UNIVERSIDAD DE CANTABRIA

DEPARTAMENTO DE CIENCIA E INGENIERÍA DEL

TERRENO Y DE LOS MATERIALES

TESIS DOCTORAL

COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE POLIAMIDAS

REFORZADAS CON FIBRA DE VIDRIO CORTA

Autor:

JOSÉ ANTONIO CASADO DEL PRADO

Directores:

D. FEDERICO GUTIÉRREZ-SOLANA SALCEDO

D. JUAN ANTONIO POLANCO MADRAZO

Tesis Doctoral presentada en la Universidad de Cantabria para la obtención del título de Doctor en Ciencias Físicas

Santander, abril 2001

CAPÍTULO 5

ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE LAS POLIAMIDAS REFORZADAS

1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se recogen los resultados del trabajo específico llevado a cabo para entender y caracterizar el comportamiento en fatiga de las poliamidas reforzadas con fibra corta de vidrio. Se ha tomado como referencia el mostrado por la poliamida 6.6 reforzada con un 35% de fibra de vidrio.

A partir del trabajo realizado se ha comprobado que, como consecuencia de la fatiga mecánica, se genera, en todas las ocasiones, un aumento de temperatura en el material, asociado, simultáneamente, a un incremento continuo en su deformación y, por lo tanto, en su flexibilidad. Asimismo, se ha verificado que la evolución de éste parámetro depende del tiempo durante el cual se aplica la carga fluctuante sobre el material. De esta forma, el comportamiento en fatiga,

caracterizado por la evolución de la flexibilidad, se encuentra influenciado por la carga aplicada, el tiempo de aplicación de ésta y la temperatura alcanzada como consecuencia de ello.

Aparece así una similitud total en cuanto a los parámetros que influyen, tanto en el comportamiento en fatiga como en el de fluencia. En efecto, varios estudios realizados sobre diversos materiales poliméricos [91-93] ponen de manifiesto el efecto acoplado del mecanismo de la fatiga con el de la fluencia, de forma que ambos mecanismos colaboran para producir, conjuntamente, la deformación total sufrida por el material.

Al igual que la evolución de la deformación del material con el tiempo, y con ello su velocidad, producida en condiciones estáticas bajo la aplicación de un esfuerzo estable, permite determinar el proceso de fluencia sufrido por el mismo, bajo la acción de una variación de tensiones repetitiva inducida sobre el material en un proceso de fatiga es posible determinar el aumento de la deformación adquirida por el mismo, en función del número de ciclos aplicado.

Por lo tanto, el inicio de este capítulo pretende caracterizar la evolución de la deformación del material polimérico durante su vida en fatiga y la velocidad con que se produce. Un posterior análisis del comportamiento en fatiga bajo el prisma de las variables viscoelásticas, propias de los materiales estudiados, parece obligado para poder determinar los posibles mecanismos que provocan su deterioro.

2 MEDICIÓN DE DEFORMACIONES

2.1 Fatiga continua

Del registro de la señal obtenida a través del extensómetro en cada uno de los ensayos de fatiga continua, realizados sobre el material PR35, y bajo todos los niveles de esfuerzos aplicados con ondas de carga de naturaleza senoidal, se

determinaron las ondas de deformación experimentadas por el material en cada ciclo, mostrándose su evolución en el diagrama de la Figura 5.1. Las curvas obtenidas representan la respuesta del material a las ondas de tensión impuestas durante la prueba dinámica.

En el gráfico de la Figura 5.2 se representa, en doble eje de ordenadas, la evolución de la deformación máxima unitaria experimentada por el material a lo largo de su vida en fatiga, por un lado, y el correspondiente aumento de la temperatura superficial medida con la ayuda del termopar, conforme ha sido descrito en el capítulo anterior, por el otro.



Figura 5.1.- Evolución de las ondas de deformación con el número de ciclos.



Figura 5.2.- Evolución de la deformación máxima y de la temperatura con el número de ciclos.

De la evolución, siempre creciente, de la deformación se puede obtener la de la velocidad de deformación con el número de ciclos, representada en el diagrama de la Figura 5.3, para todos los niveles de esfuerzo aplicados.



Figura 5.3.- Evolución de la velocidad de deformación con el número de ciclos.

En el proceso de evolución de la velocidad de deformación durante los ensayos de fatiga es posible establecer dos transiciones en el comportamiento del material durante el proceso dinámico, para cada nivel tensional. Estas transiciones corresponden a los cambios de pendiente (negativa primero, cuasi-constante después y finalmente positiva) observados, que deben tener lugar por la acción de efectos mecánicos, térmicamente condicionados, a determinar. Por lo tanto, se pueden distinguir tres estados de comportamiento, identificados como I, II y III. En el gráfico de la Figura 5.3 se han representado sobre la curva correspondiente a una tensión máxima el 80% de la de rotura.

Estos estados se distinguen por:

- Estado I: ε creciente y desacelerada $(d\varepsilon/dN > 0; d^2\varepsilon/dN^2 < 0)$ • Estado II: ε creciente a velocidad constante $(d\varepsilon/dN > cte.; d^2\varepsilon/dN^2 = 0)$
- Estado III: ε creciente y acelerada
- $(d\epsilon/dN > cte. ; d^{2}\epsilon/dN^{2} = 0)$ $(d\epsilon/dN > 0 ; d^{2}\epsilon/dN^{2} > 0)$

En la citado figura, se puede apreciar que, para valores máximos de carga aplicados sobre el material igual o superiores al 60% de su tensión de rotura, la deformación se acelera, apreciablemente, en el intervalo de tiempo previo a la rotura del material. Para valores máximos de carga aplicados en torno al 50% sucede igual, aunque ello no es apreciable a la escala de la Figura 5.3. Sin embargo, para valores máximos de carga aplicados de igual o inferiores al 40%, la velocidad de deformación, salvo los 2000 primeros ciclos, permanece constante a lo largo de toda la prueba, tal como sugiere la constancia de la temperatura a partir de entonces. En estas condiciones el material no alcanza el estado de rotura.

En el gráfico de la Figura 5.4 se indica la temperatura superficial del material correspondiente a cada valor de deformación máxima unitaria experimentada por el material durante su ensayo de fatiga, obtenido a partir de las curvas de la Figura 5.2. Asimismo, se representan sobre el mismo gráfico de la Figura 5.4, en puntos de mayor tamaño, las condiciones (ε ,T) correspondientes a las transiciones indicadas en la Figura 5.3. Para ambas condiciones, la conexión de todos los puntos para los que se han registrado las transiciones, bajo todos los niveles de esfuerzo considerados, conlleva a la obtención de dos líneas de deformación prácticamente constante correspondientes a los valores de 2.2 \pm 0.1 y 2.8 \pm 0.1%. La influencia de la temperatura no ha sido observada en estas transiciones, sucediendo las mismas para temperaturas muy distintas según la amplitud de la solicitación: por encima y por debajo de la temperatura de transición vítrea del material, T_a. Se comprueba que todos los ensayos pasan por todos los estados y las correspondientes transiciones, excepto aquél de la probeta ensayada al 40% de la tensión de rotura, en la que el material soportó la aplicación de un millón de ciclos sin romper, manteniendo siempre su deformación por debajo de la requerida para cambiar a la etapa II. Tampoco la relativa al 90% sigue esta pauta, dado que la deformación máxima inicial se encontraría aproximadamente sobre la línea correspondiente a la transición 2.

Observando el gráfico de la Figura 5.3, la etapa II del comportamiento en fatiga del material se puede caracterizar por un valor de la velocidad de deformación con el número de ciclos aplicado (d_{ϵ}/dN) cuasiconstante. En la Tabla 5.1 se presentan los valores de las velocidades de deformación por ciclo en la etapa II para cada nivel de tensiones analizado.



Figura 5.4.- Temperatura para cada valor de deformación máxima experimentada por el material en fatiga.

En el gráfico de la Figura 5.5 se han representado los parámetros indicados en la Tabla 5.1 y se puede apreciar que la estabilización en la deformación del material y, por lo tanto, la preservación de su integridad se produce cuando el valor de la velocidad de su deformación en la etapa II se aproxima a cero. Es de destacar que la velocidad para el 40% de σ_R es 350 veces menor que la correspondiente a la del 50% de σ_R .

Tabla 5.1.- Velocidad de deformación por ciclo en la etapa II.

σ _R (%)	(dɛ/dN) _Ⅱ (ciclo ⁻¹)
90	< 205.2·10 ⁻⁶
80	149.1·10 ⁻⁶
70	64.36·10 ⁻⁶
60	19.04·10 ⁻⁶
50	3.49·10 ⁻⁶
40	> 0.01·10 ⁻⁶



Figura 5.5.- Velocidad de deformación en la etapa II para cada nivel tensional

Por otro lado, la representación del parámetro anteriormente obtenido, $(d\epsilon/dN)_{II}$, en función del número de ciclos para los que se alcanza la transición 1 (N_{T1}) , la transición 2 (N_{T2}) y la rotura (N_R) para cada nivel tensional, en escala doblemente logarítmica, proporciona, para la frecuencia estudiada de 5 Hz, el tiempo necesario para alcanzar cada una de las etapas y la durabilidad del material en fatiga a través de las leyes de tipo lineal indicadas en el gráfico de la Figura 5.6. En la misma figura

se han incorporado, de forma tabulada, el número de ciclos a los que suceden los eventos de interés en cada uno de los casos analizados.

En el gráfico de la Figura 5.7 se ha representado la relación entre la velocidad de deformación, obtenida para cada nivel de esfuerzos aplicados en fatiga sobre el material, y el número de ciclos entre las dos transiciones, ΔN_{t1-t2} . En el mismo, se aprecia una disminución del citado número de ciclos conforme se incrementa la velocidad de deformación al aumentar el nivel tensional aplicado, de acuerdo con lo observado de que la variación de la deformación sufrida por el material, entre ambas transiciones se mantenga constante en todos los casos, con independencia de la variación tensional aplicada y la temperatura alcanzada por el mismo.



Figura 5.6.- Relación entre la velocidad de deformación en la etapa II y el número de ciclos necesario para alcanzar la transición 1 (N_{T1}), la transición 2 (N_{T2}) y la rotura

 (N_R)



Figura 5.7.- Relación entre la velocidad de deformación, obtenida para cada nivel de esfuerzos y el número de ciclos entre las dos transiciones, ΔN_{t1-t2}

Por otro lado, en la representación gráfica de la Figura 5.8 se puede apreciar la duración relativa de las etapas, establecida a partir del número de ciclos, bajo cada una de las condiciones de carga estudiadas con relación a la duración total de la prueba. Se destaca que, conforme disminuyen los esfuerzos máximos aplicados, el tiempo o número de ciclos en la etapa III, en relación al total de la prueba, se encuentra fuertemente reducido. Ello es consistente con que, en la etapa III, el número de los ciclos en los que se alcanza la rotura desde la segunda transición es, con independencia de la variación tensional aplicada y la temperatura producida, del mismo orden de magnitud (56 \pm 22), lo que no sucede en las otras etapas.



Figura 5.8.- Duración relativa de cada etapa.

2.2 Fatiga discontinua

De los ensayos de fatiga realizados sobre el material, bajo los niveles de esfuerzos máximos aplicados del 60 y 50% de su tensión de rotura dinámica, con ondas de carga de naturaleza senoidal y tiempos de espera variables, se determinó el nivel máximo de las ondas de deformación experimentadas por el material en función del número de ciclos de ensayo, de igual forma a como se hizo en el apartado anterior para el caso de la fatiga continua.

En el gráfico de la Figura 5.9 se representa la evolución de la deformación máxima unitaria experimentada por el material a lo largo de su vida en fatiga, ciclos netos de fatiga, bajo una carga máxima aplicada del 60%, para tiempos de espera de 30 y 180 s, cada 300 ciclos de ensayo. En el mismo gráfico se ha superpuesto el correspondiente al material ensayado con esa misma carga sin tiempo de espera y





Figura 5.9.- Evolución de la deformación máxima para el nivel tensional del 60%.

Para el mismo ejemplo, la representación del cálculo de la derivada de la deformación con respecto del número de ciclos aplicados para las condiciones de tiempos de espera de 30 y de 180 segundos, se muestra en los gráficos de las Figuras 5.10 y 5.11. En ambos casos, las secuencias de los tiempos de espera aplicados permiten disipar parte del calor generado en el seno del material, produciéndose en el mismo una recuperación parcial de su deformación con cada período de reposo establecido. Este hecho se refleja en los gráficos a partir de caídas abruptas en la velocidad de deformación, a las que se asocian fenómenos de recuperación del material observados en la Figura 5.9.



