figura 6-6. Se seguirá la siguiente secuencia de

pasos:

1. Ayudándonos del calibre pie de rey (ver Figura 6-5), determinamos el punto medio de la longitud del molde, que marcamos mediante rotulador permanente. Del mismo modo, marcamos los puntos correspondientes a un cuarto y tres cuartos de la longitud del molde y que deberán encontrarse alineados con el primero.



Figura 6-5. Calibre pie de rey empleado para realizar las mediciones.

2. Elegimos una broca de tamaño adecuado para la esfera que se quiere introducir, teniendo en cuenta que debe existir una cierta holgura para permitir el posicionamiento y centrado de la misma. Por ejemplo, en el caso de que queramos introducir una esfera de 8 milímetros de diámetro, escogeremos una broca de 10.25 milímetros de diámetro. Situamos la broca en el porta-brocas.

3. Fijamos el molde mediante la mordaza que incorpora la taladradora, y empleamos el control en tres ejes para situar el taladro sobre la marca que realizamos previamente sobre el molde y a una altura adecuada para realizar la perforación. La Figura 6-6 (izquierda) muestra el resultado de este posicionamiento.

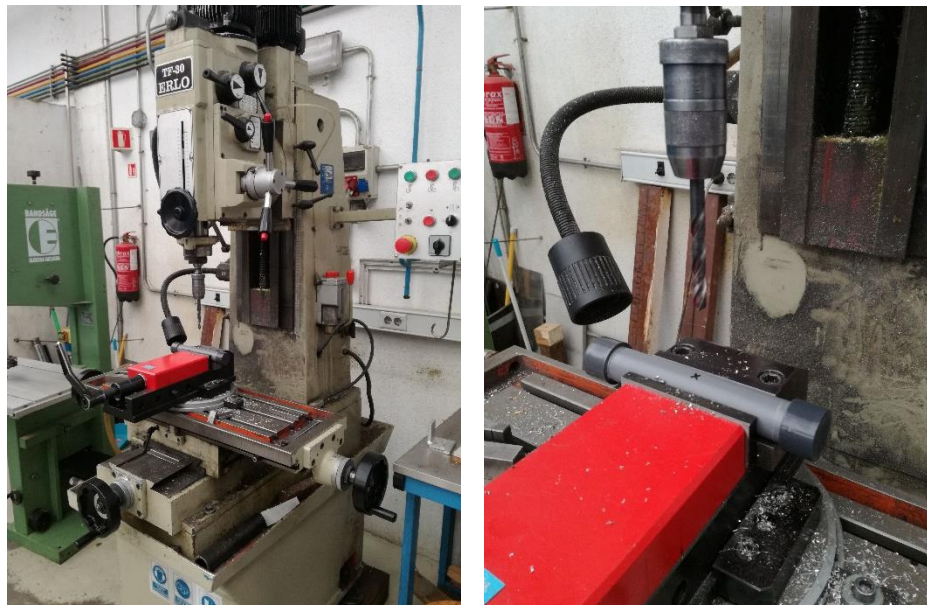


Figura 6-6. Vista general de la taladradora-fresadora y detalle de la posición del molde.

4. Mediante las palancas de cambios situadas en la parte superior de la máquina, seleccionamos una velocidad de giro adecuada para el taladrado de un plástico blando como es el PVC.
5. Hacemos descender la broca, realizando la perforación.
6. Cambiamos la broca por una de diámetro algo menor (por ejemplo, de 8 mm si el agujero central es de 10.25 mm) y repetimos los pasos 3,4 y 5 para realizar los respiraderos.
7. Repasamos el contorno de los taladros mediante un desbarbador como el que se observa en la Figura 6-7, eliminándose de esta forma los restos de material que no se desprenden totalmente durante el taladrado.



Figura 6-7. Desbarbador empleado para el perfeccionamiento del contorno del taladro.

Tras la ejecución de todos estos pasos, habremos completado la fabricación del molde desechable, cuyo aspecto final se puede visualizar en la Figura 6-8.



Figura 6-8. Aspecto definitivo del molde desechable de PVC.

6.2. Preparación del conjunto esfera - hilo - soporte

Como se comentó en el Capítulo 5, para unir la esfera al hilo, y a su vez unir este último a su soporte, se empleará pegamento de contacto para bandas extensométricas (ver Figura 6-9). Este pegamento deberá sacarse de la nevera donde se almacena al menos 30 minutos antes de su utilización, de forma que adquiera la temperatura ambiente.

Mientras esperamos a que el pegamento alcance la temperatura adecuada, cortaremos el hilo de nylon (ver Figura 6-10, izquierda). Teniendo en cuenta que el curado se va a realizar con el molde en horizontal, se determina que la longitud del hilo, para un molde de diámetro exterior D y una esfera de diámetro d , deberá ser:

$$l = \frac{D - d}{2} \quad (6.1)$$

Para realizar las medidas nos ayudaremos de un calibre pie de rey. El corte se realizará mediante un cúter (ver Figura 6-10, derecha).



Figura 6-9. Pegamento de contacto para bandas extensométricas.



Figura 6-10. Hilo de pescar de 0.3 milímetros y cúter empleado para el corte.

Por otra parte, se empleará un alambre de pequeño diámetro como soporte para el conjunto hilo-esfera; este alambre se apoyará sobre el molde, facilitando el posicionamiento y centrado de la esfera.

Tanto la esfera como los extremos del hilo y el soporte metálico se limpiarán con acetona con el objetivo de eliminar cualquier resto de grasa o suciedad que pudiera dificultar el pegado. A continuación, se verterá una gota de pegamento sobre una lámina de teflón, se mojará en ella el extremo del hilo y se pegará al soporte. Para la mejor sujeción del hilo, que es muy fino y generalmente tendrá también una longitud pequeña, emplearemos unas pinzas. La unión se producirá cuando exista contacto entre las superficies de ambos cuerpos. Ayudándonos del soporte, mojaremos el otro extremo del hilo en el pegamento y lo uniremos a la esfera.

El resultado de estas operaciones se puede observar en la Figura 6-11, en la que el soporte se ha apoyado sobre una plataforma, para facilitar la visión del conjunto.



Figura 6-11. Conjunto formado soporte metálico, hilo y esfera.

6.3. Preparación y vertido de la colada

El siguiente paso en nuestro proceso de fabricación será la preparación de la colada. En el caso de la resina Resoltech, el fabricante indica que para la obtención de la versión rígida, la proporción en peso base/endurecedor deberá ser de 100/40. Para asegurarnos de que esta proporción se obtenga con la mayor exactitud posible, vamos a realizar el pesaje de los distintos componentes en una balanza de precisión. Se protegerá la báscula mediante una lámina de teflón para evitar salpicaduras de resina, cuya solidificación podría suponer un problema. El tarado se realizará teniendo en cuenta tanto el peso de esta lámina como el del vaso en el que se realizará la mezcla (véase la Figura 6-12).

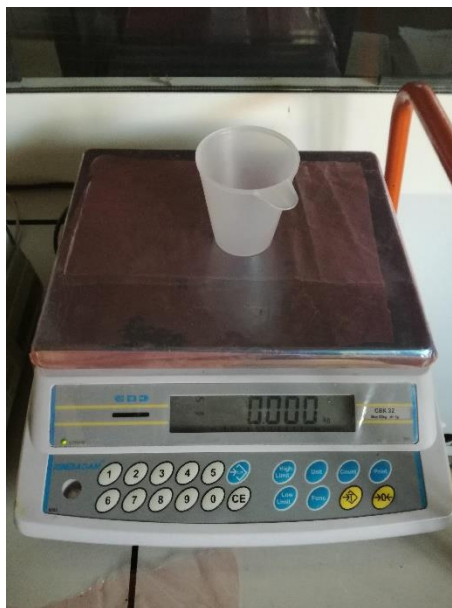


Figura 6-12. Báscula empleada para la realización del pesaje.

Durante el mezclado de los dos componentes en el vaso se recomienda no remover el producto de forma demasiado enérgica, para evitar la aparición de burbujas de aire. Cuando la mezcla sea perfectamente homogénea y transparente, la dejaremos reposar durante 5-10 minutos, consiguiendo de esta forma que las burbujas existentes se trasladen a la superficie, donde podremos eliminarlas simplemente soplando sobre ellas.

Mientras esperamos al desaireado de la resina, prepararemos los moldes y sus soportes para el vertido. Si queremos garantizar que la esfera quede centrada con respecto a la sección de la probeta, necesitaremos comprobar que las distintas superficies sobre las que estemos trabajando sean perfectamente horizontales.

De todas estas superficies, la que tiene mayor capacidad de introducir distorsiones es el soporte de madera sobre el que apoyamos el molde. Por lo tanto, mediante un inclinómetro, como el que aparece en la Figura 6-13, obtendremos su ángulo de inclinación con respecto a la horizontal, que idealmente debería ser inferior a 1° . En caso de que no lo sea, se deberá realizar un lijado de las superficies superior e inferior del soporte para garantizar un apoyo correcto.



Figura 6-13. Inclinómetro digital empleado.

A continuación, apoyaremos el molde sobre el soporte de madera y centraremos el taladro de forma que quede perfectamente horizontal, tal y como se puede observar en la Figura 6-14, izquierda. Cabe destacar que el soporte de madera deberá ser previamente envuelto en una lámina antiadherente de teflón, para evitar que se adhiera al molde por medio de la resina que se pudiera perder durante el curado.

Una vez preparados los moldes, verteremos en ellos la resina lentamente y con cuidado, para evitar la incorporación de aire y las salpicaduras. De ser necesaria más precisión, se puede emplear una jeringuilla para realizar la inyección. El llenado se prolongará hasta que la resina rebose por los tres taladros practicados en el molde.

Finalmente, introduciremos la esfera en el molde y, ayudándonos de su soporte metálico, procederemos al centrado. Una vez que la posición sea la adecuada (ver Figura 6-14, derecha), se fijarán los extremos del soporte al molde empleando pegamento fuerte de uso convencional (cianocrilato) para evitar cualquier tipo de desplazamiento durante la manipulación del mismo, tal y como se comentó en el Capítulo 5.

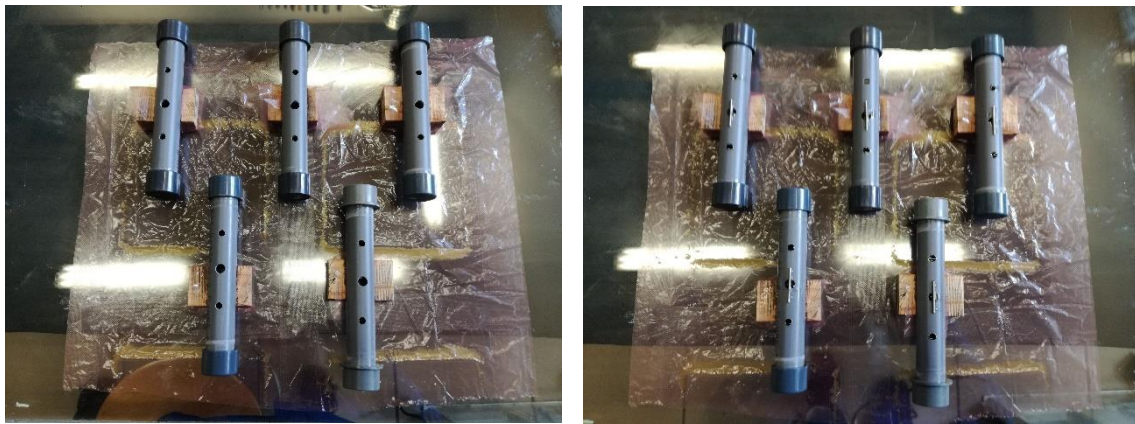


Figura 6-14. Disposición de los moldes previa y posterior al centrado de la esfera.

6.4. Curado de la resina

Tras la realización de la colada y la colocación de la esfera en el lugar adecuado, se llevará a cabo el curado de la resina en el horno de laboratorio (ver Figura 6-15). Para la resina Resoltech WWA/WWB4, la temperatura de curado será 35°C, y la duración será de aproximadamente 20 horas. Posteriormente, se llevará a cabo un post-curado en el que se someterá la resina a una temperatura de 60°C durante un período de 4 horas.



Figura 6-15. Horno de laboratorio empleado para el curado de la resina.

En todos los casos, se protegerá la rejilla del horno con una lámina de desmoldeante, evitándose así que la resina que se pudiera perder durante el proceso acabe impregnando el horno.

6.5. Cilindrado y lijado de las probetas

6.5.1. Cilindrado

La extracción de las probetas de sus respectivos moldes se efectuará mediante un cilindrado en el torno (ver Figura 6-16); se rebajará el espesor del molde hasta que éste desaparezca por completo o se desprenda de la probeta como una cáscara.



Figura 6-16. Torno manual Pinacho S-90/180.

Antes de comenzar a cilindrar las piezas, será necesario determinar la velocidad de giro y la herramienta de corte más adecuadas para el tipo de material que vamos a trabajar. Tanto el PVC del molde como la resina epoxi son materiales blandos, por lo que se podría realizar la operación con velocidades de giro relativamente pequeñas. Sin embargo, se decide emplear una velocidad media-alta con el objetivo de obtener un buen acabado superficial. En cuanto a la herramienta, se elige un inserto cerámico con forma circular, que es el más adecuado para trabajar con plásticos.

