

Tesista: María José Churruca

Título al que aspira: Doctora en Ciencia de Materiales, UNMdP

Tema: " Microfisuración en materiales compuestos "

Director de tesis: Dr. Exequiel Rodríguez

Co-director: Dr. Juan Morán

Lugar de Trabajo: Facultad de Ingeniería, UNMdP

Fecha de Defensa: 15 de junio de 2022

Jurados:

Dr. Juan García Manrique (UPV, España)

Dr. Javier Signorelli (UNR-CONICET)

Dra. Valeria Pettarin (CDS, UNMDP-CONICET)

Resumen

El tema de investigación desarrollado en la presente tesis doctoral tiene como principal motivación la necesidad creciente que impone la transición energética de transportar y almacenar gases en componentes cada vez más livianos y a mayor presión, cumpliendo con el resto de las prestaciones de resistencia mecánica y desgaste. Estos requisitos son compartidos por la industria aeroespacial, que necesita estructuras livianas y resistentes para poder incrementar la carga llevada al espacio, sin aumentar las necesidades de empuje en los motores. En ese sentido, los polímeros reforzados con fibra de carbono (PRFC) se presentan como una excelente alternativa frente al acero y otros metales tradicionalmente empleados en componentes estructurales y recipientes de presión. Sin embargo, los PRFC enfrentan un desafío en estas aplicaciones ya que son susceptibles a la microfisuración de la matriz que, si bien no representa una falla catastrófica, permite la fuga del contenido además de degradar el resto de las propiedades. El trabajo de investigación entonces tiene como objetivo general aportar conocimiento preciso sobre el fenómeno de microfisuración en materiales compuestos laminados para de esta manera incrementar la resistencia del material y extender los límites de diseño.

En una primera etapa (Capítulo 3) se estudiaron distintas técnicas para evaluar la resistencia a la microfisuración de materiales compuestos laminados, implementando finalmente el monitoreo visual y la emisión acústica (EA). Con ambas técnicas se lograron obtener curvas de densidad de microfisuración en función de la tensión aplicada, lo cual permitió comparar los distintos sistemas evaluados en las siguientes etapas. La técnica de inspección visual comprende la utilización de una lente conectada a un detector CCD que permite captar la aparición de las microfisuras durante el ensayo sobre un borde de la probeta. Por su parte, la técnica de emisión acústica registra los eventos sonoros generados en todo el volumen de la probeta al colocar un micrófono en contacto con la superficie del material. Dentro de los eventos sonoros es posible identificar las ondas de tensión elástica que se genera desde la fuente de la falla. Una vez ajustados los parámetros, la técnica de EA logra detectar el inicio del fenómeno de microfisuración para la configuración de ensayos

adoptada. Esto indica que se podrá emplear como técnica no destructiva en componentes a plena escala.

En los Capítulos 4 y 5 se busca entender y mejorar las propiedades de las matrices poliméricas que afectan el fenómeno de microfisuración en materiales compuestos. En primera instancia se evaluaron diferentes formulaciones de matrices variando la flexibilidad de la cadena. De esta manera se indujeron diferentes niveles de tensiones residuales, resistencia mecánica y tenacidad a la fractura. Las tensiones residuales del material compuesto se ven afectadas principalmente por la temperatura de curado y, por ende, por la temperatura de transición vítrea (T_g) de la matriz, así como por los coeficientes de expansión térmica de los componentes. Se encontró que los sistemas de resinas epoxi entrecruzados con anhídridos fueron los que presentaron los valores más altos de resistencia a la microfisuración, y que estos sistemas mostraron además los mayores valores de resistencia y módulo elástico. El efecto de la tenacidad a la fractura se evaluó en el Capítulo 5, en el que se presentaron estrategias para mejorar la resistencia a la microfisuración de los materiales, por ejemplo mediante la incorporación de nanotubos de halloysite (NTH). La tenacidad a la fractura de la matriz se incrementó por el agregado de los NTH, lo cual se adjudicó a un mecanismo de desviación de las fisuras por presencia de micro-aglomerados. En estos sistemas se logró incrementar la resistencia a la microfisuración, obteniéndose un máximo en dicha propiedad para la formulación con 5% p/p de NTH.