Figura 5.10.- Evolución de la deformación máxima y de la velocidad de deformación para el nivel tensional del 60% con t_e =30 s.



Figura 5.11.- Evolución de la deformación máxima y de la velocidad de deformación para el nivel tensional del 60% con t_e=180 s.

Obviando los valores de la velocidad de la deformación en los instantes correspondientes al inicio de cada bloque de ondas, se puede establecer un ajuste del comportamiento por la envolvente de los valores obtenidos, indicada en trazos punteados sobre las Figuras 5.10 y 5.11, de forma similar a lo expuesto en el caso de la fatiga continua en el gráfico de la Figura 5.3, lo que permite diferenciar, de nuevo, las tres etapas de comportamiento en el material durante su vida en fatiga. El instante a partir del cual se producen las condiciones críticas o de tránsito desde la etapa II a la III se produce cuando la deformación experimentada por el material es del 2.7 y del 2.9% para tiempos de espera de 30 y 180 s, respectivamente. Por lo tanto, se encuentran dentro del intervalo de deformación crítico para el que se ha encontrado en el caso de la fatiga continua, la segunda transición del comportamiento del material precedente a su incursión en la etapa III. Lo mismo sucede para la deformación propia de la transición entre las etapas I y II (2.1 y 2.4%) con referencia a la equivalente en fatiga continua (2.2%).

Además, las velocidades de deformación cuasiconstantes en la etapa II de $22 \cdot 10^{-6}$ ciclos⁻¹ para el caso de t_e = 30 s y en el rango de $10-20 \cdot 10^{-6}$ ciclos⁻¹ para el caso de t_e = 180 s, están en un acuerdo total con la de la fatiga continua para esta amplitud de solicitación, $19 \cdot 10^{-6}$ ciclos⁻¹ (Tabla 5.1).

En el gráfico de la Figura 5.12 se indica la temperatura superficial del material correspondiente a cada valor de deformación máxima unitaria del material durante su ensayo de fatiga. Asimismo, se reflejan los valores de las deformaciones máximas a partir de las que se producen la primera y la segunda transición del comportamiento en el material, es decir, de la etapa I a la II y de la II a la III, en fatiga continua. De nuevo, como en la fatiga continua, los tránsitos entre etapas se manifiestan bajo condiciones de deformación próximas, con independencia de la situación térmica, ya que en los ensayos con tiempo de espera las temperaturas de transición se reducen en casi 10 °C.

En la Figura 5.13 se representa la evolución de la deformación máxima unitaria experimentada por el material a lo largo de su vida en fatiga bajo una carga máxima aplicada del 50%, para tiempos de espera aplicados cada 300 ciclos de 30 y 180 s. En el mismo gráfico se ha superpuesto el gráfico correspondiente al material ensayado con esa misma carga sin tiempo de espera y el nivel de deformación crítico correspondiente.



Figura 5.12.- Temperatura para cada valor de deformación máxima en fatiga para la condición del 60%.



Figura 5.13.- Temperatura para cada valor de deformación máxima en fatiga para la condición del 50%.

La representación de la velocidad de deformación con respecto del número de ciclos, para las condiciones de tiempos de espera de 30 y de 180 s, se muestra en

los gráficos de las Figuras 5.14 y 5.15. En ambos casos, las condiciones de rotura se producen para el 2.7%, es decir, cuando la deformación máxima del material llega al entorno de los valores de la segunda transición de etapa II a la III, determinada en el caso de la fatiga continuada sin tiempos de espera (2.8%). De nuevo, la velocidad de deformación en la etapa II, entre 2 y $5 \cdot 10^{-6}$ ciclos⁻¹, para t_e = 30 s, y entre 3 y $5 \cdot 10^{-6}$ ciclos⁻¹, para t_e = 180 s, están en buen acuerdo con el valor obtenido para fatiga continua, $3.5 \cdot 10^{-6}$ ciclos⁻¹ (Tabla 5.1). Asimismo, también concuerda la deformación en la transición I a II (2.1 y 2%) con referencia a la correspondiente a la fatiga continua del 2.2%.



Figura 5.14.- Evolución de la deformación máxima y de la velocidad de deformación para el nivel tensional del 50% con t_e =30 s.



Figura 5.15.- Evolución de la deformación máxima y de la velocidad de deformación para el nivel tensional del 50% con t_e =180 s.

Por otro lado, en el gráfico de la Figura 5.16 se indica la temperatura superficial del material correspondiente a cada valor de deformación máxima unitaria experimentada por el material durante su ensayo de fatiga, mostrándose los valores de las deformaciones máximas a partir de las que se producen la primera y la segunda transición del comportamiento en el material, es decir, de la etapa I a la II y de la II a la III, en fatiga continua. De nuevo, los tránsitos de comportamiento se producen bajo condiciones de deformación de forma cuasiconstante, con independencia de las diferencias en temperatura (hasta 15 °C), entre los distintos procesos.



Figura 5.16.- Temperatura para cada valor de deformación máxima en fatiga para la condición del 50%.

En el gráfico de la Figura 5.17 se superponen todos los resultados obtenidos, pudiéndose observar que independientemente de las condiciones de carga y del grado térmico alcanzado por el material, variable en función de los tiempos de espera con que se le permita disipar el calor internamente generado, los mecanismos que justifican los tránsitos entre etapas en el material se producen cuando se alcanzan valores de deformación prácticamente constantes.



Figura 5.17.- Temperatura para cada valor de deformación máxima en fatiga para todos los niveles tensionales considerados.

2.3 Observaciones fractográficas de la superficie de rotura

Se ha establecido que, tanto para la fatiga continua como para la realizada con tiempos de espera, el material presenta en su comportamiento tres etapas que pueden ser identificadas a través del análisis de la evolución de su deformación máxima. Por otro lado, como ya se observó en el capítulo 4 de esta Tesis relativo a la caracterización convencional del material en fatiga, la superficie de fractura tras los ensayos de fatiga, obtenida para todos los casos analizados, excepto para el 40% de la carga máxima, presenta dos morfologías cláramente diferenciadas, que pueden ser apreciadas en la Fractografía 4.1. Este hecho revela una posible variación en los mecanismos de fisuración del material conforme avanza el número de ciclos de carga aplicados, probablemente asociada a las transiciones de las etapas diferentes anteriormente definidas.

Para poder observar el aspecto morfológico del material, en el caso de la probeta que no rompió tras la aplicación del millón de ciclos, se procedió a realizar su rotura criogénica en tracción. En las Fractografías 5.1A y 5.1B, realizadas a 250 y 500 aumentos, se observa el aspecto de la superficie de rotura del material. La morfología de rotura resulta similar a la mostrada en la Fractografía 4.1C, que se identificó con un proceso de rotura frágil de la matriz para el que no se aprecian grandes deformaciones en su seno. De esta forma, la ausencia de *crazes*, o deformaciones acusadas, en la superficie de fractura justifica la estabilización de los parámetros de deformación, propios de la etapa I, bajo los cuales no existe iniciación de daño en el material.



(x 250) (x 500) **Fractografía 5.1.-** Morfología de la superficie de fractura en la etapa I.

De este modo se puede considerar que la presencia de crazes tiene lugar una vez superado el umbral de la transición I-II, $(2.2 \pm 0.1\%)$ de deformación).

3 ESTUDIO VISCOELÁSTICO

Tras la variación cíclica tensional de naturaleza senoidal impuesta sobre el material en los ensayos de fatiga realizados, éste responde con una onda de deformación, que fluctua también senoidalmente, estando desfasada con la onda de tensión un cierto ángulo de fase, δ . El desfase entre las señales de la tensión aplicada sobre el material y su respuesta en deformación se puede cuantificar a partir del registro continuo de ambas ondas.

En el gráfico de la Figura 5.17 se puede observar la evolución del ángulo de desfase, δ , entre las señales senoidales de tensión y de deformación, obtenido tal y como ha sido definido gráficamente en la Figura 2.2, en función del número de ciclos, N, soportados por el material, para los diferentes esfuerzos tensionales aplicados en fatiga continua.



Figura 5.17.- Evolución del ángulo de desfase entre la tensión y la deformación.

Se puede apreciar que, cuando se aplican sobre el material niveles máximos de tensión inferiores al 70% del valor del esfuerzo dinámico de rotura del mismo, el ángulo de desfase calculado, δ , permanece prácticamente invariable hasta que se produce la rotura del material o éste soporta la secuencia del millón de ciclos aplicados sobre el mismo. Sin embargo, para valores de tensión iguales o superiores al 70% de la tensión de rotura dinámica, se produce un crecimiento acelerado del valor del ángulo de desfase.

A partir del valor del ángulo de desfase, δ, se puede realizar una caracterización de los materiales ensayados a fatiga en base a un análisis en variable compleja donde se define un módulo de elasticidad complejo, E*, de la forma que fue establecida en el apartado 2.1.1.1 de esta Tesis. En los gráficos de las Figuras VI.1 A VI.6 recogidos en el Anexo VI de la misma se representa, para cada nivel de tensión

máximo aplicado en fatiga continua sobre el material, en doble eje de ordenadas, la evolución de este módulo de elasticidad, E*, así como su parte real, E', por un lado, y su parte imaginaria, E", por el otro, en función del número de los ciclos aplicados durante el ensayo. Estos resultados se recogen en los gráficos de las Figuras 5.18 a 5.20, donde se representan, conjuntamente, para todos los niveles tensionales estudiados, la evolución de los tres valores del módulo de elasticidad con el número de ciclos aplicados. De esta forma, a través del cálculo realizado, empleando técnicas de medida de parámetros propios del comportamiento viscoelástico de estos materiales en ensayos de fatiga, se reproduce esta variable de su comportamiento, ya determinado a partir del cálculo del módulo de elasticidad aparente en el capítulo 4 de caracterización en fatiga de esta Tesis.



Figura 5.18.- Evolución del módulo de elasticidad complejo con el número de ciclos aplicado.



Figura 5.19.- Evolución de la parte real del módulo de elasticidad con el número de ciclos aplicado.



Figura 5.20.- Evolución de la parte imaginaria del módulo de elasticidad con el número de ciclos aplicado

En el diagrama de la Figura 5.19 se puede apreciar que, para esfuerzos elevados mayores o iguales al 70%, el material disminuye su energía de deformación elástica, proporcional a E', de un modo significativo, más del 50% en pocos ciclos, menos de 200, como consecuencia de su carácter no lineal, siguiendo las grandes deformaciones que sufre para poder adaptarse a las fuertes tensiones aplicadas sobre el mismo y que conducen a su rotura tras un número de ciclos relativamente bajo, y también del incremento térmico de temperatura continuado a que se ve sometido el material. Aún cuando E" disminuye también, lo hace en menor proporción que E' y, por lo tanto, se incrementa el valor del factor de pérdidas, tg δ , que, como ya se ha comentado y reflejado en la expresión (2.10), se define como el cociente entre E" y E'. La evolución del factor de pérdidas del material, para cada uno de los niveles de esfuerzos aplicados en función del número de ciclos, coincide prácticamente con la ya observada para el ángulo de desfase δ (Figura 5.17), puesto que los valores absolutos de éste son pequeños.

Por otro lado, para niveles de esfuerzos aplicados sobre el material inferiores al 70% de su tensión de rotura dinámica, la disminución de ambos parámetros, E' y E", sigue un ritmo porcentual semejante, por lo que su cociente, tg δ , permanece casi constante.

Los resultados obtenidos ponen de manifiesto que la energía disipada por el material en forma de calor, irrecuperable desde el punto de vista mecánico, proporcional a E", adopta un valor de un orden de magnitud menor al correspondiente a la energía de deformación almacenada y recuperable, proporcional a E'. Se puede establecer, por lo tanto, que en torno al 10% de la energía mecánica generada en el proceso de la fatiga se transforma en calor, y que, dada la escasa capacidad de conducción térmica del material para poder disiparlo, a través de los mecanismos convencionales de conducción, radiación o convección, éste incrementa su temperatura de una forma acusada, favoreciendo su comportamiento cada vez más flexible, hasta alcanzar el número de ciclos crítico que provoca su inestabilidad y consiguiente rotura. Únicamente al nivel de fatiga

correspondiente al 40% σ_R se estabiliza térmicamente el proceso de la fatiga, asociándose a ello la durabilidad indefinida del material.