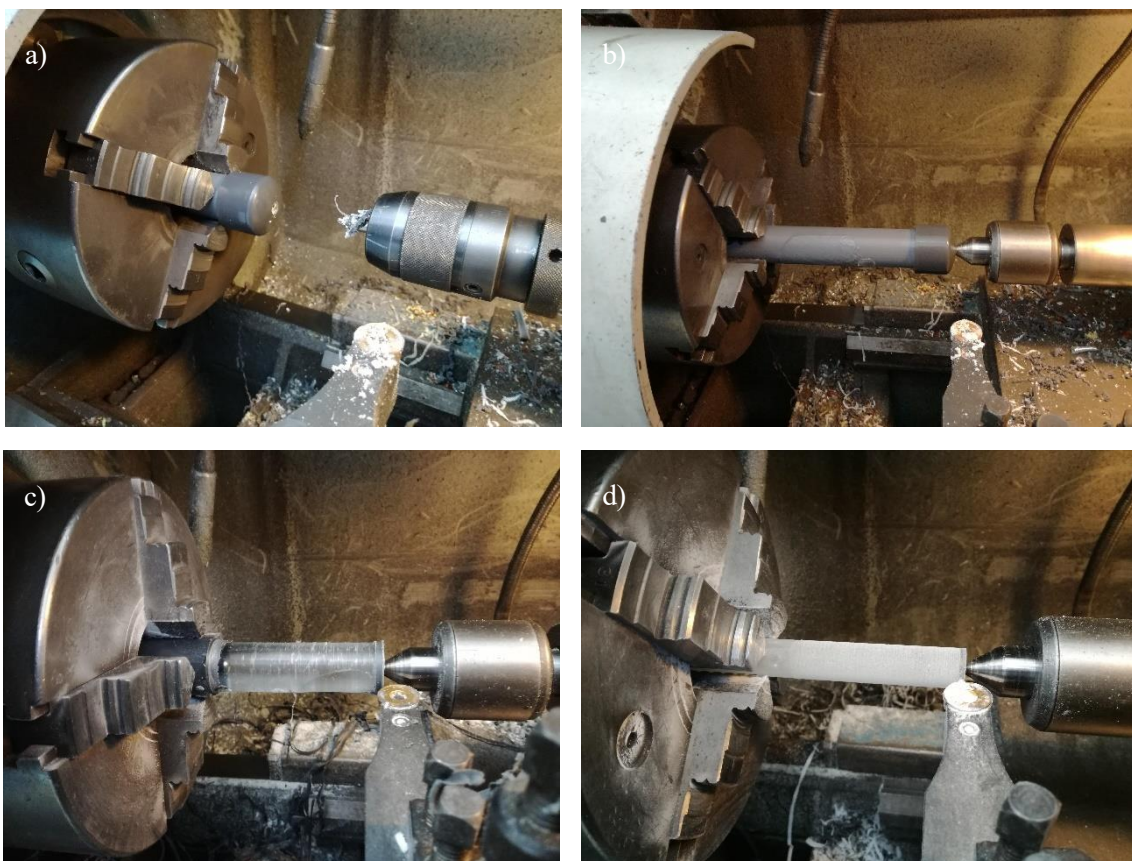


Figura 6-17. Distintas fases del cilindrado de una probeta.

La Figura 6-17 muestra las distintas fases del proceso de cilindrado. El primer paso será fijar el molde en la posición de trabajo. Para ello, practicaremos en primer lugar un pequeño taladro (a) que nos

permitirá introducir el punto giratorio del torno (b). Esta herramienta, cuyo extremo gira junto con la pieza, nos permite evitar las desviaciones del eje de giro, de forma que el cilindrado se pueda llevar a cabo con mayor precisión y seguridad. A continuación, se eliminará el tapón y se reducirá el espesor del tubo de PVC hasta que éste comience a romperse y a desprenderse del cilindro de resina. Una vez que haya sido completamente eliminado (c), se repetirán los pasos anteriores en el otro extremo. Por último, se cilindrarán la probeta de resina hasta que su diámetro sea el adecuado (d).

Las ruedas que se emplean para realizar los desplazamientos de la herramienta de corte en este torno de 3 ejes están regladas, con una precisión de décimas de milímetro. Contamos, por lo tanto, con una referencia que nos permitirá eliminar la misma cantidad de material en los dos extremos de la probeta, así como obtener acabados idénticos en las distintas probetas que cilindremos.

6.5.2. Lijado y pulido

Con el objetivo de devolver la transparencia a las probetas cilindradas, se realizará un proceso de lijado en el torno, en el que se empleará papel de lija con un tamaño de grano cada vez más pequeño. En concreto, se ha seguido la siguiente secuencia: P120, P240, P320, P500, P800, P1000, P1200, P2400 y P4000.

Si la operación se ha realizado correctamente, conseguiremos un acabado en el que, aunque se puede visualizar la esfera sin esfuerzo, la superficie de la probeta aparece ligeramente nublada. Por ello, será necesaria la realización de un pulido en el área de interés, para lo que emplearemos un trapo o rueda de pulido (ver Figura 6-18), que puede acoplarse al porta-brocas del taladro.



Figura 6-18. Trapo o rueda de pulido.

Este pulido proporciona a la probeta un acabado transparente como el que se puede apreciar en la Figura 6-19.



Figura 6-19. Aspecto definitivo de la probeta tras el proceso de pulido.

7 REALIZACIÓN DE LOS ENSAYOS

El presente capítulo está dedicado a la descripción de las pruebas experimentales realizadas en el contexto de este estudio. Se describirán las características de las probetas ensayadas y de los equipos empleados, así como los procedimientos a tener en cuenta, particularmente los relacionados con la velocidad de ensayo.

7.1. Probetas ensayadas

Para poder constatar de forma rigurosa la existencia o no de efectos de tamaño a la escala macroscópica que estamos estudiando, se fabricarán, mediante el método especificado en el capítulo anterior, cinco series de probetas. De estas cinco series, cuatro tendrán esferas encapsuladas en su interior (correspondiéndose cada serie con un tamaño de esfera), y se usarán para verificar el propio efecto de tamaño. La quinta serie, consistente en probetas de resina sin esfera, se empleará para caracterizar el material, es decir, para conocer sus constantes elásticas.

La elección del rango de tamaños de esfera se ha realizado atendiendo, por un lado, al diámetro máximo de probeta que nos permiten ensayar las distintas máquinas presentes en el laboratorio, y por otro, a criterios de consumo de resina. Inicialmente, se decide que el diámetro máximo de esfera sea de 8 mm, y que las tres series siguientes contengan esferas de 6, 4 y 2 mm. Sin embargo, se determina que el diámetro exterior resultante para una probeta con una esfera de 2 mm sería demasiado pequeño como para permitir el trabajo en el torno.

Por lo tanto, se deciden encapsular esferas con un diámetro de 3 mm en lugar de las de 2 mm. La Figura 7-1 muestra una comparativa de tamaño de las probetas correspondientes a las cinco series mencionadas.

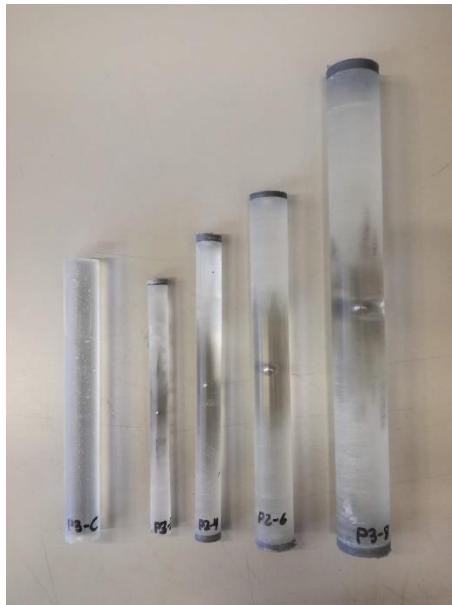


Figura 7-1. Comparativa del tamaño de las probetas de las distintas series fabricadas.

7.1.1. Probetas para la determinación del efecto de tamaño

Cada serie se corresponderá con un diámetro de esfera encapsulada: las probetas de la Serie 1 tendrán una esfera de 8 mm en su interior, mientras que las de las Series 2, 3 y 4 incluirán esferas de 6, 4 y 3 milímetros respectivamente. Para obtener resultados estadísticos fiables, se requiere que cada serie conste de entre tres y cinco probetas. En nuestro caso se fabricarán cinco probetas por serie, para tener cobertura en el caso de que alguna de ellas resulte ser defectuosa. Para poder determinar si existe efecto de tamaño, los experimentos realizados sobre probetas de diferentes tamaños deberán ser comparables. Para ello, las dimensiones de las probetas deberán estar relacionadas entre sí:

- El diámetro de la esfera encapsulada y el diámetro exterior de la probeta variarán entre las distintas series, pero la relación entre ambas se mantendrá constante (1:3). De esta forma nos aseguraremos de que no existan efectos de borde que pudieran influir en la rotura, incluso cuando las probetas tengan pequeños defectos o las esferas se encuentren ligeramente descentradas.
- El área libre de mordaza tendrá en todos los casos una longitud de diez veces el diámetro de la esfera.
- La zona de agarre de mordaza tendrá la suficiente longitud como para permitir una buena sujeción: 50 mm en el caso de la máquina universal de ensayos y 70 mm en el caso de la máquina de ensayos dinámicos.

Las dimensiones de las probetas de cada serie se resumen en las Tablas 7-1 a 7-4. Cabe destacar que, al no tratarse de probetas estandarizadas, la tolerancia aceptable en el diámetro exterior es bastante elevada. Puede apreciarse, aun así, que los diámetros obtenidos mediante el cilindrado y lijado de las probetas en el torno se ajustan bastante a los deseados.

Nótese que la Serie 4 consta únicamente de tres probetas. Esto es así porque el cilindrado de probetas de tan pequeño espesor (9 mm), y formadas por un material blando como el epoxi, se vuelve muy complejo debido al pandeo de la pieza. El pandeo puede provocar inconvenientes como una superficie irregular (la forma no será perfectamente cilíndrica) o directamente la rotura de la probeta, como en el caso de las dos probetas ausentes.

Tabla 7–1. Propiedades de las probetas de la Serie 1

Probeta	Diámetro esfera (mm)	Diámetro exterior (mm)	Distancia libre entre mordazas (mm)
P8-1	8	24.23	80
P8-2	8	24.26	80
P8-3	8	24.05	80
P8-4	8	23.49	80
P8-5	8	24.29	80

Tabla 7–2. Propiedades de las probetas de la Serie 2

Probeta	Diámetro esfera (mm)	Diámetro exterior (mm)	Distancia libre entre mordazas (mm)
P6-1	6	17.90	60
P6-2	6	17.93	60
P6-3	6	18.02	60
P6-4	6	18.02	60
P6-5	6	17.95	60

Tabla 7-3. Propiedades de las probetas de la Serie 3

Probeta	Diámetro esfera (mm)	Diámetro exterior (mm)	Distancia libre entre mordazas (mm)
P4-1	4	11.89	40
P4-2	4	12.07	40
P4-3	4	11.89	40
P4-4	4	12.06	40
P4-5	4	11.92	40

Tabla 7-4. Propiedades de las probetas de la Serie 4

Probeta	Diámetro esfera (mm)	Diámetro exterior (mm)	Distancia libre entre mordazas (mm)
P3-1	3	9.18	30
P3-2	3	9.32	30
P3-3	3	9.23	30

La Figura 7-2 muestra las probetas fabricadas agrupadas según su serie: Serie 1 (a), con esferas de 8 mm, Serie 2 (b), con esferas de 6 mm, Serie 3 (c), con esferas de 4 mm, y Serie 4 (d), con esferas de 3 mm.