Luego de llevar adelante un enfoque empírico para entender las variables involucradas en el proceso de aparición de microfisuración y su mitigación, se evaluaron modelos matemáticos y numéricos para lograr predecir el umbral de falla en componentes reales y poder así incorporar los resultados obtenidos en el proceso de diseño de estructuras complejas. Esta metodología se basa en el hecho de que, si bien existen modelos matemáticos que pretenden determinar parámetros energéticos intrínsecos del material, la aplicabilidad de los mismos requiere indefectiblemente ensayos experimentales para obtener las curvas de densidad de microfisuración. Por otra parte, la determinación del parámetro energético no siempre se adecúa a todas las geometrías de laminado. Es por esto que en el Capítulo 6 se implementó un modelo de elementos finitos multiescala que logra representar el ensayo de microfisuración de manera virtual. El inicio del fenómeno se da en la intercara fibra-matriz lo cual se encuentra en concordancia con los resultados experimentales. El umbral de microfisuración mostró un retardo con respecto a los ensayos, que se adjudicó a la falta de definición de defectos en el modelo correspondiente al material. La herramienta pretende evaluar diferentes materiales y configuraciones de laminado prescindiendo de los ensayos de microfisuración.

Abstract

The research topic of this thesis is based on the necessity of empower energy transition that involves transport and storage of gases in lightweight fuel tank under high pressures. Aerospace industry shares these requirements since increasing payload rely on the reduction in vehicle structural weight. Carbon fiber reinforced polymers (CFRP) are an excellent alternative against steel and others metals traditionally used in structural component and pressure vessels. However, CFRP face a challenge for these applications due to the susceptibility of the matrix to microcrack that, while not represent a catastrophic failure, may cause gas permeation or leakage and induce degradation in the thermo-mechanical properties. Then, the main objective of the research is to provide precise knowledge about microcracking phenomenon in order to increase the resistance of laminated composite materials and broaden the limits of design.

In the first part (Chapter 3) different techniques were studied to evaluate the microcrack resistance of the composite materials. Visual monitoring and acoustic emission were finally implemented. Microcrack density against applied stress curves were obtained for both cases, which were used to compare different formulations evaluated in the following sections. In order to perform visual inspection, polished edges of specimens were inspected with a CCD camera. On the other hand, acoustic emission technique senses the sound events generated in all the specimen volume through a microphone which is in contact with surface of the material. After acoustic emission parameters were adjusted for that particular tested configuration, the technique is able to detect the beginning of the microcracking. This will allow us to implement it as a non-destructive technique in full scale tests.

Chapter 4 and 5 are focused on understand and enhance the properties of polymeric matrix that affect the microcracking phenomenon of materials composites. First, different matrix formulations were evaluated varying the chain flexibility thereby different levels of residual stresses, tensile resistance and fracture toughness were induced. Residual stresses of composite materials are mainly affected by cured temperature and therefore, by the glass transition temperature (T_g) of the matrix, and also by the coefficient of thermal expansion of the components. The formulations of epoxy resins cured with anhydride showed the highest microcracking resistance, showing also the highest tensile strength and elastic modulus. The influences of fracture toughness of the matrix was evaluated in Chapter 5. The effect of incorporation of halloysite nanotubes (HNT) into the matrix was studied showing an increase in the fracture toughness. This was related to a mechanism of crack deviation because of the presence of micro-agglomerate. In these materials, microcracking resistance were increased, obtaining a maximum for formulation with 5% w/w of HNT.

Once an empirical approach were carried out to understand the involved variables in the microcracking processes, a mathematical and numerical models were evaluated to predict an failure onset in real components and thus incorporate the results in the process design of complex structures. This methodology is based on that, while there are mathematical models that determine energetic intrinsic material properties, the applicability requires experimental tests in order to obtain the microcrack density curves. Furthermore, the determination of the energetic parameter is not always feasible and depends on the laminate geometry. That is why, in Chapter 6, a multiscale finite element model was implemented to represent the microcracking testing virtually. The failure started as a debond at the interface between matrix and carbon fiber which is in agreement with experimental results. The microcrack onset showed a delay with respect with tests that was attributed to that material defects were not taken into consideration in the model. The tool aims to evaluate different materials and laminate configurations avoiding testing.