En el gráfico de la Figura 5.21 se representan los valores de D", que es la parte imaginaria de la acomodación compleja, D*, inversa del módulo elástico E*, que ha sido ya definida a través de la expresión (2.13), obtenidos durante los ensayos de fatiga realizados bajo los diferentes niveles de esfuerzo considerados.



Figura 5.21.- Evolución de la parte imaginaria de la acomodación compleja con el número de ciclos aplicado.

Del gráfico anterior se obtiene que los valores de variación de flexibilidad durante la fatiga realizada, para los 6 niveles de esfuerzo máximo considerados, se sitúan en el intervalo de extremos 5.40·10⁻¹² m²/N mínimo y 6.04·10⁻¹¹ m²/N máximo. Teniendo en cuenta que se puede clasificar a los materiales de carácter polimérico atendiendo al valor de su flexibilidad imaginaria dinámica (D") [93] en tres grandes grupos de materiales, de la forma que se indica en la Tabla 5.4, la Figura recoge el grupo de

pertenecia del material compuesto estudiado en atención a su respuesta para este parámetro en función de la solicitación del ensayo y los ciclos alcanzados.

Grupo	D" (m ² /N)	Grado	Material
1	< 0.1·10 ⁻¹⁰	D" baja	PVC, PSU, urea, fenólico y epoxi
2	0.1 - 0.5·10 ⁻¹⁰	D" intermedia	PMMA, acetal, PET y PC
3	> 0.5·10 ⁻¹⁰	D" alta	PP, PE, PA y fluoroplásticos

Tabla 5.4.- Clasificación de los polímeros en función de D"

La clasificación considera que los materiales correspondientes al Grupo 1 se caracterizan, principalmente, por propagar fisuras existentes en su seno y/o estabilizarse térmicamente durante su proceso de fatiga. Por otro lado, los materiales correspondientes al Grupo 2 se distinguen por propagar fisuras existentes en su seno e incrementar su temperatura, simultáneamente, durante su fatiga. Por último, se establece que los materiales del Grupo 3 se caracterizan por tender al fallo en fatiga por causas exclusivamente térmicas.

De acuerdo con esta clasificación, a partir del gráfico de la Figura 5.21 se puede apreciar que, para niveles de esfuerzos aplicados superiores al 40% de σ_R , la variación de la flexibilidad del material durante los ensayos de fatiga hace que éste adquiera las propiedades de los materiales típicos de los Grupos 2 y 3, para los que existe propagación de fisuras con incrementos térmicos simultáneos. Sin embargo, la flexibilidad del material a lo largo del ensayo de fatiga para esfuerzos inferiores al 40% de σ_R no alcanza otros valores que no se correspondan con los tipificados para materiales del Grupo 1 y, por lo tanto, para esta condición se produce la estabilización térmica, y como no existen fisuras iniciales no se observa la propagación de fisuras en su seno, ni siguiera por causas púramente mecánicas.

Como ya ha sido presentado en el Capítulo 2 de esta Tesis, el parámetro que establece la velocidad de disipación de energía de histéresis en forma de calor por unidad de volumen del material durante su fatiga viene dado por la expresión (2.12).

Multiplicando por la duración de un ciclo, es decir, el periodo, se obtiene la expresión:

$$\frac{dQ}{dN} = \oint \cdot \tau = \pi \cdot D'' \cdot \sigma_0^2 = \pi \cdot \frac{E''}{E^{*2}} \cdot \sigma_0^2$$
(5.1)

donde τ representa el periodo del ensayo, D" la flexibilidad compleja y σ_0 la tensión máxima aplicada.

En el gráfico de la Figura 5.22 se muestra la evolución de los valores obtenidos de la velocidad de disipación de energía de histéresis en forma de calor por ciclo y por unidad de volumen del material, es decir, dQ/dN, en función del número de ciclos, para todos los niveles de tensión máximos considerados en los ensayos de fatiga realizados.



Figura 5.22.- Evolución de la velocidad de disipación de energía de histéresis en forma de calor con el número de ciclos aplicado.

Paralelamente a la evolución de D", en todos los casos, salvo en aquél para el que se produce la estabilidad térmica, a partir de un número determinado de ciclos, variable con el nivel de esfuerzos aplicado, la generación de energía perdida crece de forma acelerada durante la fatiga. Como esta energía se invierte mayoritariamente en producir calor, el generado por ciclo, en la Figura 5.22, se aprecia cómo ésta aumenta de forma acelerada con la fatiga. Dada la escasa conductividad térmica del material se incrementa su temperatura de una forma cada vez más acusada, acelerando el proceso de su deformación hasta rotura. Para el nivel de esfuerzos aplicado más bajo no se produce esta situación y la velocidad de generación de calor permanece prácticamente constante a unos niveles para los que, alcanzada una determinada temperatura, la velocidad de disipación externa del calor será del mismo orden, por lo que la temperatura se estabiliza.

En efecto, ya se ha visto en el capítulo 2 que, si prevalecen las condiciones adiabáticas, la velocidad de cambio de temperatura, o velocidad de calentamiento, en el mismo viene dada por la expresión (2.15), que aplicada a cada ciclo resulta:

$$\frac{dT}{dN} = \frac{\frac{dQ'_{dN}}{\rho \cdot C_p}}{\rho \cdot C_p} = \frac{\pi \cdot \sigma_0^2 \cdot E''}{\rho \cdot C_p \cdot E^{*^2}}$$
(5.2)

siendo ρ y C_P la densidad y el calor específico del material, que adoptan los valores de 1.4·10³ kg·m⁻³ y 3075 J·kg⁻¹·K⁻¹, respectivamente, para el material PR35 ensayado.

Representando este parámetro, dT/dN, en función del número de ciclos, como se establece en el diagrama de la Figura 5.23, se puede comprobar que, a partir de un número de ciclos, variable con el nivel de esfuerzos, la velocidad de incremento térmico en el material se acelera fuertemente, por lo que la temperatura debe aumentar acusadamente, como se ha observado (ver Figura 5.2). Asociado a ello se

produce la aceleración de su velocidad de deformación, como se aprecia en el diagrama de la Figura 5.3, hasta alcanzar su rotura. Para el nivel de esfuerzos más bajo (40% de σ_R) no se alcanza esta secuencia. Sobre los resultados del gráfico de la Figura 5.23 se han marcado con un círculo abierto los ciclos para los que se producía la segunda de las transiciones, definidas en el apartado anterior, que ocasionaba el tránsito de la etapa II a la atapa III del comportamiento del material, para cada condición de ensayo. Como se aprecia, un cambio importante de tendencia en la evolución de la velocidad de calentamiento tiene lugar en ella.



Figura 5.23.- Evolución de la velocidad de calentamiento con el número de ciclos aplicado

En el gráfico de la Figura 5.24 se compara el comportamiento teórico del material, anteriormente representado en la Figura 5.23, con el obtenido de forma experimental en los ensayos de fatiga realizados. A partir de ambas representaciones se puede comprobar que el material experimenta, en todos los casos analizados, una velocidad de calentamiento cláramente inferior a la teórica

establecida bajo condiciones adiabáticas, lo que está de acuerdo con una situación física más real, correspondiente a que parte del calor se pierde por transmisión hacia el exterior de la probeta ensayada y sólo una parte se dedica a su calentamiento interno. Como se ve por el cambio de escalas entre las dos variables, la adiabática teórica y la experimental, se produce por ciclo un calentamiento real de aproximadamente un 10% del máximo teórico dado por la condición adiabática.



Figura 5.24.- Evolución de la velocidad de calentamiento teórica y experimental con el número de ciclos aplicado.

De acuerdo con la expresión (2.16), correspondiente al caso más general en el que no se reproducen las condiciones adiabáticas, se podría tratar de calcular el valor del coeficiente de transferencia de calor al entorno, *H*, desde la superficie de la probeta, con el que modelizar toda la situación térmica observada para las probetas ensayadas. No obstante, la falta de conocimiento sobre las condiciones reales físicas, termodinámicas y geométricas, con respecto a la posición del foco de calor y las condiciones de transmisión, impiden realizar cálculos precisos a este respecto, por lo que este análisis debe quedar en la dimensión cualitativa del párrafo anterior.

Del ciclo de histéresis descrito por el material durante su proceso de carga y descarga, se puede establecer una cuantificación de la energía disipada durante dicho ciclo, E_H , integrando el área del bucle cerrado que se define a partir del registro de la fuerza aplicada en función de la deformación sufrida por el material y medida a través del extensómetro adosado a su superficie. De esta forma, en los gráficos de las Figuras VII.1 a VII.6 del Anexo VII de esta Tesis se han representado los ciclos de histéresis descritos por el material, correspondientes al número de ciclos indicados en los mismos, para cada uno de los esfuerzos aplicados. El gráfico de la Figura 5.25 muestra uno de los casos en que se alcanza la rotura y el de la Figura 5.26 el que no presenta rotura por fatiga.



Figura 5.25.- Ciclos de histéresis descritos por el material para $\sigma_{max} = 60\%\sigma_R$






Figura 5.27.- Evolución de la energía de histéresis con el número de ciclos aplicado

Se aprecia que la evolución del parámetro E_H sigue la misma tendencia de la velocidad de disipación de calor o de energía de histéresis teórica previamente calculada, dQ/dN (Figura 5.22), comprobándose su proporcionalidad en la representación gráfica de la Figura 5.28.



Figura 5.28.- Evolución del parámetro E_H con la velocidad de disipación de energía de histéresis.

Estableciendo que el calor generado por ciclo teórico (dQ_H/dN) es el valor de dQ/dN multiplicado por el volumen, y determinando éste como aquél contenido en la probeta dentro de los límites fijados por el extensómetro, es decir, 4 x 10 x 12.5 mm³ (500 mm³), E_H y dQ_H/dN deberían ser comparables. La comparación entre estas variables se ofrece en el gráfico de la Figura 5.29, que pone de manifiesto que el valor real, medido experimentalmente, E_H, viene a ser 1/4 a 1/7 del valor teórico dQ_H/dN. De este modo, si se aplica el valor real de calor generado por ciclo, E_H, en lugar del dQ/dN teórico para determinar el incremento térmico, se observa en la Figura 5.30 que los valores de dT/dN, obtenidos con la expresión 2.15, son ya muy próximos a los reales medidos, siendo aún algo mayores (1.5 veces en el caso más desfavorable), lo que sigue siendo justificable por la existencia de pérdidas de calor y de diferencias térmicas en la zona de medida con respecto al previsible foco de

calor. Nótese que ahora en la Figura 5.30 la escala de las variables dT/dN teórica y experimental es la misma.



Figura 5.29.- Evolución del parámetro E_H con la velocidad de disipación de energía de histéresis en la zona de medida calibrada.



Figura 5.30.- Evolución de la velocidad de calentamiento teórica y experimental con el número de ciclos aplicado.

Asimismo, la tendencia de la variación de E_H con N, establecida por las curvas dE_H/dN , representado en la Figura 5.31, para la condición $\sigma_{max} = 60\% \sigma_R$, es semejante a la evolución de la velocidad de deformación $d\epsilon/dN$, presentando, de nuevo, estas curvas tres zonas principales de comportamiento diferenciable: una decreciente (I), seguida de otra constante (II) y finalmente una de crecimiento agudo (III). Por lo tanto, de nuevo dos transiciones son observadas en el comportamiento del material, que coinciden en el tiempo con aquellas definidas para $d\epsilon/dN$ para todos los estados tensionales estudiados.



Figura 5.31.- Evolución de la energía de histéresis y de su variación con el número de ciclos aplicado.

4 ESTUDIO DE FLUENCIA

Se ha comprobado con anterioridad que el comportamiento mecánico del material durante su solicitación en fatiga muestra una importante modificación, denotada por una caída del módulo de elasticidad. Esta disminución de rigidez acompaña al aumento progresivo en la deformación del material y se encuentra asociada al incremento térmico producido. Dadas las características viscoelásticas propias del

material, es previsible que tengan lugar procesos de fluencia, acoplados a los propios de la fatiga, capaces de establecer las condiciones que marcan la evolución contemplada de la deformación en el material, o al menos de influir en ellas.

En este apartado se presentan los resultados y análisis de los ensayos de fluencia realizados a distintas temperaturas y niveles tensionales sobre el material de naturaleza viscoelástica en estudio, necesarios para poder entender el grado de acoplamiento de este mecanismo al de la fatiga.