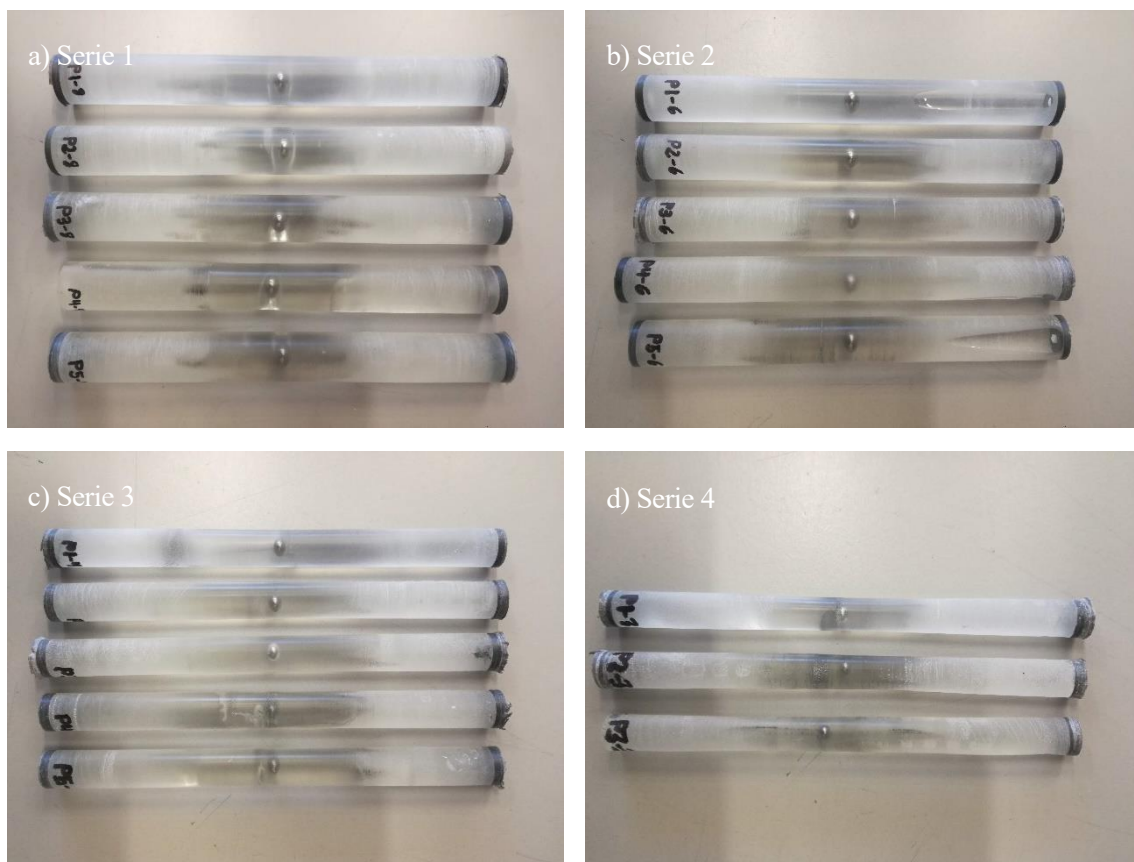


Figura 7-2. Agrupación por series de las probetas fabricadas.

7.1.2. Probetas para la caracterización del material

Estas probetas tienen una complejidad mucho menor que las pertenecientes a las series anteriores, lo que significa que el riesgo de obtener probetas defectuosas será mucho menor y podremos reducir el número de unidades fabricadas a cuatro. Su longitud será la adecuada para que la distancia de agarre de mordaza esté en torno a los 50 mm óptimos para el ensayo en la máquina universal, y su diámetro exterior es, en todos los casos, de 16.5 mm.

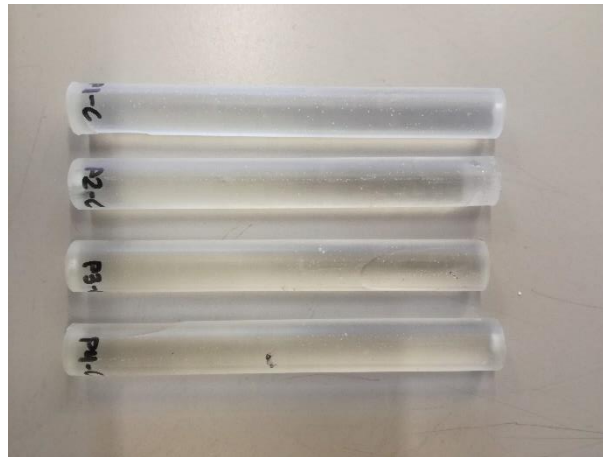


Figura 7-3. Probetas fabricadas para la caracterización del material (Serie C).

7.2. Equipos empleados

Para la ejecución de los experimentos se han empleado dos equipos distintos: una máquina de ensayos dinámicos y una máquina universal de ensayos.

7.2.1. Máquina de ensayos dinámicos INSTRON 8802

El primer equipo empleado es específico para ensayos de fatiga y dinámicos, aunque también permite la realización de ensayos estáticos, como el que nos ocupa. Trabajaremos fundamentalmente con esta máquina porque nos permite ensayar probetas de diámetros más grandes que la máquina universal, que está limitada a 19 mm. En concreto, la emplearemos para los ensayos realizados en las Series 1,2 y 3.

El cierre de las mordazas se realiza de forma hidráulica, lo que reduce la aparición de holguras que pudieran afectar a los ensayos. La longitud de agarre de mordaza debería encontrarse entre 50-70 mm, para evitar un posible aplastamiento de los extremos de la pieza durante el ajuste hidráulico.

Durante la realización de los ensayos con la máquina dinámica contaremos con una cámara de alta velocidad para visualizar la rotura, cuya posición se puede observar en la Figura 7-4.

7.2.2. Máquina universal de ensayos INSTRON 4482

Los ensayos correspondientes a las series 4 y C se realizarán en la máquina universal de ensayos, debido a que las mordazas disponibles para ésta se ajustan mejor a las dimensiones de sus probetas.

El cierre de las mordazas se realiza en este caso de forma manual, por lo que existe un mayor riesgo de aparición de holguras y desajustes durante los ensayos. La longitud de agarre de mordaza, por su parte, no debe ser inferior a 50 mm.

En este caso no se hará uso de la cámara de alta velocidad; para verificar la forma de rotura es suficiente

con las tres series anteriores. La Figura 7-5 muestra la máquina universal de ensayos, así como el detalle del agarre de la probeta.

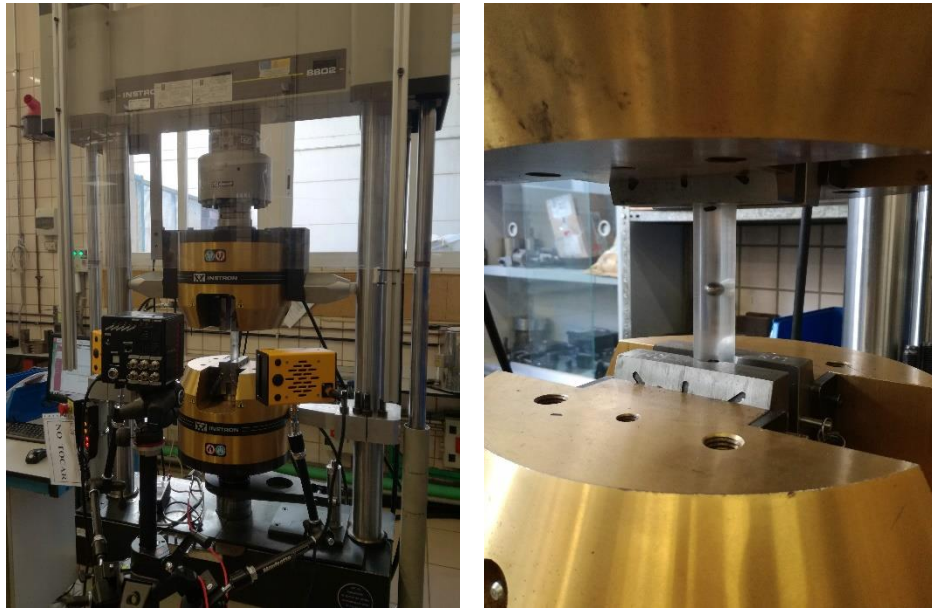


Figura 7-4. Máquina dinámica INSTRON 8802 y detalle del agarre de la probeta.



Figura 7-5. Máquina universal INSTRON 4482 y detalle del agarre de la probeta.

7.3. Consideraciones sobre la velocidad de ensayo

Como es sabido, la velocidad a la que se realiza un ensayo puede influir en los resultados obtenidos en el mismo. Esto significa que, si queremos comparar el comportamiento de probetas pertenecientes a diferentes series, para corroborar o no la existencia del efecto de tamaño, tendremos que escalar las velocidades empleadas para ensayar las distintas series. Este escalado se ha realizado en función de la

longitud libre de mordaza, tomando como referencia la longitud libre de mordaza de 80 mm y la velocidad de 1 mm/min empleada en la Serie 1. La Tabla 7-5 recoge las velocidades empleadas para la realización de ensayos en cada serie.

Tabla 7-5. Velocidades empleadas en la realización de los ensayos

Serie	Longitud libre de mordaza (mm)	Velocidad de ensayo (mm/min)
1	80	1
2	60	0.75
3	40	0.5
4	30	0.375

8 RESULTADOS EXPERIMENTALES

En este capítulo se van a presentar e interpretar los resultados obtenidos tras la realización de los ensayos. Esta presentación de resultados se hará atendiendo a los objetivos que se plantearon en el Capítulo 2: en primer lugar, se abordará la visualización de la rotura de las probetas ante cargas de tracción, para posteriormente abordar la existencia o no de efectos de tamaño.

8.1. Observación de la rotura y despegue de la interfase

La observación de la rotura de las distintas probetas ensayadas a tracción mediante el uso de una cámara de alta velocidad nos muestra que, en todos los casos, la grieta se inicia en uno de los polos de la partícula esférica, propagándose después en el plano hasta producir la rotura de la probeta.

A modo de ejemplo, la secuencia de imágenes de la Figura 8-1 muestra la iniciación y propagación de la grieta en la probeta P6-3. Partimos de un instante de tiempo en el que no existe ningún tipo de defecto (a). En la imagen (b) observamos ya un cambio en la forma en la que la interfase refleja la luz de los focos, lo que indica que ha aparecido una grieta y está comenzando el proceso de despegue. Este despegue se va propagando por todo el polo superior de la esfera (c), hasta que llega un punto en el que la grieta deja de propagarse por la interfase y comienza a propagarse por la matriz de resina epoxi (d). Cuando dicha grieta alcanza el contorno exterior de la probeta, se produce la rotura de la misma (e,f). Cabe destacar que el proceso de rotura es extremadamente rápido, del orden de $1 \cdot 10^{-4}$ s.

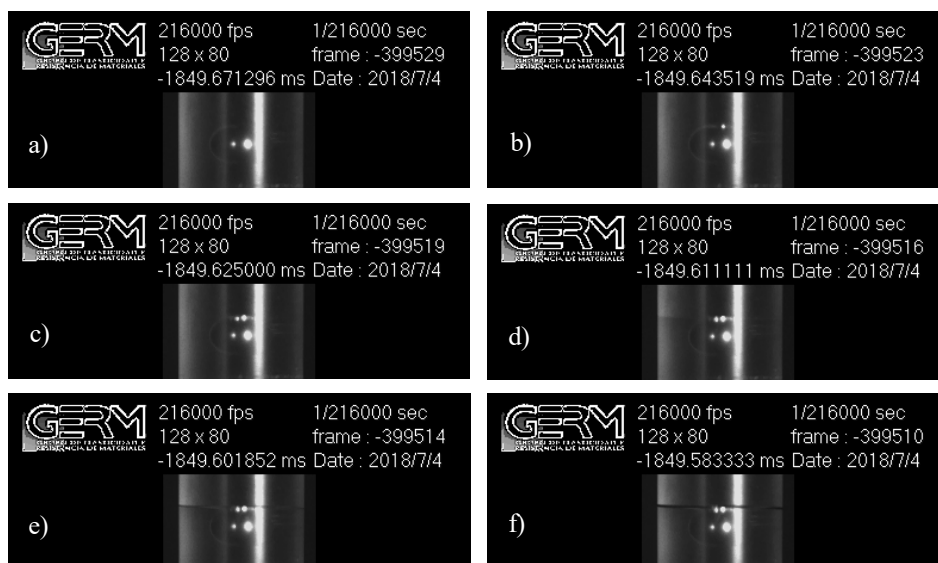


Figura 8-1. Iniciación y propagación de la grieta en la probeta P6-3.

El análisis del proceso de rotura de distintas probetas sin defectos nos demuestra que la fractura tiende a producirse siempre en un plano aproximadamente horizontal que contiene al polo de la esfera donde comienza el despegue. Esto se puede apreciar con claridad en la Figura 8-6, que muestra la forma de rotura de las probetas pertenecientes a la Serie 2 (probetas con esfera de 6 mm en su interior).

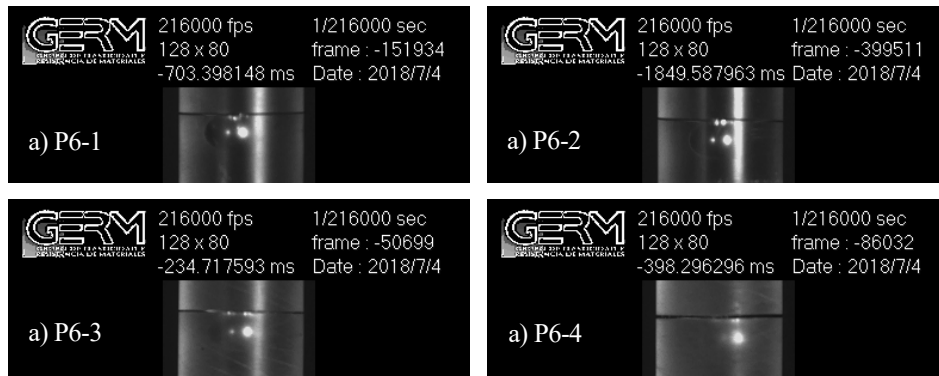


Figura 8-2. Forma de rotura de las distintas probetas de la Serie 2.

De esta forma, el resultado de la fractura serán dos superficies que encajarán entre sí, y que tenderán a ser planas excepto en la parte central donde se situaba la esfera, donde existirá una cavidad o un pequeño casquete esférico expuesto, según corresponda. La Figura 8-3 nos sirve para ilustrar esta particularidad.