4.1 Técnica experimental

Para determinar el efecto de la temperatura en el comportamiento en fluencia del material PR35 se emplearon probetas de tracción normalizadas, inyectadas con el citado material, de la misma geometría que las empleadas con anterioridad para caracterizar su comportamiento en fatiga. Las probetas fueron situadas en el interior de una cámara ambiental marca INSTRON, modelo 5880R, diseñada específicamente para realizar ensayos mecánicos a distintas temperaturas y que aparece reflejada en la fotografía de la Figura 5.32. Para llevar a cabo la sujeción de las probetas se empleó un sistema de mordazas especialmente diseñado para tal fin y que se aprecia en la fotografía de la Figura 5.33.

Previamente a la realización del ensayo, las probetas fueron atemperadas durante 45 minutos en el interior de la cámara ambiental a las temperaturas de 23, 28, 33, 38 y 43°C a fin de homogeneizar sus condiciones. En el Anexo VIII de esta Tesis se presenta el estudio de elementos finitos llevado a cabo para comprobar el tiempo necesario para conseguir la homogeneización térmica en el interior de las probetas del material a 60°C. Con él se ha podido comprobar que, para la geometría de las probetas consideradas, un tiempo de 162 segundos asegura la estabilización térmica en el seno de las mismas, lo cual justifica que el tiempo ejecutado garantiza la homogeneidad térmica buscada.

Posteriormente, los ensayos se realizaron aplicando, inicialmente, una tensión constante de 83.37 MPa, correspondiente al 50% de la tensión de rotura, σ_R , a temperatura ambiente. Como con la carga anterior no se alcanzó la rotura, se realizaron ensayos adicionales a cargas más elevadas (55% de σ_R) con el objeto de conocer el comportamiento del material en fluencia hasta rotura.



Figura 5.32.- Cámara ambiental para ensayos mecánicos.



Figura 5.33.- Sistema de mordazas empleado para sujetar las probetas.

Asimismo, con el objeto de conocer el estado interno del material en las diferentes etapas del proceso mecánico, se realizaron ensayos de fluencia que fueron interrumpidos en el tiempo acordado para ello. A continuación, las probetas fueron sumergidas en nitrógeno líquido y se procedió a su rotura en tracción para poder analizar el estado de la morfología de la superficie de rotura del material en los distintos casos.

En la fotografía de la Figura 5.34 se puede apreciar el instante de rotura de las probetas traccionadas a alta velocidad, inmediatamente después de ser extraídas del depósito de nitrógeno líquido. En la fotografía de la Figura 5.35 se observa el estado característico de las probetas, una vez rotas, en las condiciones descritas de elevada fragilidad.



Figura 5.34.- Rotura de probetas congeladas en nitrógeno líquido.



Figura 5.35.- Estado de las probetas tras su rotura.

4.2 Resultados

En el diagrama de la Figura 5.36 se representa la evolución de la deformación del material a lo largo del tiempo, inferior al de su rotura, para una tensión aplicada de 83.37 MPa, correspondiente al 50% σ_R , a las diferentes temperaturas. Como se puede apreciar, en todos los casos, las curvas se corresponden con lo esperado para un proceso de fluencia que acaba por estabilizar la deformación, ya que la derivada de éstas se muestra decreciente en todo momento.



Figura 5.36.- Comportamiento en fluencia a distintas temperaturas.

Por otro lado, en el gráfico de la Figura 5.37 se ha representado la evolución de la deformación del material bajo una tensión aplicada de 91.71 MPa, correspondiente al 55% de su tensión de rotura en condiciones dinámicas (σ_R), a la temperatura de 26 °C hasta el momento en el que se produce la fractura de la probeta. En el mismo gráfico se presenta la evolución de la velocidad de deformación del material, pudiéndose apreciar las tres etapas de comportamiento en fluencia cláramente diferenciadas: etapa I de velocidad de deformación decreciente o de fluencia

transitoria; etapa II caracterizada por una velocidad de deformación constante o de fluencia estacionaria y la etapa III que presenta una velocidad de deformación creciente o de fluencia acelerada.



Figura 5.37.- Comportamiento en fluencia hasta rotura.

En la Figura 5.38 se ha representado el gráfico de la evolución de la deformación del material bajo tensiones que, por su diferente intensidad o por la distinta duración de su aplicación, producen sobre el material efectos notoriamente diferenciables en atención al distinto nivel de deformación alcanzado por el material en cada caso. En el citado gráfico se ha indicado el nivel de tensiones aplicado y la temperatura ambiental existente en cada caso.



Figura 5.38.- *Comportamiento en fluencia bajo diferentes estados tensionales.* La observación fractográfica realizada por medio de técnicas de microscopía electrónica de barrido, sobre las superficies de fractura de las probetas congeladas en nitrógeno líquido tras el ensayo de fluencia, revela una microdeformación en la matriz de PA morfológicamente distinta, que establece su evolución en cada una de las etapas I, II y III de su comportamiento. En las fractografías de la Figura 5.39 realizadas a 350 aumentos se pone de manifiesto esta circunstancia.



(a) etapa l



Figura 5.39.- Evolución de la morfología de la superficie de fractura del material durante el ensayo de fluencia.

En la fractografía de la Figura 5.39a, tomada a partir de la probeta ensayada a 23°C con $\sigma = 50\% \sigma_R$ y rota en nitrógeno líquido, se puede apreciar la nucleación de potenciales *crazes* o pseudo-grietas concentrados dentro de un área de aspecto global frágil. En la fractografía de la Figura 5.39b, tomada a partir de la probeta ensayada a 25°C con $\sigma = 55\% \sigma_R$ y rota en nitrógeno líquido se observa el crecimiento y coalescencia de zonas deformadas que constituyen los *crazes* que se encuentran en proceso de formación. Por último, la fractografía de la Figura 5.39c se corresponde con la probeta que rompió durante el ensayo de fluencia y en ella se pueden constatar los *crazes* totalmente desarrollados en un área limitada, cuya extensión representa el 22% de la sección recta total de la probeta.

En resumen, se muestra en la Figura 5.40 la representación a partir de la que se compara la evolución del estado de daño interno en el material con la deformación global registrada en el mismo durante el ensayo de fluencia en cada etapa de interés.



Figura 5.40.- Morfología de fractura con el estado de deformación.

4.3 Comparación fatiga-fluencia

Sobre el diagrama de la Figura 5.36 se puede representar la deformación teórica que alcanzaría el material durante el ensayo de fatiga, si dicha deformación pudiera asociarse exclusivamente a un proceso de fluencia, únicamente afectado por los diferentes estados térmicos alcanzados durante la prueba dinámica. Para efectuar esta aproximación teórica se ha verificado que la condición de carga variable en fatiga con $\sigma_{máx}$ = 60% σ_R produce un efecto de deformación inicial sobre el material equivalente al de una tensión constante aplicada del 50% σ_R . En el diagrama de la Figura 5.41 se ha representado gráficamente el supuesto teórico planteado en los primeros momentos del ensayo (140 s).



Figura 5.41.- Deformación teórica en fatiga afectada por la evolución térmica.

Representando sobre el gráfico anterior la deformación máxima del material obtenida de forma experimental durante el ensayo de fatiga, es posible verificar el instante en el que se produce una divergencia después de haberse establecido un comportamiento en deformación inicial solapado entre el teórico y aquél obtenido durante el proceso dinámico. El instante para el que se produce esta situación se

indica con una flecha en el diagrama de la Figura 5.42. Este punto coincide con el momento para el cual la primera transición crítica, que tiene lugar durante el paso del estado de comportamiento del material I al II, se determinó en el ensayo de fatiga.

Por lo tanto, el comportamiento mecánico en la etapa I sólo está asociado a la fluencia del material, dependiente de la carga y de la evolución de la temperatura debido al proceso de la fatiga. Esto justifica la disminución de la velocidad de deformación observada en esta etapa, de forma equivalente a como sucede en fluencia.

A partir de este instante, todo el calor producido facilita la generación de un daño en el material de carácter irreversible constituido por sucesivas fisuras cohesivas o *crazes* que todavía son capaces de transmitir parte de la tensión aplicada, mientras no se alcance la segunda transición que antecede al estado III del comportamiento mecánico del material, en la que el desarrollo de la zona de crazes alcanza las condiciones de inestabilidad final y la rotura.



Figura 5.42.- Deformación en fatiga.

5 ESTADOS DEL COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE LAS POLIAMIDAS

REFORZADAS

A lo largo del desarrollo de los anteriores apartados de este capítulo se ha comprobado la existencia de tres estados diferentes en el comportamiento del material en fatiga hasta el instante en que se produce su rotura. Éstos pueden ser descritos como se expone a continuación:

I. En el estado I se producen procesos de deformación por fluencia transitoria (d²ε/dN² < 0) durante los cuales se produce un desfase entre la señales de variación tensional impuesta, Δσ, y variación de deformación resultante en el material, Δε. Este desajuste conlleva una disipación de energía en el material, E_H, que se transforma en calor, parte del cual se invierte en un aumento de la temperatura del mismo, ΔT. De esta forma, para una variación tensional determinada, se produce una flexibilización del material, acompañada de un aumento en la deformación del mismo al mantenerse constante la variación de carga aplicada.

En estas condiciones, si el incremento térmico en el seno del material, ΔT , se estabiliza antes de que alcance la deformación máxima para la que se produce la transición al estado II, ϵ_{I-II} , el proceso alcanza la estabilidad necesaria para que el material soporte, en estas condiciones, un número ilimitado de ciclos (al menos 10^6). Ello es posible porque, en este estado, E_H varía siguiendo una ley del tipo $d^2E_H/dN^2 < 0$, y, aunque su crecimiento es continuo, tiende a estabilizarse mientras que las pérdidas de calor por la superficie del material aumentan con el incremento de temperatura. Por ello, se puede alcanzar una temperatura para la cual todo el calor generado se consume sin producir incremento térmico en el material. Si, a pesar de ello, durante la etapa de aumento de temperatura en el material de forma continuada, la deformación máxima del mismo alcanza un valor para el que se produce la transición del estado I al II, independiente de la

temperatura y de la historia de cargas aplicada sobre el material, se inicia un nuevo estado de deformación, que conduce a la rotura irremediablemente si la fatiga se mantiene.

- II. Una vez alcanzado el *estado II* del comportamiento en fatiga, el material se deforma con una velocidad constante ($d^2\epsilon/dN^2 = 0$), iniciándose, de forma simultánea, fenómenos de *crazing* en el material, homogéneamente distribuidos a lo largo de toda la probeta. En estas condiciones, la velocidad de disipación de energía por ciclo crece de forma constante, $d^2E_H/dN^2 = 0$, de manera que se genera un incremento térmico sostenido en el material que origina el aumento de su temperatura de forma constante. El proceso, irreversiblemente, conduce a un estado de inestabilidad final que se inicia cuando la deformación del material alcanza el valor para el que sucede la transición del estado II al III, independientemente de la temperatura y de la historia de cargas aplicadas.
- III. El *estado III* del comportamiento en fatiga del material es aquél para el que se produce el proceso de inestabilidad local que antecede a su rotura. Ello se debe a que, en alguna zona del material, la cuantía y el tamaño de los crazes son lo suficientemente significativos como para que la alta concentración de efectos mecánicos produzca un crecimiento acelerado de la deformación del material, $d^2 \epsilon / dN^2 > 0$, y se obtenga la rotura en estas condiciones tras un número de ciclos bajo. En este estado, cuya duración es pequeña, el valor de E_H también se acelera y con él, de forma drástica, el del crecimiento de la temperatura (dT/dN).

6 ANÁLISIS DEL ESTADO DE LA SUPERFICIE LATERAL DE LAS PROBETAS ENSAYADAS

En el apartado anterior se han determinado las etapas que modelizan el comportamiento mecánico en fatiga de los polímeros reforzados con fibra corta de vidrio. La estabilidad o inestabilidad del proceso se deriva de alcanzar una segunda etapa, durante la cual se inician y constituyen una serie de procesos de daño local, cuya evidencia y uniformidad deben de ponerse de manifiesto en el estado de la superficie lateral de las probetas ensayadas.

6.1 Observación por microscopía electrónica

En efecto, ya ha habido trabajos previos [63] en los que se ha evidenciado que la generación de *crazes* en este tipo de materiales es emergente en la superficie, dejando, por tanto, en la misma huellas observables de su existencia. En atención a ello, se han realizado observaciones por técnicas de microscopía electrónica de barrido de la superficie exterior de las probetas en estudio fatigadas, próxima al plano de su rotura. De esta forma, se pudo comprobar que las caras laterales de las probetas presentaban una rugosidad notoria, provocada por la pseudo-fisuración o *crazing* de la matriz termoplástica del material en estudio. En la micrografía mostrada en la Figura 5.43a se presenta un ejemplo ilustrativo de las observaciones anteriormente citadas. La micrografía b de la misma figura presenta un detalle de la anterior.



a (x100)

b (x1000)

Figura 5.43.- Agrietamiento superficial.

Por el contrario, la misma observación realizada sobre probetas que no pasaron del estado I, pone en evidencia que esta situación de formación de *crazes* de forma uniforme en la superficie de la probeta no se produce, como se aprecia en la Figura 5.44a para la probeta ensayada al $40\%\sigma_R$ y en la Figura 5.44b para una probeta patrón sin ensayar. Estas observaciones demuestran que durante la etapa I no existe el desarrollo de *crazing* en el material y, sin embargo, cuando el material entra en zona II, los crazes se desarrollan uniformemente a lo largo de la probeta.

Sin embargo, esta técnica no permite establecer una cuantificación de los *crazes* generados y, por lo tanto, parece apropiado determinar el grado de rugosidad superficial en la probeta para establecerlo como un índice de la evolución del daño.





a (x100) b (x100) Figura 5.44.- Estado superficial durante el estado I.

6.2 Cuantificación de la rugosidad superficial

Uno de los parámetros más empleados en las mediciones realizadas sobre la textura superficial de materiales y componentes en general es la rugosidad media, en su denominación RA (*Average Roughness*). En la Figura 5.45 se puede apreciar un perfil de rugosidad típico, a partir del cual el valor de RA se determina como la desviación media del perfil de rugosidad medido sobre una superficie con respecto de la línea media a lo largo de la longitud de la muestra evaluada.



Figura 5.45.- Perfil de rugosidad típico.

El parámetro RA se puede definir, también, como la media aritmética de las áreas de los perfiles de rugosidad medidos a lo largo de la longitud de la muestra evaluada, a partir de la siguiente expresión:

$$RA = \frac{1}{l_m} \cdot \int_{0}^{l_m} |y(x)| \cdot dx$$
 (5.3)

siendo:

 l_m : longitud de muestreo analizada.

y(x): altura del perfil de rugosidad medido.

6.2.1 Material de ensayo

Para cuantificar el daño superficial generado por los micromecanismos de fatiga de la PA 6.6 reforzada con fibra corta de vidrio, se realizaron una serie de ensayos tendentes a determinar la rugosidad de la superficie de las probetas normalizadas que previamente fueron ensayadas a fatiga y que han sido descritas en apartados anteriores. Asimismo, se analizó la textura superficial de la probeta que fue ensayada bajo impacto en tracción para determinar la carga de rotura del material en condiciones dinámicas. Por otro lado, se determinó la rugosidad de las probetas ensayadas a fluencia hasta el momento de alcanzar cada una de las diferentes etapas de comportamiento en el material.

Con el objeto de realizar un análisis comparativo del grado de rugosidad en las probetas se tomó como patrón de referencia la rugosidad superficial de una probeta, análoga a las anteriores, que no había sufrido manipulación alguna tras su fabricación por inyección y posterior tratamiento en agua para dotarla del mismo grado de humedad.

6.2.2 Metodología de ensayo

Los ensayos de rugosidad de realizaron empleando un rugosímetro marca Pherthen, modelo Pherthometer S3P, determinando de cada probeta muestreada el valor de la rugosidad media (RA). El dispositivo de ensayo empleado para efectuar las mediciones se muestra en la fotografía de la Figura 5.46.

En la fotografía de la Figura 5.47 se presenta un detalle de la zona de medición de la rugosidad sobre la superficie lateral de una de las probetas ensayadas en la proximidad de la superficie de rotura.



Figura 5.46.- Dispositivo para la determinación de la rugosidad superficial.



Figura 5.47.- Detalle de la zona de medida.

En el esquema de la Figura 5.48 se muestra la zona de prueba o línea de muestreo que fue barrida en cada una de las probetas estudiadas. Se puede apreciar que las mediciones se realizaron en la zona adyacente a la superficie de rotura y en la dirección perpendicular a la del desarrollo de las pseudo-grietas, es decir, a lo largo del eje del fuste de las probetas normalizadas. Esto es necesario para evitar que el palpador quede dirigido siguiendo el surco intrínseco de los defectos generados.

El palpador empleado para realizar las medidas de rugosidad superficial en las probetas se calibró para recorrer una distancia sobre la muestra de 5.6 mm y evaluar la rugosidad a lo largo de un tramo de 4 mm, tras eliminar los valores determinados en los dos extremos, cada uno de 0.8 mm. La medición se efectuó en líneas paralelas separadas una distancia de 3 mm.



Figura 5.48.- Zona de muestreo de rugosidad.

En el gráfico de la Figura 5.49 se presenta un perfil de rugosidad característico de las probetas ensayadas previamente a fatiga, que se obtiene a lo largo de los 4 mm del recorrido evaluado. En él se puede apreciar la irregularidad de la superficie muestreada.



Figura 5.49.- Perfil de rugosidad característico.

6.2.3 Resultados y análisis de la rugosidad del material ensayado a fatiga

En la representación gráfica de la Figura 5.50 se muestra la rugosidad media obtenida sobre cada una de las probetas ensayadas a fatiga con distintas amplitudes de tensión, sin tiempos de reposo y con tiempos de espera variables (30, 180 y 300 segundos) para los niveles de esfuerzos máximos del 60 y del 50% de la tensión de rotura dinámica del material. Cada uno de los valores presentados sobre la citada representación gráfica es la media aritmética de 5 mediciones realizadas sobre cada probeta.



Figura 5.50.- Rugosidad en las probetas patrón y las ensayadas a tracción y fatiga

Se puede apreciar que, en general, para los ensayos de fatiga sin tiempos de espera a medida que disminuye la amplitud de la solicitación y, por lo tanto, aumenta el número de ciclos hasta que se produce la rotura del material, el nivel de rugosidad, determinado a través del parámetro RA, se incrementa debido a la mayor

abundancia de pseudo-agietamientos manifestados superficialmente en las probetas.

Para valores de tensión máxima elevada, empleada en fatiga, el material rompe muy rápidamente sin manifestar grandes calentamientos y sin acusar un nivel de generación de *crazes* relevante, ya que su rugosidad difiere poco de la existente en la probeta sin ensayar. Sin embargo, se puede comprobar que para valores de esfuerzos aplicados más bajos el material prolonga su vida en fatiga, permitiendo que la formación de *crazes* aumente de un modo acusado, lo que se asocia al incremento continuado de rugosidad.

Sin embargo, se puede observar, también, que la probeta ensayada con un esfuerzo máximo del 40% de la tensión de rotura dinámica del material, y que no rompió tras la aplicación del millón de ciclos, no presentó una rugosidad superior a la de la muestra patrón. Ello se debe a que los esfuerzos alternos aplicados se encontraban por debajo de su límite de endurancia, de tal forma que las discontinuidades superficiales iniciales propias del material y establecidas a partir de la probeta patrón no evolucionaron. Este hecho confirma que en el estado I del comportamiento descrito para los ensayos de fatiga no se generan los *crazes*, y que son éstos los que, una vez iniciados, conducen, irremediablemente, a la inestabilidad de la probeta.

El hecho de que las probetas rotas a tracción con esfuerzo dinámico, en las que la rotura no ofrece *crazes*, presente una rugosidad equivalente a la de referencia justifica, también, que en el momento de rotura final (estado III) tampoco se generen *crazes*. En este estado III, sólo se debe incrementar la deformación local de alguna zona con *crazes*, lo que conduce definitivamente a la rotura.

Asimismo, se puede observar que, cuando se aplican tiempos de reposo en los ensayos de fatiga, la rugosidad de las probetas disminuye, siendo esta caída más acusada para las cargas más bajas, probablemente debido a que la generación de crazes no se encuentra tan potenciada al no existir tanto calentamiento. Por ello, el

número de ciclos aplicado hasta la rotura, N_R , no aparece como la variable que correlaciona adecuadamente con la rugosidad observada, ya que con el incremento del tiempo de espera N_R aumenta mientras RA disminuye.

En estos ensayos interrumpidos el incremento térmico decrece con el tiempo de interrupción, lo que también sucede con la rugosidad. Por ello, representando los incrementos térmicos asociados al instante final del ensayo de fatiga con los valores de RA, correspondientes a ese momento, se obtiene el diagrama de la Figura 5.51. En la citada representación se puede apreciar que el aumento de temperatura, siempre que el material haya superado la transición al estado II, favorece la generación de pseudo-agrietamientos, pudiéndose establecer una relación lineal entre ambos parámetros. En la gráfica se muestran dos correlaciones, la de las probetas ensayadas al 50% de la carga de rotura como carga máxima, con diferentes tiempos de espera y las ensayadas a niveles tensionales superiores. Se aprecia que, en éstas últimas, a igualdad de incremento térmico la rugosidad es superior. Lo único que diferencia ambos grupos es la deformación máxima final alcanzada en la rotura, que para el caso del 50% es menor que en el resto, 2.8% frente a valores superiores a 4.5%, como muestra la Figura 5.4.



Figura 5.51.- Relación entre rugosidad e incremento térmico.

Además, se puede apreciar que los tiempos de espera aplicados impiden que el material alcance altos incrementos térmicos, siendo éstos más bajos cuanto mayores sean aquéllos. Por lo tanto, de acuerdo con lo anterior, los tiempos de espera producirán una menor deformación en el material debido al menor incremento térmico y se obtendrá, como consecuencia directa de ello, un grado de rugosidad tanto más bajo cuanto más elevados sean los tiempos de espera aplicados.

En el gráfico de la Figura 5.52 se representa la correlación de la aparición de los *crazes* de forma homogénea, estado II, con el incremento térmico. Para ello se han considerado, inicialmente, los casos de fatiga bajo el estado tensional correspondiente al 50% de la carga de rotura como carga máxima, en las diferentes condiciones de tiempo de espera ensayadas. En todos los casos se han representado las condiciones de incremento térmico ΔT alcanzadas al inicio del estado II y al final del mismo, que, para esta condición de fatiga, corresponde con el de rotura. Para la primera situación, inicio del estado II, se ha considerado que el material aún no ha desarrollado *crazes*, por lo que su rugosidad es constante y de valor RA = 0.35 μ m. Para la segunda condición, la rugosidad considerada es la medida al final del ensayo. Al analizar las relaciones (Δ T/ Δ RA) correspondientes al estado II, de desarrollo de *crazes*, se observa que, con independencia de la historia térmica previa, debida a los diferentes tiempos de espera, la generación de los *crazes* establece un crecimiento constante de la temperatura. Es decir, la pendiente de las rectas (Δ T/ Δ RA)_{II} es prácticamente constante.



Figura 5.52.- $\Delta T = \Delta T$ (*RA*). Análisis del tiempo de espera.

Asimismo, se han representado los puntos correspondientes a los diferentes ensayos realizados con carga máxima del 60% de la de rotura. En este caso, los puntos se obtienen igual que en el caso anterior, pero la recta de unión entre ellos representa el efecto de la generación de crazes en estado II, uniforme, y en el estado III, local en zona de inestabilidad. De nuevo, se observa que no hay una

dependencia de la relación ($\Delta T/\Delta RA$) con la historia térmica previa derivada de los tiempos de espera. La mayor pendiente de esta relación con referencia a los ensayos al 50% probablemente pueda ser mayoritariamente debida al incremento térmico acusado en estado III, como se ha visto en el apartado 2 de este capítulo, atenuado por el incremento de rugosidad propio del daño local de este último estado, ya que las medidas de rugosidad se han realizado en las proximidades de la superficie de rotura. De esta forma, no queda claro el efecto de la tensión aplicada que, en cualquier caso, no parece muy importante como se ha visto por las buenas correlaciones $\Delta T/\Delta RA$ obtenidas con todos los ensayos en el gráfico de la Figura 5.51, y como se corrobora con la representación gráfica de la Figura 5.53 que contempla los ensayos de fatiga sin tiempos de espera, para diferentes estados tensionales.



Figura 5.53.- $\Delta T = \Delta T$ (*RA*). Representación para la fatiga continua.

En las representaciones Δ T-RA mostradas se comprueba que siempre que el material haya generado *crazes*, es decir, haya progresado al estado II, cuanto

mayor es el incremento térmico obtenido en el material, su mayor flexibilidad se asocia a la mayor capacidad de generación de *crazes*, justificado por su mayor rugosidad. Este hecho se pone de manifiesto observando la Figura 5.54, en la que se representa el módulo de elasticidad aparente del material, en el instante final del ensayo de fatiga, en relación con la rugosidad alcanzada, en cada uno de los casos analizados. Se deduce que la caída de rigidez o aumento de flexibilidad, y, por lo tanto, el incremento de la deformación en el material, se asocia a un aumento del valor de RA, siempre que se generen *crazes*.