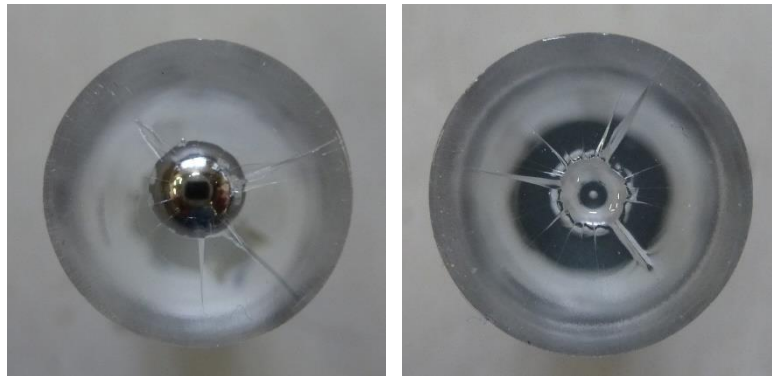


Figura 8-3. Detalle de la superficie de rotura de la probeta P6-3.

Por otra parte, el ensayo de probetas como P8-1, que presenta una pequeña cavidad debida a la contracción de la resina durante el curado, nos muestra que la concentración de tensiones existente en los polos de la esfera sigue siendo más relevante que la que pudiera suponer la presencia del defecto. En efecto, en la Figura 8-4 se puede observar que la iniciación de la grieta se produce en el polo superior, propagándose después a través la matriz.

A pesar de que la existencia de este tipo de defectos no influye en la iniciación de la grieta, sí que parece tener influencia en su propagación, puesto que al acercarse a la cavidad la grieta cambia de plano, como se observa en la Figura 8-4 f). Al iniciarse la rotura en el lugar adecuado (el polo de la esfera) y ser ésta extremadamente rápida, consideramos que la presencia de este tipo de cavidades de contracción no tiene influencia en la tensión de rotura, lo que permite emplear los resultados obtenidos en nuestro estudio. La Figura 8-5 muestra la superficie de rotura de la probeta P8-1, que presenta más irregularidades debido al cambio de plano durante la propagación de la grieta.

También se ha comprobado que la concentración de tensiones en los polos de la esfera es mucho más importante que los efectos de borde, ya que, incluso en probetas con esferas ligeramente descentradas, la iniciación de la rotura se ha producido en el polo.

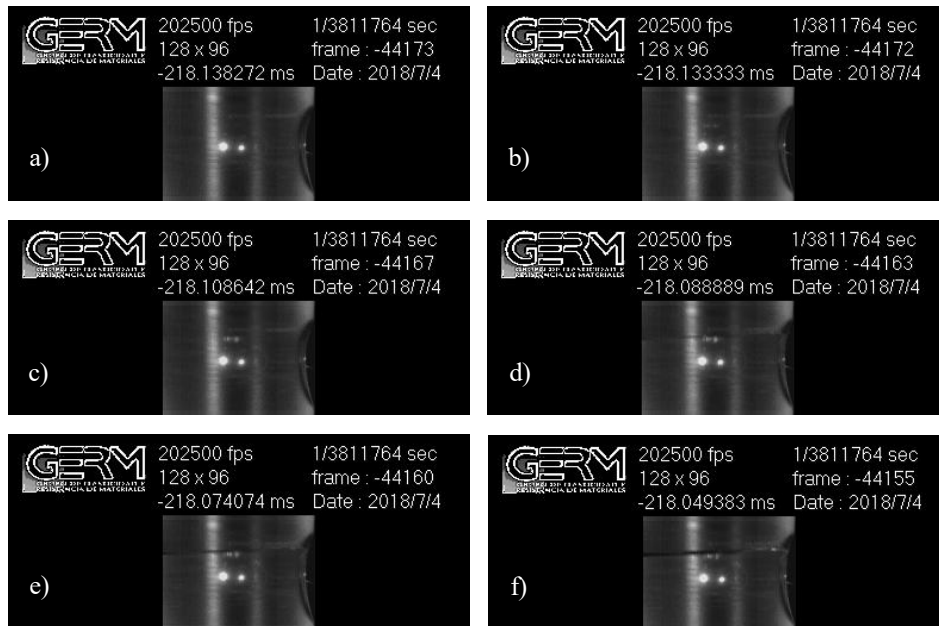


Figura 8-4. Iniciación y propagación de la grieta en la probeta P8-1.

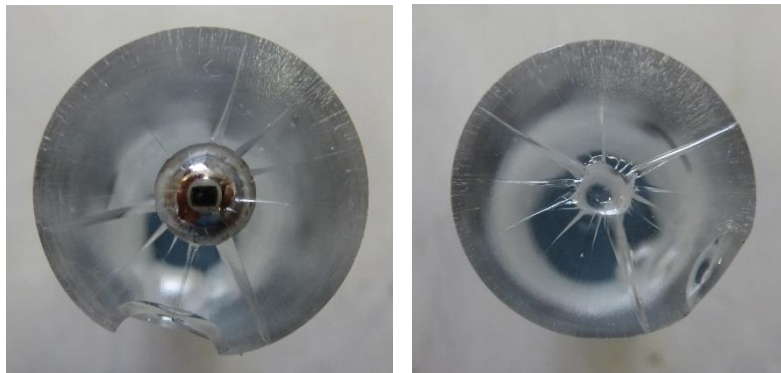


Figura 8-5. Detalle de la superficie de rotura de la probeta P8-1.

8.2. Caracterización mecánica de la resina Resoltech WWA/WWB4

Como paso previo a la presentación de los resultados obtenidos tras los ensayos de las probetas de las Series 1-4, se van a emplear los resultados de los ensayos realizados sobre las probetas de la Serie C para obtener las propiedades mecánicas de la resina epoxi que se ha empleado como matriz, comparándose estas con las indicadas en la ficha técnica del fabricante.

La Figura 8-6 muestra la curva tensión-deformación obtenida del ensayo de las probetas PC-2 y PC-3. Las curvas obtenidas son típicas de un material elastoplástico como la resina epoxi. Se puede observar que la evolución es muy similar en los dos casos, presentando un módulo de elasticidad, una resistencia a la tracción y una tensión última prácticamente idénticas. La probeta PC-1 ha sido también ensayada, aunque su curva no se muestra por haberse realizado sobre ella ajustes en la velocidad de ensayo.

La Tabla 8-1 muestra una comparativa entre las características mecánicas obtenidas en los tres ensayos realizados y los valores presentados en la ficha técnica de la resina. Se observa que, salvo la elongación a la tensión de rotura, que resulta ser aproximadamente el doble, las propiedades del material se ajustan razonablemente a las especificadas. Para obtener el módulo de elasticidad (E) de las probetas, se ha

tenido en cuenta que se está trabajando con un material elastoplástico, calculando la pendiente de la curva en la zona de comportamiento elástico lineal.

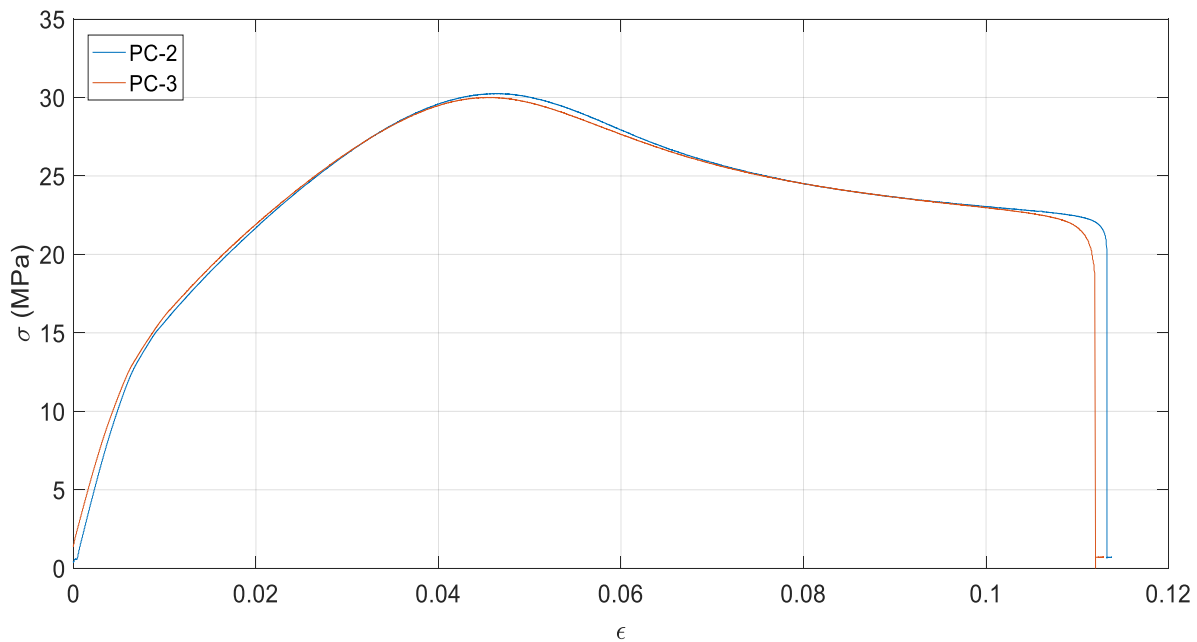


Figura 8-6. Diagrama $\sigma - \epsilon$ de las probetas ensayadas de la Serie C.

Tabla 8-1. Caracterización mecánica de la resina epoxi Resoltech WWA/WWB4

Probeta	Módulo de Elasticidad E (GPa)	Tensión de rotura σ_r (MPa)	Tensión última σ_u (MPa)	Elongación a σ_r (%)
PC-1	2.096	30.58	22.69	5.33
PC-2	2.043	30.25	20.94	4.65
PC-3	2.100	30.00	20.75	4.55
Ficha Técnica	2.21	31.1	-	2.3

Para la determinación del coeficiente de Poisson (ν) de la resina epoxi se recurrirá a los datos encontrados en la literatura, debido a las dificultades que presenta su obtención de forma experimental. Generalmente, el valor de este coeficiente para una resina epoxi se encuentra entre 0.3-0.35, aunque a efectos de modelado asumiremos un valor de 0.3 [15].

8.3. Estudio de la tensión de rotura de las probetas ensayadas

En este apartado se mostrarán los resultados obtenidos del ensayo de las probetas fabricadas para verificar la existencia del efecto de tamaño. Se mostrará, en cada caso, un diagrama tensión-deformación, así como una tabla con los valores de las tensiones de rotura correspondientes a las probetas de cada serie.

Los datos obtenidos de los ensayos están expresados en términos de fuerzas y desplazamientos, mientras que para nuestros cálculos será necesario expresarlos en términos de tensiones y deformaciones. Las tensiones correspondientes al ensayo de cada probeta se obtendrán, en MPa, mediante la expresión siguiente:

$$\sigma_i(\text{MPa}) = \frac{F_i(\text{N})}{A_i(\text{mm}^2)} \quad (8.1)$$

Donde F_i es un vector que contiene los valores de fuerzas aplicadas registrados durante el ensayo de la probeta i , y A_i es el área de la sección de ésta.

En cuanto a las deformaciones, se obtendrán dividiendo la elongación registrada por las máquinas durante cada ensayo entre la longitud inicial de ensayo, que en este caso se corresponderá con la longitud libre de mordaza:

$$\epsilon_i = \frac{\Delta l_i (\text{mm})}{l_{0i} (\text{mm})} \quad (8.2)$$

8.3.1. Serie 1

La Figura 8-7 muestra las curvas tensión-deformación pertenecientes a las probetas de la Serie 1, es decir, aquellas que contienen una esfera de 8 mm y cuyo diámetro exterior es de 24 mm. El punto marcado con una 'x' indica la rotura. Se puede apreciar que el comportamiento de las cuatro probetas ensayadas es muy similar, aunque existe una rotura prematura en el caso de P8-1. Este punto será, por lo tanto, descartado a efectos de la verificación de la influencia del tamaño de la esfera.

El gran parecido entre las pendientes de las distintas curvas y la dispersión relativamente pequeña de la tensión de rotura es indicativa de que las probetas fabricadas son uniformes y el método de fabricación es adecuado.

En la tabla Tabla 8-2 podemos encontrar los valores de la tensión de rotura (σ_r) de las distintas probetas analizadas.