Figura 5.54.- Valores de E_{ap} y RA al final de los ensayos de fatiga para cada nivel tensional considerado.

En el gráfico de la Figura 5.55 se indica la correlación de la aparición homogénea de *crazes*, estado II, con la disminución del módulo de elasticidad aparente en el material, E_{ap}, o su flexibilización. La representación contempla los casos de fatiga con tensión del 50% de la carga de rotura como carga máxima bajo las diferentes condiciones de tiempo de espera. Para ello, partiendo de la situación en origen del

ensayo, se han representado los valores de E_{ap} medidos en cada caso, al inicio del estado II y al final del mismo, que en este caso corresponde con el de rotura. Para la primera condición, inicio del estado II, se ha considerado que el material aún no han desarrollado *crazes*, por lo que su rugosidad es constante y de valor RA = 0.35 μ m. Comparando la posición representativa de esta situación con la correspondiente al origen, se ve el efecto del incremento térmico propio del estado I, mayor cuanto menor es el tiempo de espera, por el que la flexibilidad aumenta sin generarse crazes, a rugosidad constante.

Para la segunda condición la rugosidad considerada es la medida al final del ensayo. Al analizar las relaciones (ΔE_{ap} / ΔRA) correspondientes al estado II, de desarrollo de *crazes*, se observa que, con independencia de los diferentes tiempos de espera aplicados, la generación de los *crazes* establece un decrecimiento de E_{ap} bajo pendiente (ΔE_{ap} / ΔRA)_{II} prácticamente constante.



204

Figura 5.55.- Evolución de la relación E_{ap} - RA en el estado II para diferentes t_e y estados tensionales del 50 y 60%.

También se han representado los puntos relativos a los ensayos para carga máxima del 60% de la de rotura. Los puntos se han obtenido igual que en el caso anterior, pero la recta de unión entre ellos representa el efecto de la generación de crazes en estado II, uniforme, y en el estado III, en zona de inestabilidad local.

En la relación entre estas variables sí se observa una dependencia de la pendiente $(\Delta E_{ap}/\Delta RA)$ con la historia térmica previa causada por los tiempos de espera. En el caso en que no existan ($t_e = 0$ s), para el que ΔT es elevado, la pendiente ($\Delta E_{ap}/\Delta RA$) es equivalente a las obtenidas con los ensayos de $\sigma_{max} = 50\%$ de σ_R . Pero para t_e mayores el incremento térmico, ΔT , baja de forma que la temperatura al inicio del estado II es menor que T_g, observándose una mayor pendiente en la relación ($\Delta E_{ap}/\Delta RA$), es decir, el efecto de los *crazes* es mayor en lo referente a aportar mayor pérdida de rigidez.

Esta situación, de nuevo, se observa al incrementar el nivel tensional aplicado, como se puede apreciar en el gráfico de la Figura 5.56, de forma que, en general, la pendiente de la relación ($\Delta E_{ap}/\Delta RA$) se hace más tendida cuando se aplican los esfuerzos para los que el material supera el valor de su temperatura de transición vítrea, T_g, antes de iniciar el estado II de comportamiento. De esta observación se puede concluir que es el incremento térmico el principal causante de la pérdida de flexibilidad, siendo ésta acusada hasta pasar el umbral de la temperatura T_g. Una vez superado éste, las relaciones ($\Delta E_{ap}/\Delta RA$) y ($\Delta T/\Delta RA$), cuasi-constantes, indican que la generación de *crazes* tiene un efecto independiente de la temperatura y de la tensión existente. Sólo la dinámica, velocidad de cambio, es constante.






Una vez comprobada la correlación entre la rugosidad de las probetas ensayadas a fatiga y los mecanismos de generación de crazes en el estado II del modelo de comportamiento establecido, se ha pretendido caracterizar la evolución de la generación de crazes superficiales en el material en el proceso de fatiga, en función de los ciclos aplicados sobre el mismo, a través de la medida periódica de la rugosidad en una misma probeta. Para ello, se procedió a realizar ensayos simultáneos de fatiga y de rugosidad sobre la misma probeta. En concreto se llevó a cabo el ensayo de fatiga con onda de naturaleza senoidal a la frecuencia de 5 Hz sobre una probeta de material PR35, aplicando un esfuerzo máximo del 50% de la tensión de rotura dinámica del material y uno mínimo del 5% de dicha tensión. En la Tabla 5.5 se presenta la evolución de la rugosidad, obtenida como la media aritmética de 3 determinaciones, realizadas en la misma zona de muestreo, tras ser detenido el ensayo para cada medida, una vez aplicado el número de ciclos indicados en cada caso, hasta que se produjo la rotura de la probeta. Lógicamente,

con esta manera de proceder la fatiga se produce en condiciones semejantes a las de un ensayo interrumpido en determinados momentos, durante un tiempo importante, el adecuado para medir la rugosidad.

 Tabla 5.5. Valores de RA en cada detención de ensayo de fatiga.

Ν	0	100	200	500	1000	1500	3000	4000	5000	6000	7000	7500
RA												
(µm)	0.295	0.318	0.349	0.369	0.315	0.342	0.390	0.384	0.425	0.506	0.512	0.477

En la Figura 5.57 se puede apreciar un esquema de la probeta sobre el que se representan las dimensiones de la zona de muestreo de la rugosidad y el lugar geométrico donde se produjo la rotura final. Como la rotura se produjo en una zona alejada de la de mediciones de RA, éstos resultados no son comparables con los obtenidos previamente.



Figura 5.57.- Esquema de la probeta ensayada

La rotura se produjo previamente a la última medición, a los 7500 ciclos. La rugosidad medida, en ese momento, en la zona inmediatamente adyacente a la

zona de rotura fue de 0.590 μ m. Las interrupciones del ensayo de fatiga, llevadas a cabo para efectuar las mediciones de la rugosidad de la probeta, favorecieron la disipación de parte del calor generado en el seno del material y provocaron que el material aumentara sensiblemente su vida en fatiga con respecto a los ensayos no interrumpidos, realizados con la misma carga, pero sin llegar a aquéllos obtenidos en los ensayos interrumpidos de forma regular. En este caso, el valor de RA (~ 0.60 μ m) sí es comparable con el determinado con anterioridad, en rotura, para esa condición de carga (~ 0.65 μ m). En este ensayo, el menor incremento térmico alcanzado, ocasionado por las paradas necesarias para efectuar las medidas, justifica el menor valor obtenido con referencia de los realizados sin tiempo de espera. Al ser este valor superior al de los ensayos interrumpidos de forma uniforme (0.52 a 0.40 μ m) hay un buen acuerdo con los ciclos de carga realizados hasta rotura en cada caso. Ello valida estos resultados.

El gráfico de la Figura 5.58 representa la evolución de la rugosidad en la superficie del material en función del número de ciclos aplicado sobre el mismo, cuyo comportamiento se puede ajustar a través de dos tramos lineales. El punto de quiebro obtenido, indicado sobre el gráfico con una flecha, establece una transición en la textura superficial del material asociada a un aumento progresivo de la rugosidad en el mismo. El instante para el que se produce el citado suceso se corresponde al momento asociado con la transición del estado I al II del comportamiento del material a partir del cual comenzaba a desencadenarse la generación y coalescencia de *crazes* internos en el material. De esta forma, se puede establecer la evolución de la rugosidad en el material que emergen hacia la superficie del mismo.



Figura 5.58.- Evolución de la rugosidad frente a N.

En el diagrama se ha representado el desarrollo de los registros de la rugosidad superficial determinados sobre la probeta. Se puede comprobar cómo a medida que se incrementa el número de ciclos aplicado sobre el material, la rugosidad se hace más notoria. Sobre el mismo gráfico se ha representado con un punto lleno el valor de la rugosidad determinada tras la fractura de la probeta en la zona contigua a la de rotura, pudiéndose apreciar que su valor es sensiblemete más elevado debido al proceso inestable local final, caracterizado anteriormente como la etapa III del proceso de la fatiga.

6.2.5 Resultados y análisis de la rugosidad en el material ensayado a fluencia

Una vez rotas las probetas ensayadas a fluencia bajo diferentes niveles térmicos y tensionales en cada una de las etapas, ya fuera de forma natural durante la etapa III de velocidad de deformación acelerada, o de modo forzado por congelación y posterior tracción, durante las etapas I y II, de velocidad de deformación decreciente y velocidad de deformación constante, respectivamente, se procedió a determinar la rugosidad de las mismas en la superficie lateral próxima al plano de la rotura.

En la Tabla 5.6 se presentan los valores de RA determinados, en cada caso, como media aritmética de 12 valores medidos (3 determinaciones por cada una de las cuatro superficies laterales de la probeta separada en dos trozos, tras su rotura, próximas al plano de la rotura).

N	etapa I	etapa II	etapa III
RA (μm)	0.390	0.440	0.570

 Tabla 5.6. Valores de RA en cada etapa de fluencia.

En el gráfico de la Figura 5.59 se ilustran los registros de la rugosidad superficial del material, junto con su comportamiento mecánico en deformación y el aspecto microscópico de su morfología interna, pertenecientes a cada una de las tres etapas descritas anteriormente.

Se constata, de nuevo, que la rugosidad aumenta conforme progresa el ensayo, siempre que la probeta haya alcanzado la zona II con la consecuente generación de *crazes*, acusándose de forma notoria durante la etapa III. Esta determinación establece un alto grado de acuerdo con las observaciones y constataciones microscópicas realizadas y discutidas en el apartado 3.3 del presente capítulo. Al igual que lo allí establecido, se observa una clara correlación entre los mecanismos

de fatiga y los propios de los procesos de fluencia, de forma que el análisis del estado superficial también verifica el acoplamiento de procesos de fluencia en los de fatiga de estos materiales.



Figura 5.59.- Evolución de la rugosidad en fluencia.

6.3 El estado de daño superficial como indicador de los mecanismos de fatiga

Estos resultados confirman tres situaciones con referencia a la evolución de rugosidad, en función de la generación y crecimiento de *crazes* en los ensayos de fatiga.

En primer lugar, en el estado I, que ha sido asociado a fenómenos de fluencia pura, antes de alcanzar el desarrollo de *crazes*, la rugosidad superficial del material no se

altera. Es decir, que la evolución de la rugosidad se asocia necesariamente a la presencia de *crazes*, por lo que sirve de indicador de éstos.

En segundo lugar, el proceso de generación de *crazes* es continuado durante el estado II de comportamiento, y se acopla al crecimiento de la temperatura del material por los procesos de fatiga, estableciendo una correlación $\Delta T/\Delta RA$ prácticamente constante con independencia de historia térmica previa. Es decir, una vez alcanzada la deformación crítica que conduce a la generación de crazes, esta generación y el incremento térmico aumentan con una relación constante para cada situación de amplitud de carga, si bien, ésta no parece tener un efecto relevante en la relación correspondiente. Por otro lado, la variación de la relación módulo de elasticidad aparente del material con la rugosidad, $\Delta E_{ap}/\Delta RA$, durante esta etapa viene condicionada por el valor de la temperatura alcanzada por el material, de tal forma que si sobrepasa el valor de su temperatura de transición vítrea, T_g, la pendiente, anteriormente reseñada, se torna más suave, aunque constante para cualquiera de los estados tensionales que verifican esta condición térmica.

Finalmente, al pasar al estado III de inestabilidades locales, la rugosidad crece en la zona próxima a la rotura donde se concentra el crecimiento de daño debido a la fatiga, es decir, donde se inestabiliza el material.

una vez alcanzada la deformación crítica que conduce a la generación de crazes, esta generación y el incremento térmico aumentan con una relación constante para cada situación de amplitud de carga, si bien, ésta no parece tener un efecto relevante en la relación correspondiente. Por otro lado, la variación de la relación módulo de elasticidad aparente del material con la rugosidad, $\Delta E_{ap}/\Delta RA$, durante esta etapa viene condicionada por el valor de la temperatura alcanzada por el material, de tal forma que si sobrepasa el valor de su temperatura de transición vítrea, T_g , la pendiente, anteriormente reseñada, se torna más suave, aunque constante para cualquiera de los estados tensionales que verifican esta condición térmica.

Finalmente, al pasar al estado III de inestabilidades locales, la rugosidad crece en la zona próxima a la rotura donde se concentra el crecimiento de daño debido a la fatiga, es decir, donde se inestabiliza el material.