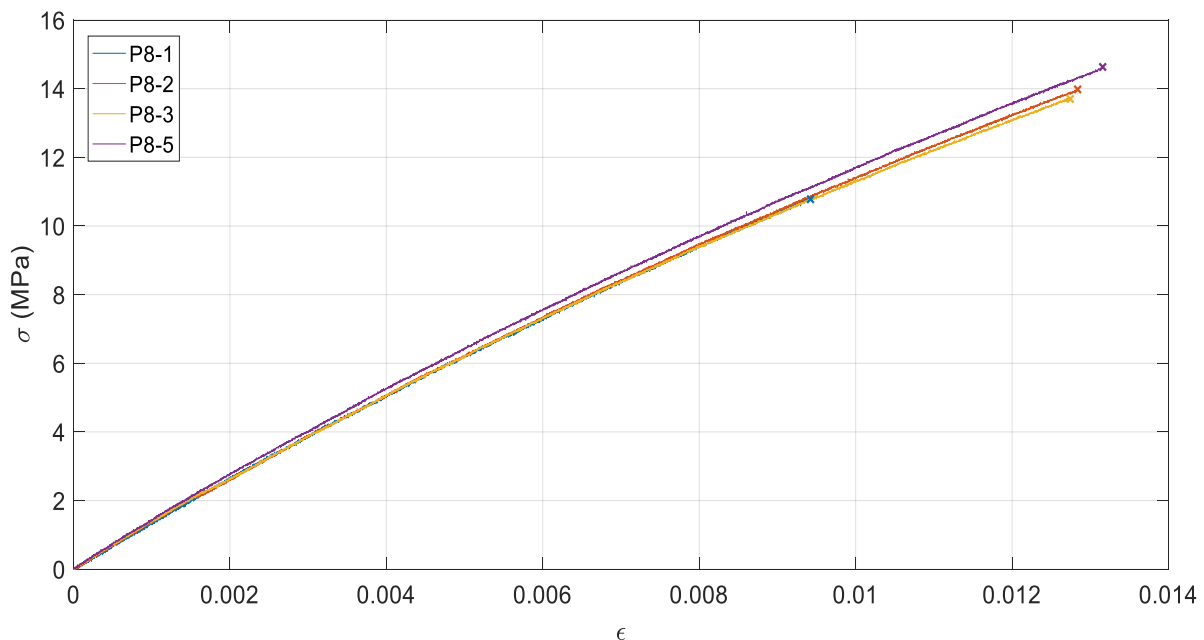


Figura 8-7. Curvas $\sigma - \epsilon$ pertenecientes a las distintas probetas de la Serie 1.

Tabla 8–2. Tensión de rotura de las probetas ensayadas de la Serie 1

Probeta	Tensión de rotura σ_r (MPa)
P8-1	10.78
P8-2	13.95
P8-3	13.70
P8-5	14.64

8.3.2. Serie 2

Las curvas tensión-deformación de las probetas ensayadas de la Serie 2 presentan una pendiente prácticamente idéntica, aunque existen variaciones importantes en la tensión de rotura, especialmente en el caso de P6-4 (ver Figura 8-8). Nuevamente se descartará este punto para el estudio del efecto de tamaño.

Las tensiones de rotura correspondientes a las distintas probetas se muestran en la Tabla 8-3.

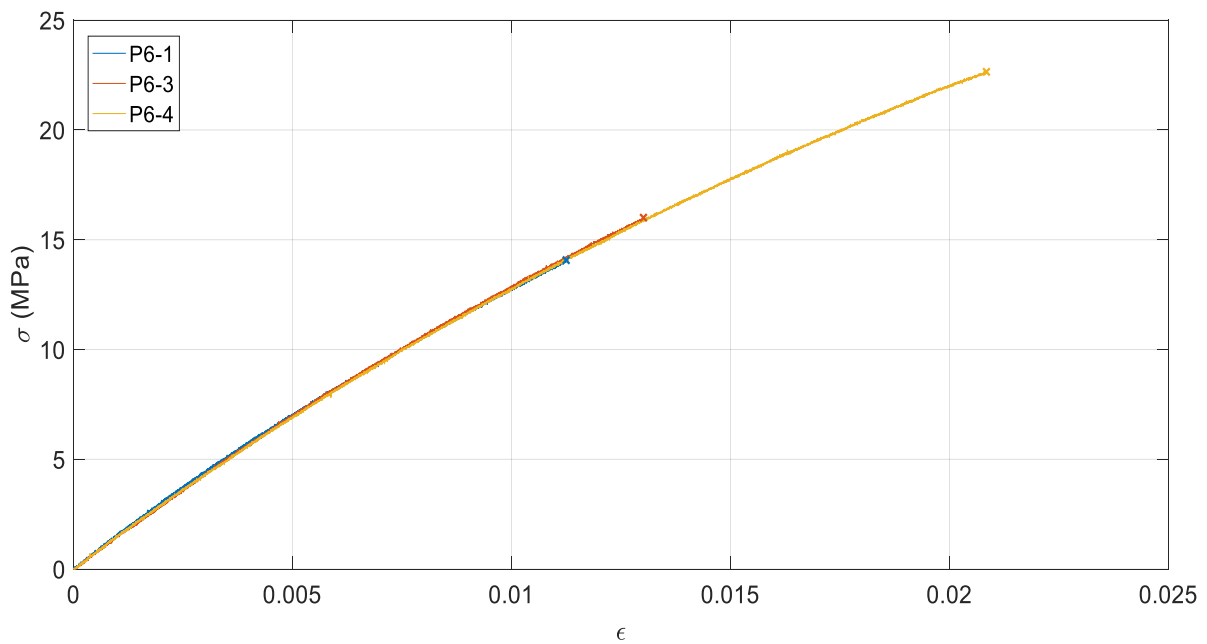
Figura 8-8. Curvas $\sigma - \epsilon$ pertenecientes a las distintas probetas de la Serie 2.

Tabla 8–3. Tensión de rotura de las probetas ensayadas de la Serie 2

Probeta	Tensión de rotura σ_r (MPa)
P6-1	14.08
P6-3	16.02
P6-4	22.66

8.3.3. Serie 3

Las probetas pertenecientes a la Serie 3 muestran una gran disparidad tanto en términos de la pendiente de la curva $\sigma - \epsilon$ como en términos de la tensión de rotura. En efecto, las pendientes son coincidentes únicamente en el caso de las probetas P4-3 y P4-5, mientras que las tensiones de rotura parecen tender hacia dos valores muy separados entre sí: uno en torno a 18 MPa y otro en torno a 21.5 MPa.

En términos del análisis del efecto de tamaño, en este caso la desviación típica es lo suficientemente grande como para que no sea posible descartar ninguno de los valores.

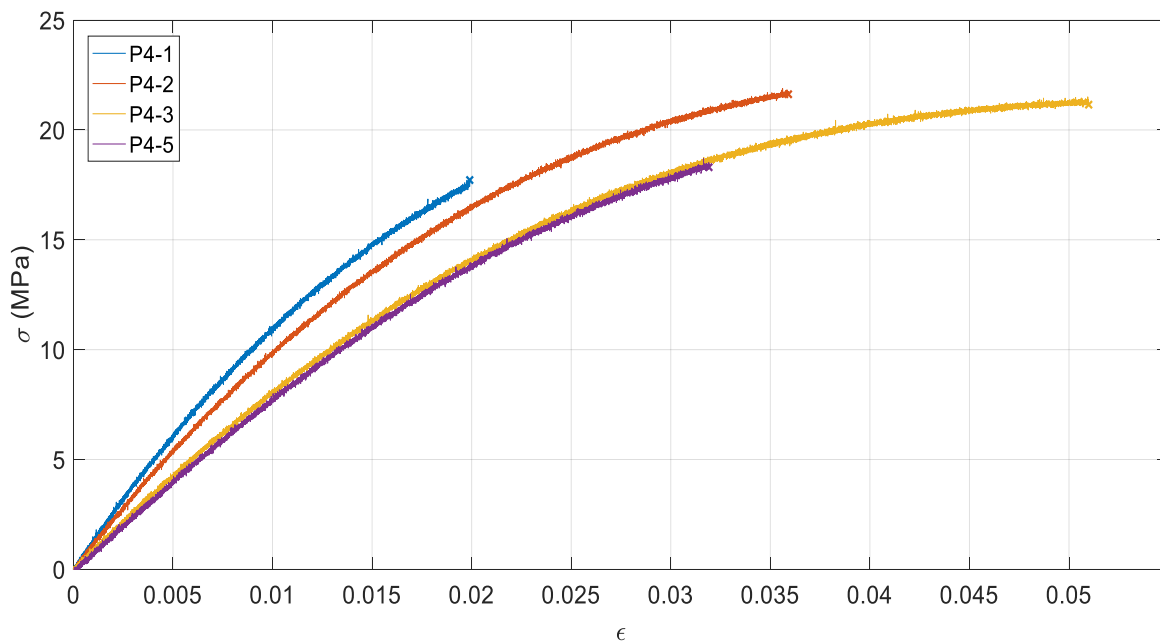


Figura 8-9. Curvas $\sigma - \epsilon$ pertenecientes a las distintas probetas de la Serie 3.

Tabla 8-4. Tensión de rotura de las probetas ensayadas de la Serie 3

Probeta	Tensión de rotura σ_r (MPa)
P4-1	17.71
P4-2	21.70
P4-3	21.36
P4-5	18.38

8.3.4. Serie 4

Como se comentó en el Capítulo 7, el número de probetas de las Serie 4 quedó reducido a tres debido a la dificultad de trabajar éstas en el torno. Tras una inspección más detallada, se observa que una tercera probeta presenta una grieta en el entorno de la esfera, por lo que también termina siendo descartada.

Los resultados obtenidos tras los ensayos de las dos probetas restantes se muestran en la Figura 8-9. Se observa que, aunque las tensiones de rotura obtenidas no son muy dispares, las pendientes de las dos curvas sí lo son.

Podemos apreciar también una cierta tendencia del material a la fluencia, que también se observaba

en las probetas de la Serie 3. Esto puede ser debido a que realmente sea este el comportamiento de las probetas si su sección es pequeña, o a que exista un resbalamiento de las probetas entre las mordazas, que se ha tratado de evitar mediante distintos ajustes.

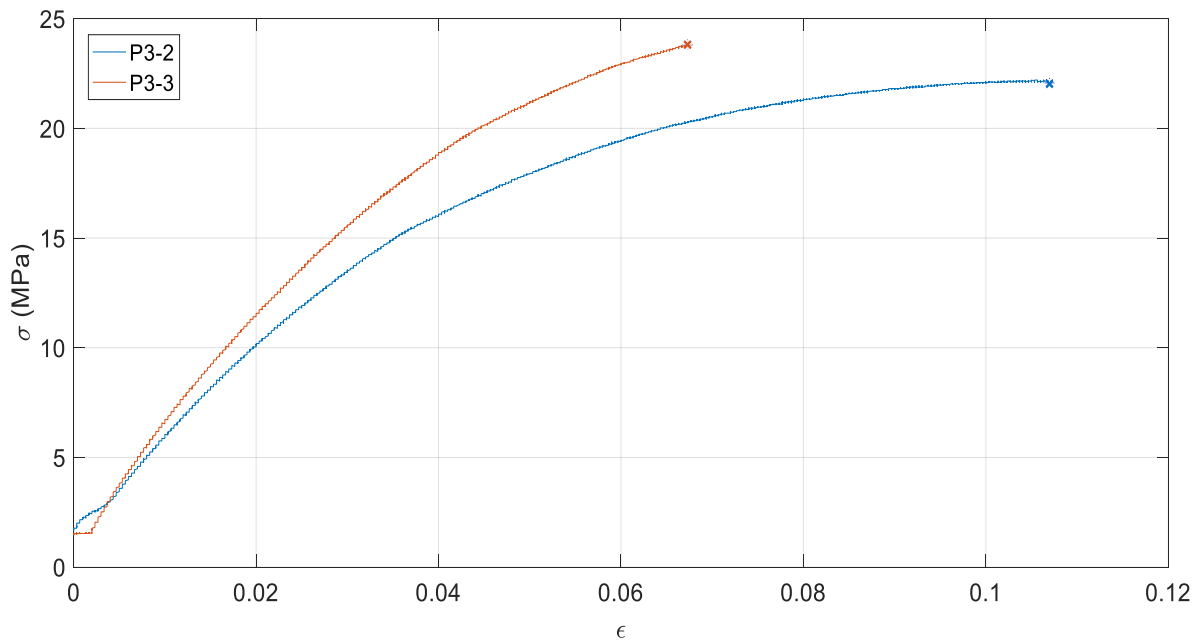


Figura 8-10. Curvas $\sigma - \epsilon$ pertenecientes a las distintas probetas de la Serie 4.

Tabla 8-5. Tensión de rotura de las probetas ensayadas de la Serie 4

Probeta	Tensión de rotura σ_r (MPa)
P3-2	22.20
P3-3	23.81

8.4. Análisis de la existencia del efecto de tamaño

En este apartado procederemos a verificar la existencia o no de una influencia del tamaño de la esfera encapsulada en la tensión de rotura del material, teniendo en cuenta los resultados obtenidos en el apartado anterior.

En la Figura 8-11 se representa la tensión de rotura (σ_r) en MPa frente al diámetro de la esfera en mm. Los puntos azules corresponden a los distintos ensayos realizados. Se observa que la tensión necesaria para producir el despegue de la interfase esfera-resina, y por lo tanto la rotura de la probeta, es menor conforme aumenta el diámetro de la esfera encapsulada.

Con el objetivo de intentar aproximar el comportamiento de probetas con diámetros distintos a los estudiados, se ha representado, mediante trazo azul discontinuo, una función que muestra los valores medios de tensión de rotura obtenidos para las distintas series, frente al diámetro de las esferas encapsuladas en las mismas. La curva representada en color verde muestra una aproximación a la función anterior mediante un polinomio de grado 2.

Es necesario comentar que la tendencia mostrada en la Figura 8-11 debe ser interpretada de forma cualitativa, puesto que la fiabilidad en términos cuantitativos de los resultados obtenidos para las series

3 y 4 es baja debido a la gran dispersión existente y a las dificultades encontradas durante la fabricación y los ensayos.

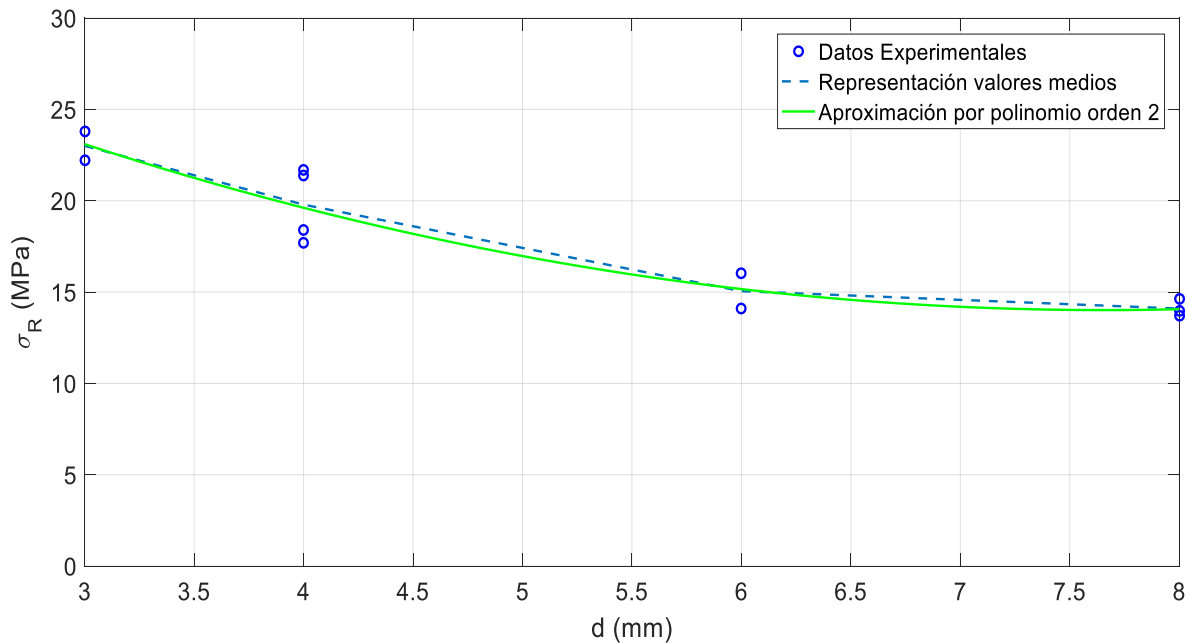


Figura 8-11. Verificación experimental de la existencia del efecto de tamaño.

Si comparamos los resultados obtenidos con los encontrados en la literatura, nos encontramos que los experimentos realizados en [6] alcanzaron también la conclusión de que eran necesarias tensiones mayores para provocar la rotura de la interfase conforme disminuía el tamaño de la esfera. Si bien es cierto que el material empleado como matriz era un elastómero, los tamaños de esfera empleados eran los más parecidos a los nuestros que se encuentran en la literatura.

Sin embargo, otros estudios, como el que motiva la realización de este trabajo [5], encontraron que únicamente existe efecto de tamaño cuando trabajamos con partículas de diámetro inferior a 0.1-0.2 mm, siendo prácticamente constante para valores superiores. En nuestro estudio, sin embargo, se ha trabajado con partículas cuyo diámetro es un orden de magnitud mayor (3 mm en el caso de las más pequeñas), por lo que los resultados obtenidos no son perfectamente comparables entre sí.

9 COMPARACIÓN CON RESULTADOS TEÓRICOS

Tras la obtención de los resultados experimentales, se llevará a cabo una comparación de estos con los resultados teóricos encontrados en la literatura. En concreto, se tomará como referencia el desarrollo teórico realizado por Israel García y otros en el artículo [5], cuya validez se quiere corroborar.

9.1. Introducción al modelo teórico

Consideremos una probeta de material compuesto en la que se encuentra embebida una única esfera de acero, sujeta a una tensión uniaxial remota de valor $\sigma^\infty > 0$. Idealmente, esta partícula esférica, de radio a , se encontrará perfectamente adherida a la matriz infinita que la rodea, siendo más rígida que esta última. Ambos componentes se consideran isótropos y elásticos lineales. La Figura 7-1 muestra un esquema de la geometría del problema estudiado.

Se conoce que los puntos preferidos para el despegue se encuentran situados en los polos del eje de la esfera paralelo a la dirección de la carga. Por lo tanto, para un determinado valor de la carga remota σ_c^∞ , se producirá, o bien un único despegue situado en uno de los polos, o bien dos despegues simétricos en ambos polos. Al ser tanto la geometría como las cargas axilsimétricas, la resolución del problema será también axilsimétrica.

El modelo teórico empleado en [5] tiene como base la mecánica de la fractura finita. En concreto, dicho modelo establece que para que se produzca la fractura se deben cumplir dos criterios: un criterio tensional y un criterio energético. Siguiendo la hipótesis de Leguillon, el valor crítico de la carga remota que produce el despegue (σ_c^∞) será el mínimo valor de σ^∞ para el que se satisfagan ambos criterios. En los siguientes apartados se obtendrán las expresiones correspondientes al cumplimiento de los mismos.

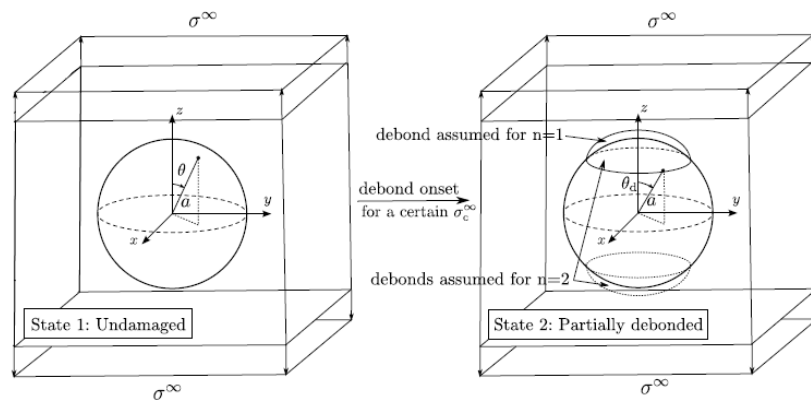


Figura 9-1. Esquema del modelo empleado para analizar la esfera con y sin despegue [5].

9.2. Criterio tensional

En líneas generales, el criterio tensional impone que, para que se produzca el despegue, las tensiones aplicadas sobre el material deben exceder un cierto valor. Con el objetivo de tener en cuenta la influencia tanto de las tensiones normales (σ) como de las de cortadura (τ), evitando a su vez las predicciones carentes de sentido físico (por ejemplo, la reducción del valor crítico de las tensiones de cortadura en presencia de compresiones cuando el polinomio es par), se propone la siguiente

expresión:

$$\sigma_{eq}(\sigma, \tau) = \sqrt[p]{\left| sgn(\sigma)|\sigma|^p + \left(\frac{|\tau|}{\mu}\right)^p \right|_+} \quad (9.1)$$

Donde $\mu = \tau_c/\sigma_c$, siendo σ_c y τ_c las resistencias a tracción y a cortadura de la interfase, respectivamente, $p > 0$ y $\langle \cdot \rangle_+$ la parte real de un número positivo. Según este criterio, el despegue puede aparecer en aquellos puntos de la interfase en los que se cumpla que:

$$\sigma_{eq}(\sigma, \tau) \geq \sigma_c \quad (9.2)$$

Asumiendo una matriz infinita sujeta a la tensión remota σ^∞ , y definiendo el ángulo θ desde el eje de axilsimetría (ver Figura 9-1), la solución analítica para $\sigma(\theta)$ y $\tau(\theta)$ será la siguiente:

$$\sigma(\theta) = \sigma^\infty \hat{\sigma}(\theta) = \sigma^\infty (k + m \cos 2\theta) \quad (9.3)$$

$$\tau(\theta) = \sigma^\infty \hat{\tau}(\theta) = \sigma^\infty m \sin 2\theta \quad (9.4)$$

Los parámetros $k(E_1, \nu_1, E_2, \nu_2)$ y $m(E_1, \nu_1, E_2, \nu_2)$ dependen de las propiedades elásticas del material a través de las siguientes relaciones:

$$k(\alpha, \beta) = \frac{1}{2} \frac{1 + \alpha}{1 + \beta} \frac{2 + \alpha - \beta}{1 + \alpha - 2\beta} \quad (9.5)$$

$$m(\alpha, \beta) = \frac{1 + \alpha}{1 + \beta} \quad (9.6)$$

Donde los parámetros α y β se pueden obtener de la forma siguiente:

$$\alpha = \frac{G_1(\kappa_2 + 1) - G_2(\kappa_1 + 1)}{G_1(\kappa_2 + 1) + G_2(\kappa_1 + 1)} \quad (9.7)$$

$$\beta = \frac{G_1(\kappa_2 - 1) - G_2(\kappa_1 - 1)}{G_1(\kappa_2 + 1) + G_2(\kappa_1 + 1)} \quad (9.8)$$

Siendo $\kappa_k = 3 - 4\nu_k$, $k = 1, 2$

Observando la distribución de $\sigma(\theta)$, apreciamos que los puntos de la interfase que están sometidos a mayores tensiones son los polos. El criterio tensional en estas condiciones se reduce a:

$$\frac{\sigma_\infty}{\sigma_c} \geq s(\Delta\theta) = \hat{\sigma}_{eq}^{-1}(\hat{\sigma}(\Delta\theta), \hat{\tau}(\Delta\theta)) \quad (9.9)$$

Por lo tanto, $s(\Delta\theta)$ proporciona un valor mínimo para la tensión normalizada remota que se requiere para un ángulo de despegue $\Delta\theta$.

9.3. Criterio energético

El cumplimiento de la ecuación (9.9) no garantiza por sí solo el comienzo de un despegue, ya que también es necesario el cumplimiento de un criterio energético incremental. Este criterio está basado en el balance de energía entre los estados anterior y posterior al comienzo de un despegue de ángulo ($\Delta\theta$):

$$\Delta\Pi(\Delta\theta) + \Delta\Gamma(\Delta\theta) + \Delta E_k(\Delta\theta) = 0 \quad (9.10)$$

Para la evaluación de la función $\Delta\Pi$, es necesario contar con una solución para el ratio de liberación de energía, $G = -d\Pi/dA$, donde dA es el incremento del área despegada. En el artículo de referencia, se emplea un método de elementos de contorno axilsimétrico de gran precisión para obtener la solución de G . Este procedimiento incrementaría excesivamente la complejidad de este estudio, por lo que se proponen en su lugar dos posibles métodos de obtención, que se detallan a continuación.

9.3.1. Método Fisher-Gurland

El método de Fisher y Gurland [12] nos permite obtener una expresión para G , asumiendo que la matriz y la partícula tienen las mismas constantes elásticas y que están sometidas a la superposición de una tensión uniaxial (en nuestro caso σ^∞) con una tensión hidrostática pura de valor σ_H . En nuestro caso, este método nos puede servir para obtener una primera aproximación del valor de este parámetro. Los valores de los factores de intensidad de tensiones se pueden calcular de la forma siguiente:

$$K_I = \frac{2}{\pi} \sigma^\infty \sqrt{\pi a \sin \theta_d} \left\{ \frac{\cos \frac{\theta_d}{2} (2Q + (1 + \frac{1}{2} \sin \theta_d) (2 - 3 \sin^4 \frac{\theta_d}{2} - 2 \sin^2 \frac{\theta_d}{2}))}{2(1 + \sin^2 \frac{\theta_d}{2})} \right\} \quad (9.11)$$

$$K_{II} = \frac{2}{\pi} \sigma^\infty \sqrt{\pi a \sin \theta_d} \left\{ \frac{\sin \frac{\theta_d}{2} (2Q + (1 + \frac{1}{2} \sin \theta_d) (2 - 3 \sin^4 \frac{\theta_d}{2}))}{2(1 + \sin^2 \frac{\theta_d}{2})} \right\} \quad (9.12)$$

Donde $Q = \sigma_H/\sigma$. En nuestro caso, al existir únicamente una tensión uniaxial, evaluaremos las ecuaciones anteriores para $Q = 0$. Los valores obtenidos serán introducidos en la ecuación de Irwin, que toma la forma siguiente para el caso del ratio de liberación de energía en deformación plana:

$$G = \frac{1 - \nu^2}{E} (K_I^2 + K_{II}^2) = \frac{1 - \nu}{2\mu} (K_I^2 + K_{II}^2) \quad (9.13)$$

$$G = \frac{(1 - \nu) \sigma^{\infty 2} a \sin \theta_d}{2\pi\mu(1 + \sin^2 \frac{\theta_d}{2})} \left[\left(1 + \frac{1}{2} \sin \theta_d\right)^2 \left(4 - 8 \sin^2 \frac{\theta_d}{2} + 8 \sin^6 \frac{\theta_d}{2} - 3 \sin^8 \frac{\theta_d}{2}\right) \right] \quad (9.14)$$

Obtenemos así una aproximación inicial del ratio de liberación de energía, que ajustaremos mediante su multiplicación por un determinado factor. Para ello se realizará una adaptación a nuestro problema de la solución obtenida en [13] para el inicio y crecimiento de una grieta en la interfase fibra-matriz sometida a una tensión biaxial transversal remota, que sí tiene solución exacta.