7 CONDICIONES DE ROTURA

En el apartado 4 del presente capítulo se han descrito los tres estados diferentes observados en el comportamiento del material en fatiga hasta el instante en que se produce su rotura. Una vez analizados los mecanismos desarrollados durante los estados iniciales (*I* y *II*), en este apartado se evalúan las condiciones específicas, térmicas y mecánicas, bajo las que se produce el proceso de la rotura del material, una vez desarrollados durante el *estado III* de su comportamiento en fatiga los micromecanismos de inestabilidad local observados.

7.1 Efecto de la temperatura en la resistencia última del material

Habida cuenta de que la rotura de las probetas ensayadas a fatiga tiene lugar en diferentes condiciones térmicas, dependiendo de la amplitud de carga aplicada (ver

el gráfico de la Figura 5.2), el primer análisis realizado ha consistido en determinar, experimentalmente, el efecto de la temperatura sobre la resistencia mecánica del material bajo cargas dinámicas equivalentes a las que introduce un ciclo de fatiga.

7.1.1 Técnica experimental

Para determinar el efecto de la temperatura en la resistencia última mecánica de estos materiales, bajo condiciones dinámicas, se emplearon probetas de tracción normalizadas, inyectadas con el material PR35, y de la misma geometría que las empleadas con anterioridad en los ensayos de fatiga. Las probetas fueron ensayadas en el interior de la cámara ambiental que aparece reflejada en la fotografía de la Figura 5.32, empleándose para su sujeción el sistema de mordazas que se aprecia en la fotografía de la Figura 5.33.

Previamente a la aplicación del esfuerzo, las probetas fueron atemperadas en el interior de la cámara ambiental durante 45 minutos a las temperaturas de ensayo consideradas, esto es, 23, 28, 33, 38, 43 y 60°C, la primera de las cuales corresponde a la temperatura ambiente. Posteriormente, los ensayos se realizaron aplicando un impacto en tracción sobre las probetas a través del movimiento del actuador de la máquina de ensayos con la velocidad que proporciona la rama de carga de una onda de naturaleza cuadrada. Para determinar las deformaciones alcanzadas por el material se empleó el mismo extensómetro dinámico usado en los ensayos de fatiga. El proceso experimental se ha completado con estudios fractográficos y de rugosidad.

7.1.2 Resultados

En el gráfico de la Figura 5.60 se presentan los registros tensión-deformación del material ensayado a las temperaturas citadas anteriormente e indicadas en el diagrama. En el mismo se puede comprobar la importante variabilidad de comportamiento en función de la temperatura.

La Tabla 5.7 muestra las tensiones máximas o de rotura (σ_R) y las deformaciones obtenidas al inicio de la zona en que se mantiene la carga máxima (ϵ_{max}) así como las máximas alcanzadas previas a la rotura (ϵ_u), en función de la temperatura a la que fue ensayado el material. Se puede apreciar que las tensiones de rotura decrecen con el aumento de la temperatura, una vez superada la de transición vítrea, T_g, lo que se asocia a un ablandamiento de la matriz termoplástica del material compuesto. Por su parte, las deformaciones experimentan un importante aumento conforme se incrementa la temperatura de ensayo, tanto en aquéllas para las que se alcanza la carga máxima, a partir de la que se puede entender que se producen fenómenos de inestabilidad local, como para la deformación última alcanzada.



Figura 5.60.- Diagrama σ - ε en condiciones de impacto en tracción.

Tabla 5.7.- Tensiones máximas obtenidas para cada temperatura

Tª ensayo (°C)	σ _R (MPa)	€ _{max}	ε _u
----------------	----------------------	------------------	----------------

23	161.99	0.039	0.061
28	163.66	0.040	0.063
33 (T _g)	155.73	0.044	0.077
38	146.76	0.046	0.072
43	138.50	0.049	0.082
60	121.58	0.056	0.093

Los resultados de la Tabla 5.7 muestran cómo el inicio de las inestabilidades locales en tracción, correspondientes al instante para el que se alcanza ε_{max} , se produce siempre por encima de la deformación de transición del estado II al estado III de los procesos de fatiga. Asimismo, se observa que los valores de σ_R para temperaturas inferiores a T_g, como sucede para 23 y 28°C, se encuentran en el intervalo de dispersión propio de la resistencia mecánica de este material, tomado como 166.80 MPa a lo largo de este trabajo.

La observación fractográfica de la superficie de rotura pone en evidencia que en todas las probetas hay una pequeña zona de inestabilidad local en donde se desarrollan *crazes* como se aprecia en las Fractografías 5.1a y b tomadas a 350 aumentos, correspondientes a las probetas ensayadas a las temperaturas de 28 y 60 °C, respectivamente. El resto de la superficie rompe de forma instantánea de modo frágil como se observa en las Fractografías 5.1c y d, correspondientes a las probetas ensayadas a 23 y 43 °C respectivamente, tomadas a los mismos aumentos. Ambos tipos de mecanismos son muy semejantes a los encontrados sobre la superficie de rotura de las probetas ensayadas a fatiga, como se puede comprobar al realizar una comparación visual con la Fractografía 4.1.





c.- Rotura a 23 °C d.- Rotura a 43 °C Fractografía 5.1.- Superficie de rotura en condiciones de tracción

La zona de inestabilidad con *crazes* aumenta a medida que crece la temperatura, paralelamente a como lo hace la extensión de la zona de inestabilidad asociada a la meseta de tensión constante en la representación σ - ε de estos ensayos. El gráfico de la Figura 5.61 muestra el incremento de la superficie con *crazes* (A_c), expresado como porcentaje del área total de la sección recta de la probeta, en función de la temperatura del ensayo.



Figura 5.61.- Evolución del incremento del area de crazes con la temperatura.

Siguiendo la misma metodología que en las probetas ensayadas a fatiga, se ha medido, a través de la rugosidad, el estado superficial de las probetas ensayadas a tracción. El gráfico de la Figura 5.62 muestra la rugosidad obtenida en el material, una vez rotas las probetas, en función de la temperatura a la que fueron ensayadas. En ella se aprecia que hay un incremento importante del daño superficial de las probetas al aumentar la temperatura, hasta alcanzar un máximo, equivalente a los valores de máxima de rugosidad medidos en los ensayos de fatiga (~ 0.70 μ m).

El hecho de que la rugosidad media de las probetas ensayadas a una temperatura por debajo de la correspondiente a la de transición vítrea (T_g) no alcance los valores máximos, se puede asociar al hecho de la pequeña presencia de zona inestable con *crazes* en la superficie de rotura, como se muestra en la Figura 5.63. Es decir, la nucleación de *crazes*, tal como se ha observado en los mecanismos de fatiga (estado II), parece generalizarse de forma homogénea en todo el material una vez superada la barrera térmica de la transición vítrea, T_g , definiendo un

comportamiento diferenciado en tracción por encima y por debajo de dicha transición.



Figura 5.62.- RA en función de la temperatura del ensayo.



Figura 5.63.- Relación entre los parámetros RA y A_C.

7.1.3 Análisis

Para ofrecer una garantía de la representatividad de los resultados, se llevó a cabo una nueva serie de ensayos de fatiga, bajo los diferentes niveles tensionales considerados en el desarrollo de esta Tesis. De esta forma, se dispondrá de un número de resultados lo suficientemente significativo para poder abordar de modo fiable el análisis del comportamiento del material en rotura.

Con el ánimo de comparar los resultados obtenidos en condiciones de impacto en tracción con los encontrados en la realización de los ensayos de fatiga, sobre el material PR35, en el diagrama de la Figura 5.64 se ha representado, por un lado, la temperatura alcanzada por el material en el momento de su rotura por fatiga sin tiempos de espera, para las diferentes cargas máximas aplicadas, en puntos llenos y, por el otro, las tensiones de rotura obtenidas por impacto en tracción para cada una de las temperaturas consideradas en puntos huecos. También, se han representado sobre el mismo gráfico, en anillos huecos, las temperaturas alcanzadas por el material ensayado a fatiga con tiempos de espera de 30 y 180s, bajo los niveles tensionales del 50 y del 60% de $\sigma_{\rm R}$.



Figura 5.64.- *Diagrama de tensiones últimas en función de la temperatura.* Se puede apreciar que el material presenta una tendencia al ablandamiento, en ambos casos, fatiga continua y tracción, con el aumento de la temperatura. La diferencia observada de comportamiento en tracción y fatiga en el instante de rotura podría justificarse, en un primer análisis, considerando que en el caso de la fatiga la medida de la temperatura se ha efectuado en la superficie de la probeta, en un punto diferente del foco interno de generación de calor y, por lo tanto, representa una cota inferior de la existente en la zona del proceso de la rotura. Ello conllevaría un posible desplazamiento horizontal de la recta representativa de la fatiga tendente a aproximarla con la de resistencia mecánica del material, representado por flechas en el diagrama de la Figura 5.64.

Sin embargo, la diferencia encontrada difícilmente puede ser justificada sólo por este efecto, máxime cuando se han obtenido tan buenas correlaciones entre los valores experimentales de dT/dN y los obtenidos a partir de datos mecánicos y análisis teóricos (como se muestra en el gráfico de la Figura 5.30 del apartado 2 de

este capítulo). Además, la dependencia única de los resultados mecánicos de la temperatura deja fuera de lugar el comportamiento térmico diferencial de las probetas con tiempo de espera. Por lo tanto, deben ser las condiciones existentes previas a la rotura las que justifiquen estas diferencias.

7.2 Aspectos morfológicos de las superficies de rotura. Condiciones de rotura

Queda comprobado que los micromecanismos presentes en las superficies de rotura tras el ensayo de las probetas normalizadas, sometidas tanto a procesos de fatiga como a tracción en régimen dinámico, son los mismos, sin que ello represente una igualdad de resistencia última. Resta por analizar si hay aspectos morfológicos en la superficie de rotura de ambos tipos de probeta que justifiquen las diferencias. Por ello, se han analizado las superficies de rotura por medio de técnicas de microfotografía, como complemento a la microscopía electrónica de barrido (MEB), realizada y descrita en el apartado 3.3 del capítulo 4 de esta Tesis.

Para analizar cuantitativamente el efecto producido por la presencia de las dos zonas diferenciadas, se realizó un levantamiento planimétrico de todas las superficies de fractura a partir de las fotografías realizadas a 10 aumentos. Se discretizó la morfología de los distintos tipos de fisura observados para su mejor estudio por superficies de áreas equivalentes, según el esquema que se presenta en la Figura 5.65.



Figura 5.65.- Tipos de zona cohesiva y su discretización.

De cada probeta ensayada se determinó el porcentaje de área de *crazes* en fatiga, previa a su rotura, A_C, con respecto de la superficie total de la sección recta. La tensión neta en el ligamento resistente, correspondiente al momento de la rotura del material, se ha calculado directamente a partir de ella, de acuerdo con la expresión

$$\sigma_{neta} = \frac{F}{A_{neta}} = \frac{\sigma_{max} \cdot A_{total}}{A_{total} - A_c}$$
(5.4)

En la Tabla 5.8 se indica, para cada una de las probetas ensayadas, el porcentaje de área con *crazes* (A_c), la temperatura medida en el instante de la rotura (T_R) y la tensión neta en el ligamento resistente en el momento de la rotura (σ_{neta}), en función del esfuerzo máximo aplicado (σ_{max}).

	σ_{max}	A _C	T _R	σ_{neta}	Tipo de
σ_{max}/σ_{R}	(MPa)	(%)	(°C)	(MPa)	zona cohesiva
0.90	150.08	5.75	24.0	159.24	E
		13.43	24.0	173.36	S
		15.69	27.5	158.34	S
0.80	133.50	18.39	28.2	163.58	Е
		13.95	29.3	155.14	E
		12.07	35.1	132.78	E
0.70	116.75	9.88	38.4	129.55	Е
		13.08	36.9	134.32	E
0.60	100.05	24.51	49.2	132.53	S
		17.49	46.5	121.26	E
		23.51	52.8	108.99	Р
0.50	83.37	25.98	54.9	112.63	E
		27.16	53.8	114.46	Р
0.60 (t _e = 30s)	100.05	24.09	38.0	131.80	E
0.60 (t _e = 180s)		22.06	31.0	128.37	E
0.50 (t _e = 30s)	83.37	30.67	38.0	120.25	E
0.50 (t _e = 180s)		28.90	30.0	117.26	Р

 Tabla 5.8.- Resultados de rotura en fatiga

El gráfico de la Figura 5.66 representa los pares σ_{neta} -T_R calculados para cada tensión nominal aplicada en fatiga, donde se observa una distribución de valores, de los que aquéllos obtenidos en fatiga continua, sin tiempos de espera, se pueden ajustar linealmente en primera aproximación para los niveles térmicos medidos, con

un coeficiente de correlación de 0.94. En el mismo gráfico se han representado de igual manera las tensiones netas de rotura obtenidas en los ensayos de tracción a partir del valor de la carga última mostrada en la Tabla 5.7 y de los valores de A_c , para cada caso, indicados en el gráfico de la Figura 5.61. La Tabla 5.9 recoge estas tensiones netas de rotura de las probetas de tracción. En ella, la primera fila corresponde con el resultado de referencia tomado para los ensayos de fatiga.