En dicho problema, la pendiente de la recta tangente a la curva de G en $\theta = 0^\circ$ resulta ser igual al valor de la concentración de tensiones adimensional para ese ángulo, $C_\sigma(0) = k + m$. En el caso de la aproximación que hemos realizado bajo las hipótesis de Fisher y Gurland, no existiría concentrador de tensiones, ya que el material de matriz y partícula es el mismo, lo que supone que las ecuaciones (9.5) y (9.6) proporcionarían unos valores $k = m = 0$.

Si multiplicamos la solución de G encontrada para nuestro problema por el valor del concentrador de tensiones $C_\sigma(0)$, conseguiremos aproximar de forma fiable la pendiente inicial. De este modo, trabajaremos con una G corregida cuya expresión será:

$$G_{corregida} = C_\sigma(0)G \quad (9.15)$$

Una vez obtenida la expresión del ratio de liberación de energía, que volveremos a denominar G a partir de este punto por simplicidad, se realizará una adimensionalización de la forma siguiente:

$$\hat{G}\left(\theta_d, n, \frac{E_1}{E_2}, \nu_1, \nu_2\right) = \frac{E^*}{(\sigma^\infty)^2 a} G(\theta_d, n, a, E_1, E_2, \nu_1, \nu_2) \quad (9.16)$$

Donde E^* es la media armónica del módulo elástico efectivo, que adopta la expresión siguiente:

$$E^* = 2 \left(\frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \right)^{-1} \quad (9.17)$$

La adimensionalización realizada nos permite generalizar un resultado numérico cualquiera para G a cualquier otro valor de a , σ^∞ y E^* , siempre que E_1/E_2 , ν_1 y ν_2 sean fijos.

De forma análoga a lo que ocurría con $\Delta\Pi$, para evaluar la función $\Delta\Gamma$ es necesario conocer el valor de la tenacidad a fractura de la interfase, que se puede expresar en términos de sus valores para los modos I y II, y de una función adimensional \hat{G}_c , que representa la dependencia de la tenacidad a fractura con un ángulo de mezcla de los modos de fractura, ϕ :

$$G_c(\phi, G_{1c}, G_{2c}) = G_{1c} \hat{G}_c\left(\phi, \frac{G_{1c}}{G_{2c}}\right), \quad \phi = \tilde{\psi} \quad (9.18)$$

Donde $\tilde{\psi}$ es el ángulo de mezcla de los modos de fractura evaluado antes del comienzo de la grieta, que adopta la siguiente expresión:

$$\tilde{\psi} = \arctan\left(\frac{\tau}{\sigma}\right) \quad (9.19)$$

Siendo τ y σ las expresiones definidas en (9.5) y (9.6)

Siguiendo la ley de Hutchinson-Suo, se puede expresar la función $\hat{G}_c(\phi)$ de la forma siguiente:

$$\hat{G}_c(\phi) = 1 + \tan^2[(1 - \lambda)\phi] \quad (9.20)$$

Donde λ ($0 \leq \lambda \leq 1$) es un parámetro que mide la mezcla de los modos, definido por el ratio:

$$\lambda = \frac{G_{2c}}{G_{1c}} \quad (9.21)$$

Una vez obtenidas las expresiones correspondientes a $\Delta\Pi$ y $\Delta\Gamma$, el criterio energético puede expresarse de forma análoga al criterio tensional, introduciendo (9.20) en (9.10), empleando (9.16) y (9.18), teniendo en cuenta que $\Delta E_k \geq 0$ y dividiendo por σ_c :

$$\frac{\sigma^\infty}{\sigma_c} \geq \gamma \sqrt{g\left(\Delta\theta, n, \frac{E_1}{E_2}, \nu_1, \nu_2, \frac{G_{2c}}{G_{1c}}\right)} \quad (9.22)$$

Donde γ es un número de fragilidad que depende del radio de la esfera, adoptando la siguiente expresión:

$$\gamma = \frac{1}{\sigma_c \sqrt{\frac{G_{1c} E^*}{a}}} \quad (9.23)$$

Y g es una función adimensional que caracteriza el ratio de energía disipada y liberada en el comienzo de la grieta, que se puede calcular de la forma siguiente:

$$g\left(\Delta\theta, n, \frac{E_1}{E_2}, \nu_1, \nu_2, \frac{G_{2c}}{G_{1c}}\right) = \frac{\int_0^{\Delta\theta} \hat{G}_c(\theta) \sin(\theta) d\theta}{\int_0^{\Delta\theta} \hat{G}(\theta_d) \sin(\theta_d) d\theta_d} \quad (9.24)$$

El criterio energético nos indica que para que se produzca un despegue se requiere una carga remota mínima que depende del ángulo de dicho despegue y de las propiedades del material y de la interfase.

9.3.2. Método Martynenko-Lebedyeva

Los autores Martynenko y Lebedyeva obtuvieron [14] una solución analítica exacta para los factores de intensidad de tensiones K_I y K_{II} correspondientes al problema bajo estudio:

$$K_{II} + iK_I = -4a_0\sqrt{1-\gamma^2}\sqrt{a}L(\theta_d)\frac{\Gamma(1+i\lambda)\Gamma\left(\frac{1}{2}-i\lambda\right)}{\Gamma\left(\frac{3}{2}\right)} \quad (9.25)$$

Por lo tanto, K_{II} y K_I son, respectivamente, las partes real e imaginaria de la función obtenida. Dentro de esta expresión, Γ representa la función Gamma de Euler, mientras que $L(\theta_d)$ representa el valor obtenido al evaluar en el ángulo de despegue una función $L(t) = L_1(t) + iL_2(t)$, siendo t un ángulo comprendido entre $[0, \theta_d]$. Las funciones $L_1(t)$ y $L_2(t)$ se pueden obtener a partir un sistema de dos ecuaciones integrales de Fredholm.

Los parámetros a_0 , λ y γ , por su parte, dependen de las propiedades elásticas del material a través de las siguientes relaciones:

$$\begin{aligned} \lambda &= \frac{1}{2\pi} \log\left(\frac{1+2\gamma}{1-2\gamma}\right) \\ \gamma &= \frac{b_0}{2a_0} \\ a_0 &= \frac{b_2}{a_3} \\ b_0 &= \frac{a_2}{a_3} \end{aligned} \quad (9.26)$$

$$a_2 = 4G_1(G_1(1-\nu_2) + G_2(1-\nu_1))$$

$$b_2 = 4G_1(G_2(1-\nu_1) + G_1(1-\nu_2))$$

$$a_3 = ((4\nu_1 - 3)G_2 - G_1) \cdot ((4\nu_2 - 3)G_1 - G_2)$$

A pesar de que lo más adecuado sería emplear estos resultados, tras una breve investigación, se determina que para las funciones $L_1(t)$ y $L_2(t)$ sólo puede obtenerse una estimación asintótica. El gran incremento en complejidad que supondría la adopción de este método conduce al descarte del mismo.

9.4. Hipótesis realizadas

Tal y como se comentó anteriormente, el método empleado para obtener la tensión de rotura de las probetas de forma teórica será el de Fisher y Gurland, modificado mediante su multiplicación de un parámetro que nos permitirá aproximar la pendiente inicial. Al ser desconocidos una serie de parámetros del problema bajo estudio, será necesario realizar una serie de hipótesis para aproximar el valor de los mismos:

- El valor del cociente entre la resistencia a tracción y a cortadura de la interfase será $\mu = 2$ [5].
- El valor del parámetro de sensibilidad de la mezcla de modos será $\lambda = 0.11$ [5].
- La resistencia a tracción de la interfase (σ_c) se aproximará como la resistencia a tracción de la propia matriz, obtenida mediante la caracterización de la misma.
- El valor del ratio de liberación de energía en la interfase se supondrá de $G_{1c} = 478 \text{ N/m}$ [17].

9.5. Resultados teóricos y comparación con los resultados experimentales

Teniendo en cuenta las hipótesis establecidas en el apartado anterior, así como los resultados de la caracterización mecánica de matriz y esfera realizada en el Capítulo 8, es posible obtener las curvas correspondientes a los criterios energético y tensional para cada radio de esfera (véase la Figura 9-2). La curva del criterio tensional no depende del radio, siendo por lo tanto idéntica para los cuatro casos estudiados. La curva del criterio energético, por su parte, tiende a valores mayores para radios de esfera menores, que corresponden a mayores valores de γ .

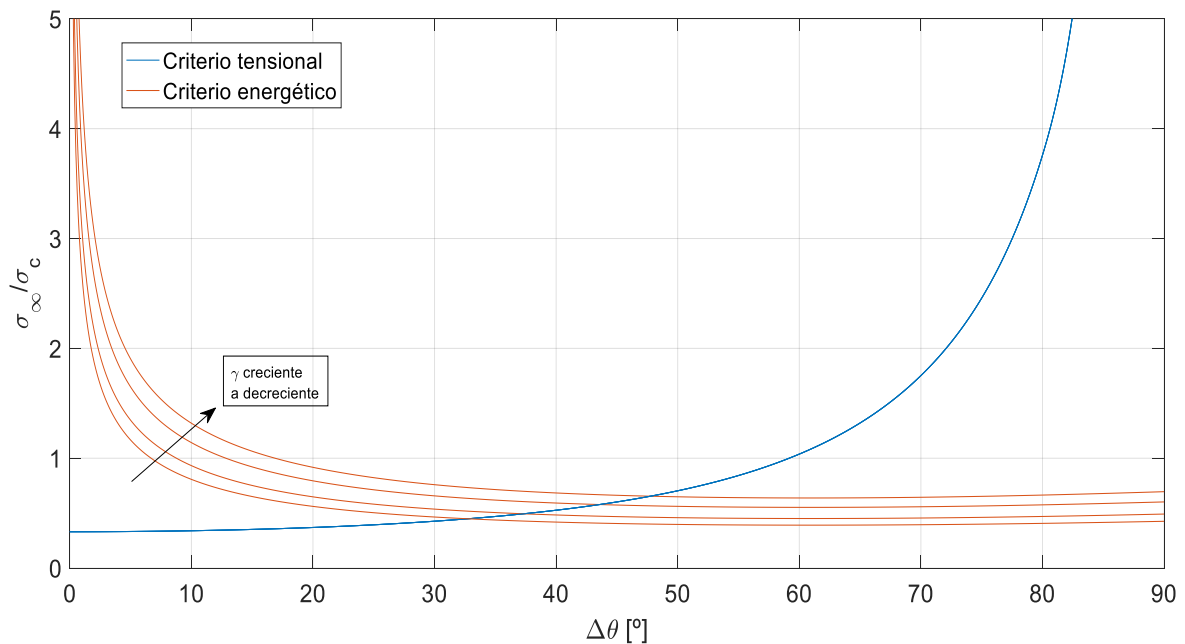


Figura 9-2. Criterios tensional y energético para distintos radios de esfera.

El punto de corte de las curvas energética y tensional nos proporcionará en este caso el valor de la relación entre tensión aplicada y resistencia de la interfase que es necesaria para producir el fallo de la probeta. Al ser conocida la resistencia de la interfase, podremos conocer también el valor de la tensión remota aplicada que producirá el fallo de la probeta. La Tabla 9-1 muestra los valores predichos por la teoría para cada radio de esfera, así como los valores medios obtenidos de forma experimental.

Se puede observar que la teoría predice de forma bastante aproximada la tensión de rotura de las probetas cuyo diámetro de esfera es mayor, que a su vez son las que mostraron una mayor repetibilidad durante los ensayos. Para las probetas con esferas menores, los valores predichos se desvían de los obtenidos experimentalmente, cuya fiabilidad a efectos cuantitativos no es demasiado elevada, como se comentó anteriormente.

En cualquier caso, se puede apreciar que la formulación teórica corrobora la existencia de un efecto

del tamaño de la esfera en la tensión de rotura de la probeta (ver Figura 9-3 para una representación gráfica de los resultados). Para que se produzca el despegue de la interfase serán necesarias, en efecto, tensiones mayores cuanto menor sea el diámetro de la esfera.