Figura 5.66.- *Evolución de* σ_{neta} con el incremento térmico.

Tabla 5.9	Resultados	de rotura	en tracción
-----------	------------	-----------	-------------

T _R	σ _R	A _C	σ _{neta}	
(°C)	(MPa)	(%)	(MPa)	
23	166.75	0.00	166.75	

23	161.99	0.00	161.99
28	163.66	1.14	165.55
33	155.73	1.67	158.37
38	146.76	3.04	151.36
43	138.50	7.59	150.25
60	121.58	7.89	132.34

A tenor de los resultados encontrados se observa, de nuevo, la importante influencia de la temperatura, en este caso, sobre la tensión neta existente en el momento de la rotura. Las tensiones netas obtenidas en fatiga y en tracción no son iguales, aunque ya más próximas que lo observado para las tensiones de rotura del gráfico de la Figura 5.64, y las condiciones de rotura de las probetas ensayadas con tiempos de espera no se ajustan bien. Por ello, aún considerando que las diferencias se acortarían representando la temperatura real de las probetas de fatiga, hay otro factor fundamental que debe tenerse en cuenta: la capacidad portante real durante el proceso de desarrollo de *crazes* de la zona de inestabilidad. Es decir, debe hacerse un estudio de las fuerzas cohesivas soportadas por esta zona y su influencia en la tensión de pico del material que no ha desarrollado *crazes* en el momento de la rotura.

7.3 Estado tensional previo a la rotura

El estudio tensional debe realizarse en base a consideraciones que se modelizan bajo condiciones de tracción. Al llegar el instante previo a la aparición de zonas de *crazes*, toda la fuerza sobre la probeta se puede considerar aplicada sobre su centro de gravedad, en un estado de tracción simple, que genera un estado tensional uniforme σ_{max} . A medida que se empieza a producir la zona de inestabilidad, con desarrollo de *crazes*, la fuerza actuante es resistida, parcialmente, por la fuerza cohesiva, F_C, transmitida por ellos, que en cada instante será:

$$F_c(t) = \sigma_c(t) \cdot A_c(t) \tag{5.5}$$

siendo $\sigma_C(t)$ la tensión portante media de la zona cohesiva, función del tiempo con el que evoluciona la temperatura y de la deformación local de la zona de inestabilidad, y $A_C(t)$ la superficie de ese área local. El resto de la solicitación es resistido por el material del ligamento que no ha iniciado mecanismos de inestabilidad, F_L .

A medida que la zona de inestabilidad crece durante el estado III de fatiga, considerando que la solicitación máxima aplicada es constante, F_c aumenta, mientras decrece F_L, lo que desplaza el centro de gravedad del ligamento produciendo un estado de tracción compuesto. En el momento de la rotura, se puede suponer que las condiciones críticas pueden venir establecidas por la tensión de solicitación del material próximo a la zona de inestabilidad, como tensión de pico $\sigma_{\rm p}(r)$, que, al alcanzar un valor crítico, es capaz de generar la rotura por los mecanismos propios de este material compuesto. Dependiendo de cuál sea el valor de F_c, función de σ_c y A_c, se establece la tensión de pico, σ_p . Ésta, para unas condiciones geométricas de la zona de inestabilidad dadas, crece al decrecer F_C, es decir, al decrecer $\sigma_{\rm C}$ con el proceso de inestabilidad generado, como se aprecia de las diferentes expresiones obtenidas en el Anexo IX de esta Tesis, en el que se modelizan las situaciones de los tres tipos de zonas de crazes observadas: pasante (P), semielíptica (S) y de esquina (E). De esta manera, el mínimo valor de pico se obtendría bajo la hipótesis de que la tensión cohesiva, oc, se mantiene constante e igual a la capacidad portante total del material, resultando un valor equivalente a la tensión neta (σ_{neta}) calculada en el apartado anterior de modo simplista. Es decir, los resultados en fatiga del gráfico de la Figura 5.66 representan el mínimo valor posible de la tensión de pico, supuesto que no hay daño en el material durante el crecimiento de los crazes en la zona de inestabilidad. El acercamiento entre los comportamientos observados se puede establecer encontrando la verdadera tensión cohesiva de esta zona, que sí resulta dañada realmente.

Ante la dificultad de establecer un análisis de la tensión cohesiva de forma directa, se puede hacer un análisis de los resultados obtenidos bajo la hipótesis de igualar la tensión de pico en el instante de la rotura a la tensión última del material a la temperatura de la rotura $\sigma_R(T)$ obtenida en el ensayo de tracción, teniendo en cuenta la igualdad de mecanismos de rotura de la zona no inestable. En función del área de inestabilidad observada, de su geometría y de la solicitación máxima aplicada, se puede determinar, bajo la hipótesis anterior, la tensión cohesiva resultante para la zona inestable y analizar su procedencia en función de los mecanismos observados fractográficamente y de lo establecido en la bibliografía. De acuerdo con ello, la Tabla 5.10 recoge los valores calculados de σ_C a partir de los resultados obtenidos de los ensayos de las probetas de fatiga.

De esta manera, se puede representar el valor de σ_{C} , considerado como la tensión cohesiva media, en función de la temperatura del material en el instante de su rotura como se aprecia en el gráfico de la Figura 5.67.

Tipo de	A _C	T _R	$\sigma_{p}(r) = \sigma_{R}(T)$	F _C	σc
zona cohesiva	(%)	(°C)	(MPa)	(MPa)	(MPa)
Р	23.51	29.8	130.0	494.16	52.55
Р	27.16	30.8	128.0	651.69	59.99
S	13.43	24.0	164.0	658.15	125.14
S	15.69	27.5	160.0	532.73	87.82
S	24.51	49.2	134.0	660.42	69.94
E	5.75	24.0	164.0	228.89	103.57
E	18.39	28.2	160.0	756.06	105.01
E	13.95	29.3	158.0	536.65	98.47
E	12.07	35.1	150.6	289.48	61.71
E	9.88	38.4	149.0	202.10	52.49
E	13.08	36.9	148.0	353.30	69.27
E	17.49	46.5	137.0	398.34	58.24
E	25.98	54.9	127.0	533.50	52.41
E	24.09	38.0	147.0	539.78	58.10
Е	22.06	31.0	156.0	484.75	56.17
E	30.67	38.0	147.0	600.20	50.39
Р	28.90	30.0	157.0	562.56	48.66

Tabla 5.10.- Valores de σ_c en los ensayos de fatiga



Figura 5.67.- *Valores de* σ_c *en función de la temperatura en la rotura* A partir de la representación gráfica anterior, se aprecia que los valores obtenidos de la tensión cohesiva, σ_c , se muestran independientes de la geometría del área de *crazing* o del tipo de zona cohesiva, previamente definidos. En cualquier caso, para valores de temperatura inferiores al de la transición vítrea del material, T_g, la tensión cohesiva adopta valores comprendidos en el intervalo establecido por un límite máximo, correspondiente a la resistencia del material compuesto (~ 165 MPa) y uno mínimo, propio de la resistencia del material matriz (~ 60 MPa en esta zona de temperatura [95]), cuando la temperatura se aproxima al entorno de la T_g del material. En general, se aprecia una tendencia a la disminución de σ_c conforme aumenta la temperatura.

Cuando la temperatura del material alcanza y supera la correspondiente a la de su transición vítrea, la tensión cohesiva se mantiene aparentemente constante, con independencia, de nuevo, de la geometría del defecto o del tipo de zona cohesiva e incluso de la temperatura en el momento de la rotura. En este caso, los valores alcanzados para σ_{C} son coincidentes con el de la tensión de rotura de la matriz,

cuyo mecanismo de rotura último se produce, igualmente, por desarrollo de *crazes*, como se muestra en la Fractografía 5.2a tomada a 100 aumentos. En este caso, en ausencia de fibras, puede ser la confluencia de diferentes bandas de deslizamiento de material o de deformación local, en el seno del mismo, lo que origine una elevada concentración de tensiones que genere el desarrollo de crazes [96-97]. En la fractografía 5.2b, tomada a 250 aumentos, se puede apreciar un detalle de la anterior.



a.- Vista general b.- Detalle Fractografía 5.2.- Rotura de la matriz

Este análisis ya recoge los resultados de todos los tipos de ensayo, con tiempos de espera incluidos. Éstos, en todos los casos, presentan una tensión cohesiva en la zona de *crazes* propia de haber alcanzado la temperatura de transición, en el entorno de la cual se han producido sus roturas. Ello justifica que la tipología de rotura obtenida sea similar, estableciéndose, únicamente, un retardo de los mecanismos de nucleación inicial y posterior desarrollo de los mecanismos de *crazing* que conducen a la rotura del material.

La observación fractográfica en detalle de las zonas de *crazes* pone de manifiesto diferencias que justifican los distintos valores de σ_c encontrados, por encima y por debajo de la temperatura de transición vítrea, T_g. En la Fractografía 5.3a se aprecia, para una probeta ensayada a fatiga que en el momento de la rotura no superó la T_g,

un detalle del aspecto de la zona cohesiva tomado a 1000 aumentos. En ella se observan restos de matriz adherida a las fibras, lo que establece que la formación y desarrollo de *crazes* se lleva a cabo manteniendo, al menos parcialmente, la adherencia entre la matriz y el refuerzo y, en consecuencia, éste trabaja en medida proporcional a la adherencia preservada, transmitiendo parte de los esfuerzos aplicados. Por ello, la tensión cohesiva que alcanzan está comprendida entre la resistencia de la matriz y la del compuesto.



a.- $T < T_g$ b.- $T > T_g$ **Fractografía 5.3.-** Rotura del material compuesto a diferente temperatura

En la Fractografía 5.3b, tomada a 1000 aumentos sobre probeta ensayada a fatiga que en el momento de la rotura superó la T_g, se muestra que la formación de *crazes* se manifiesta acompañada, en este caso, de una pérdida total de adherencia de las fibras con respecto de la matriz, por lo que aquéllas pierden su utilidad, dejando de desempeñar su función mecánica, quedando sólo la matriz de poliamida habilitada para transmitir las cargas aplicadas. De hecho la tensión cohesiva obtenida para ella es equivalente a la tensión de rotura del polímero.

8 CONSIDERACIONES FINALES

El análisis de la evolución del estado superficial de las probetas ensayadas a fatiga, y de las condiciones mecánicas y fractográficas en el momento de su rotura, confirma la modelización del comportamiento a fatiga de las poliamidas reforzadas con fibras cortas de vidrio realizada, que distingue tres estados, delimitados por unas condiciones de deformación propias, que resultan independientes del estado de solicitación, de la historia de cargas y de las condiciones térmicas desarrolladas en el proceso de fatiga.

En el estado I se producen procesos de deformación creciente desacelerada provocados por los mecanismos de fluencia propios de las condiciones de solicitación impuestas en la fatiga y de las condiciones térmicas derivadas de ésta.

Al alcanzar una determinada deformación, constante para los ensayos realizados sobre el mismo material, se inicia el estado II caracterizado por una deformación creciente a velocidad cuasi-constante, en donde se nuclean las formaciones de *crazes* de forma homogénea por todo el material. Es decir, las condiciones de deformación creciente alcanzadas generan, a nivel local, mecanismos de despegue de fibras, observable por un agrietamiento superficial, que establece una variación creciente de la rugosidad.

Esta situación al llegar a un segundo nivel de deformación desemboca en un estado III, de inestabilidad local, donde los *crazes*, desarrollados en una zona dañada, establecen una capacidad cohesiva por la que se transmitirá la tensión propia del estado alcanzado, por medio de puentes de la matriz desligada parcial o totalmente de la fibra, según la temperatura alcanzada. Esta situación precede a una rotura frágil del resto del material [98] cuando éste alcanza, en la zona próxima a la de inestabilidad, la tensión de pico, equivalente a la de rotura del material a la temperatura en que se encuentra.