Tabla 9-1. Comparativa entre tensiones de rotura teóricas y experimentales

Diámetro esfera (mm)	γ	σ^∞/σ_c	Tensión de rotura teórica (MPa)	Tensión de rotura experimental (MPa)
3	1.304	0.655	19.83	23.10
4	1.129	0.579	17.53	19.79
6	0.922	0.494	14.95	15.05
8	0.798	0.449	13.59	14.10

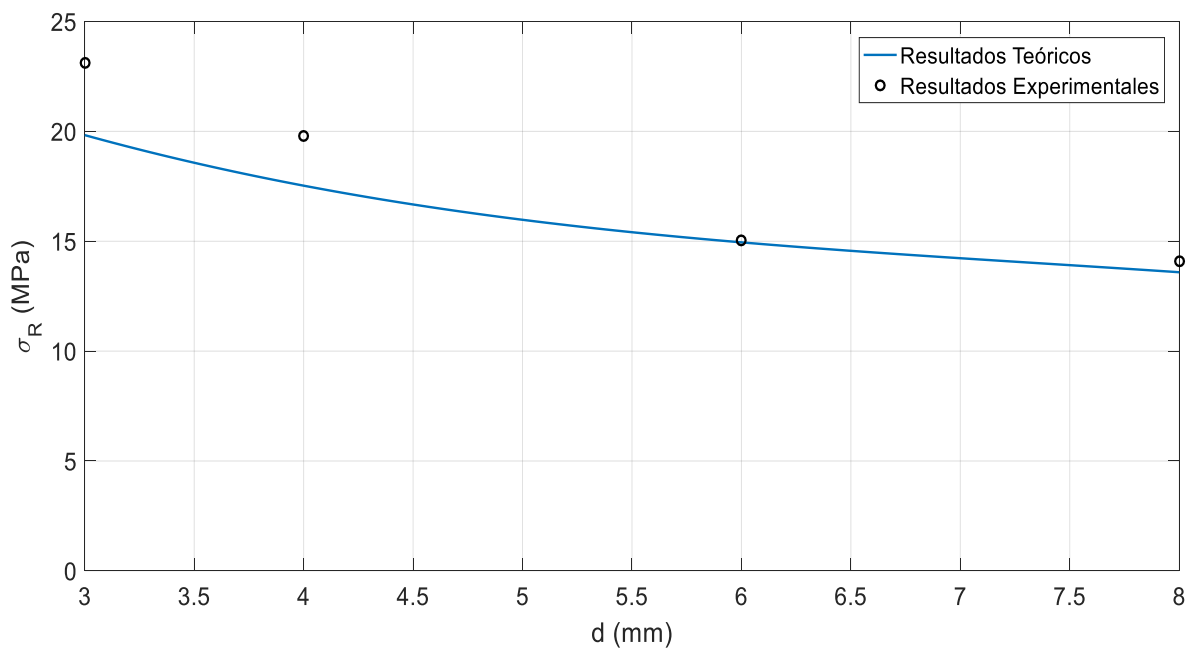


Figura 9-3. Comparación entre los resultados obtenidos de forma teórica y experimental.

10 CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

Para finalizar nuestro estudio, se presentarán las conclusiones que se han extraído tras su realización. Se tratarán aspectos relacionados tanto con la fabricación de las probetas y la ejecución de los experimentos como con la interpretación de resultados. Se analizarán también las líneas de investigación que quedan abiertas tras el cierre de este trabajo.

10.1. Conclusiones

En primer lugar, es importante mencionar que, tras un proceso de optimización, se ha conseguido diseñar e implementar un método adecuado para la fabricación de probetas de resina con una única esfera encapsulada en su interior. La ausencia de procedimientos similares en la literatura implica que el método encontrado supone en sí mismo un avance en el estudio de la interfase matriz-refuerzo en materiales compuestos reforzados con partículas.

Nuestro procedimiento se adapta correctamente a las características del problema bajo estudio, ya que las modificaciones introducidas, como la no continuidad de la interfase por la presencia de un hilo adherido al ecuador de la esfera, no afectan a la iniciación ni la propagación de la grieta. Se trata además de un método fácilmente repetible, que nos permite la fabricación en serie como se vio en el Capítulo 6, y razonablemente robusto, en el sentido de que nos proporciona probetas adecuadas para el ensayo en un alto porcentaje.

Centrándonos precisamente en la robustez del proceso, durante la fabricación y ensayo de las probetas se ha comprobado que el método presenta serias limitaciones cuando las dimensiones de la probeta y de la esfera encapsulada son pequeñas. Por una parte, las máquinas del taller, como el torno, no están preparadas para trabajar con cilindros de diámetro tan pequeño, provocando en ellos irregularidades o incluso roturas. Por otro lado, el pequeño peso de las esferas de menor tamaño hace que el hilo que las sujeta no experimente una tensión suficiente como para permitir un centrado preciso. Esto se traduce en una fiabilidad mucho menor de los resultados obtenidos con probetas de diámetros pequeños, como se demuestra en el Capítulo 8.

El ensayo de las probetas fabricadas nos ha permitido observar con claridad, a través de una cámara de alta velocidad, que la iniciación del despegue entre la matriz y la partícula esférica se produce en los polos de esta última, cumpliendo así con el primer objetivo de nuestro estudio. También se ha estudiado el proceso de propagación de la grieta, que hace que la rotura tienda a producirse por un plano horizontal.

En relación con el segundo objetivo de nuestro estudio, el tratamiento de los resultados obtenidos durante los ensayos nos muestra la existencia de una influencia del tamaño de la partícula esférica en la tensión de rotura. Este resultado se debe considerar en términos cualitativos y no cuantitativos, debido a la gran dispersión existente en las medidas tomadas para las probetas más pequeñas.

Por lo tanto, si bien no es posible establecer una de dependencia funcional exacta entre el diámetro de la partícula encapsulada en una probeta y su tensión de rotura, podemos concluir que partículas más grandes llevan asociadas tensiones de rotura más pequeñas. La comparación de este resultado experimental con un modelo teórico basado en el acoplamiento entre un criterio tensional y otro energético ha corroborado la tendencia encontrada.

Si analizamos las conclusiones que se alcanzan en la literatura, observamos que nuestros resultados están en línea con el estudio realizado por Gent y Park en elastómeros, en el que se empleaban esferas de diámetros similares. También resultan ser compatibles con los resultados experimentales obtenidos por Cho *et al.*, quienes trabajaron, sin embargo, con partículas en la nanoescala y en la microescala, siendo sus diámetros al menos un orden de magnitud menores que los de las esferas empleadas en este estudio.

Mediante la realización de este trabajo hemos logrado, por lo tanto, contribuir a la mejor comprensión del comportamiento de los materiales compuestos reforzados con partículas cuando son sometidos a tracción, abriendo la puerta al desarrollo de futuros estudios.

10.2. Líneas futuras

A continuación se exponen las distintas líneas de investigación que se podrían plantear en el futuro en relación con los resultados obtenidos en este estudio.

La primera de ellas es la mejora del proceso de fabricación de las probetas, de forma que se tienda al establecimiento de estándares para las mismas. A pesar de que este proceso es el resultado de un largo proceso de optimización, aún existe margen de mejora: se podría trabajar, por ejemplo, en la eliminación de defectos superficiales, o en el mejor centrado de las esferas.

El objetivo de esta estandarización y perfeccionamiento de las probetas sería la obtención de resultados que no sólo corroboraran de forma cualitativa los obtenidos en el presente estudio, sino que fueran lo suficientemente fiables desde el punto de vista cuantitativo como para poder establecer leyes o dependencias funcionales. Para obtener resultados más precisos, se recomienda trabajar con esferas con diámetros no inferiores a los 4 mm. El diámetro máximo de la esfera está también limitado a 9 mm, en este caso por el diámetro exterior máximo admisible por las mandíbulas de las máquinas de ensayo. A la hora de cifrar estas limitaciones, se ha supuesto que la relación entre el diámetro exterior de la probeta y el diámetro de la esfera es de 3 a 1.

Por último, cabe destacar el interés de obtener resultados experimentales que nos permitieran profundizar en el análisis del ángulo de despegue de la matriz de la esfera, y realizar una comparación con los resultados obtenidos en la literatura, lo cual excede el alcance de nuestro estudio.

REFERENCIAS

- [1] F. París, J. Cañas, J.C. Marín, A. Barroso. *Introducción al análisis y diseño con materiales compuestos*. Sección de Publicaciones. Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla. 2016.
- [2] *Apuntes de Ciencia de los Materiales*. Universitat Politècnica de València. Recuperado de: http://www.upv.es/materiales/Fcm/Fcm15/pfcm15_9_1.html
- [3] J. Cho, M.S. Joshi, C.T. Sun. *Effect of inclusion size on mechanical properties of polymeric composites with micro and nano particles*. Composites Science and Technology 66 (2006) 1941–1952.
- [4] J. Cho, C.T. Sun. *A molecular dynamics simulation study of inclusion size effect on polymeric nanocomposites*. Computational Materials Science 41 (2007) 54-62.
- [5] I.G. García, V. Mantic, E. Graciani. *A model for the prediction of debond onset in spherical-particle reinforced composites under tension. Application of a coupled stress and energy criterion*. Composites Science and Technology 106 (2015) 60-67.
- [6] A.N. Gent, B. Park. *Failure processes in elastomers at or near a rigid spherical inclusion*. Journal of Materials Science, June 1984, Vol. 19, 1947-1956.
- [7] E. Bennett-Huntley. *Epoxy Resin vs Vinylester vs Polyester. Use and Application Overview*. Composite Resin Developments Ltd, July 2014.
- [8] *Ficha Técnica El Cairo*. Recuperado de: <http://sumbeart.es/resina-epoxi-el-cairo/89-resina-epoxi-el-cairo.html>
- [9] *Ficha Técnica Resoltech WWA/WWA4*. Recuperado de: <http://www.castrocompositesshop.com/img/cms/Resoltech%20WWA%20-%20WWB4%20%20nueva%20espa%C3%B1ol.pdf>
- [10] UNE-EN ISO 2555. *Plásticos. Resinas en estado líquido o en emulsión o dispersión. Determinación de la viscosidad aparente por el método de ensayo Brookfield*. Asociación Española de Normalización y Certificación (AENOR). Madrid, Julio 2000.
- [11] C. García, C. del Río. *Curso de Reología y Viscoelasticidad*. Seminarios TA Instruments, 2012.
- [12] J.R. Fisher, J. Gurland. *Void Nucleation in spheroidized carbon steels Part 2: Model*. Metal Science, May 1981.
- [13] V. Mantic, I.G. García. *Crack Onset and growth at the fibre-matrix interface under a remote biaxial transverse load. Application of a coupled stress criterion*. International Journal of Solids and Structures 49 (2012) 2273-2290.

- [14] M.A. Martynenko, I.V. Lebedyeva. *Axisymmetric problem for a spherical crack on the interface of elastic media*. J Eng Math (2006) 56:371-384.
- [15] Epoxy Technology. *Understanding Mechanical Properties of Epoxies for Modelling, Finite Element Analysis (FEA)*. Recuperado de: <http://www.epotek.com/site/files/Techtips/pdfs/tip19.pdf>
- [16] Kudor Balls. *Kudor Balls 2015 Catalog*. Recuperado de: <https://www.rgpballs.com/es/bolas-de-acero-al-cromo-aisi-52100-100cr6/>
- [17] Cytec Engineered Materials. *CYCOM 977-2 Epoxy Resin System Technical Data Sheet*. Recuperado de: https://www.cytec.com/sites/default/files/datasheets/CYCOM_977-2_031912.pdf

ANEXO A: CÓDIGOS MATLAB EMPLEADOS

Se presenta a continuación, a modo de referencia, el código Matlab empleado para la obtención de la tensión de rotura teórica a través del criterio energético-tensional acoplado para cada radio de esfera.

Codigo_form_teorica. Programa para el cálculo de la tensión de rotura teórica de una probeta.

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%                               CURVAS TEÓRICAS                               %
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

%% DEFINICIÓN DE PARÁMETROS
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

%Condiciones de ensayo

a          = 4;                %Radio de la esfera [mm]
sigma_inf  = 30.28*10^-3;      %Tensión uniaxial aplicada [GPa]

%Propiedades de los materiales

E_1        = 200;              %Módulo de elasticidad del material de la
esfera [GPa]
E_2        = 2.25;             %Módulo de elasticidad de la resina [GPa]
nu_1       = 0.30;             %Coeficiente de Poisson del material de la
esfera
nu_2       = 0.30;             %Coeficiente de Poisson de la resina
G_1        = E_1/(2*(1+nu_1)); %Módulo de cizalladura del material de la
esfera [GPa] (Material isótropo elástico lineal)
G_2        = E_2/(2*(1+nu_2)); %Módulo de cizalladura de la resina [GPa]
(Material isótropo elástico lineal)

% %Propiedades de la interfase
%
sigma_c    = 30.28*10^-3;      %Resistencia a la tracción de la interfase
(tensión de despegue) [GPa]
G_1_c     = 478;               %Ratio de liberación de energía, Modo 1
[N/m]

%
% %Otros parámetros

n          = 1;                %Número de debondings previsto n=[1,2]
p          = 2;                %Exponente para el cálculo de la tensión
equivalente

%% RELACIONES ENTRE PROPIEDADES
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

kappa_1    = 3-4*nu_1;
kappa_2    = 3-4*nu_2;
alpha      = (G_1*(kappa_2+1)-
G_2*(kappa_1+1))/(G_1*(kappa_2+1)+G_2*(kappa_1+1));
beta       = (G_1*(kappa_2-1)-
G_2*(kappa_1+1))/(G_1*(kappa_2+1)+G_2*(kappa_1+1));
k          = 1/2*((1+alpha)/(1+beta))*((2+alpha-beta)/(1+alpha-2*beta));
m          = (1+alpha)/(1+beta);
```



```
figure(1)
plot(inc_theta*180/pi,sigma_inf_entre_sigma_c_te)
hold on
plot(inc_theta*180/pi,sigma_inf_entre_sigma_c_en)
xlabel('\Delta\theta [°]')
ylabel('\sigma_\infty/\sigma_c')
legend('Criterio tensional','Criterio energético')
axis([0 90 0 5])
grid on
```