



*Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos.*
UNIVERSIDAD DE CANTABRIA



ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO EN FRACTURA Y EN PRESENCIA DE ENTALLAS DE EPOXI REFORZADA CON NANOTUBOS DE CARBONO.

Trabajo realizado por:
Natalia Briongos Hoyal.

Dirigido:
Sergio Cicero González.

Titulación:
**Máster Universitario en
Integridad y Durabilidad de
Materiales, Componentes y
Estructuras.**

Santander, Octubre de 2019.

TRABAJO FIN DE MÁSTER

ÍNDICE

CAPÍTULO 1:	INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 2:	ESTADO DEL ARTE	3
2.1	MECÁNICA DE LA FRACTURA ELÁSTICA LINEAL.....	3
2.1.1	Introducción	3
2.1.2	Balance de energía de Griffith.....	4
2.1.3	Modos de fractura	6
2.1.4	Estado tensional en el frente de un defecto	7
2.1.5	Factor de intensidad de tensiones	8
2.1.6	Tasa de liberación de energía.....	9
2.1.7	Condiciones críticas de rotura.....	10
2.2	MECÁNICA DE LA FRACTURA ELASTOPLÁSTICA	12
2.2.1	Introducción	12
2.2.2	Plastificación en el frente de grieta.....	12
2.2.3	CTOD.....	14
2.2.4	La integral J.....	14
2.3	ANÁLISIS DE DEFECTOS TIPO ENTALLA.....	15
2.3.1	Introducción	15
2.3.2	Distribución de tensiones en el fondo de entalla.....	16
2.3.3	Criterios de fractura frágil en componentes entallados	20
2.4	TEORÍA DE LAS DISTANCIAS CRÍTICAS.....	23
2.4.1	Introducción	23
2.4.2	Historia.....	24
2.4.3	Introducción a la metodología básica de la TDC.	27
2.4.4	Métodos de la Teoría de las Distancias Críticas	29
2.4.5	Predicciones de la tenacidad aparente	31
2.4.6	Relación entra la TDC y la MFEL	33
CAPÍTULO 3:	MATERIALES Y MÉTODOS	35
3.1	INTRODUCCIÓN.....	35
3.2	MATERIALES COMPUESTOS NANOREFORZADOS.....	35

Índice

3.2.1	Resina Epoxi.....	36
3.2.2	Nanotubos de carbono.....	37
3.2.3	Epoxi reforzada con nanotubos de carbono.....	39
3.2.4	Fabricación de probetas.....	39
3.3	PROGRAMA EXPERIMENTAL.....	43
3.3.1	Ensayos de tracción.....	43
3.3.2	Ensayos de flexión en tres puntos.....	45
3.3.3	Análisis de las superficies de fractura.....	61
CAPÍTULO 4:	ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	63
4.1	INTRODUCCIÓN.....	63
4.2	APLICACIÓN DE LA TDC EN MATERIALES COMPUESTOS.....	63
4.2.1	Efecto del radio de entalla en la resistencia a fractura.....	64
4.2.2	Predicción de la tenacidad aparente mediante TDC.....	66
4.3	EFFECTO DEL CONTENIDO DE NANOTUBOS DE CARBONO EN LA TENACIDAD APARENTE A FRACTURA.....	70
4.4	ANÁLISIS DE LOS MICROMEKANISMOS DE FRACTURA.....	72
CAPÍTULO 5:	CONCLUSIONES.....	77
5.1	INTRODUCCIÓN.....	77
5.2	EFFECTO ENTALLA.....	78
5.3	EFFECTO DEL CONTENIDO DE CNTS.....	79
5.4	TEORÍA DE LAS DISTANCIAS CRÍTICAS.....	80
5.5	EVOLUCIÓN DE LOS MICROMEKANISMOS DE FRACTURA.....	81
CAPÍTULO 6:	BIBLIOGRAFÍA.....	85

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

La fractura inesperada de los componentes estructurales es un problema tecnológico que lleva mucho tiempo siendo estudiado. En este contexto, la integridad estructural busca asegurar que los elementos estructurales se comporten de modo seguro durante su funcionamiento.

Para el estudio de sólidos en los cuales hay presencia de fisuras se utiliza la disciplina denominada Mecánica de la Fractura. En todo caso, los defectos responsables de los fallos estructurales, pueden ser de dos tipos: afilados (denominados en ese caso fisuras) o con cierto grado de enromamiento (denominados entallas).

Lo más habitual a la hora de estudiar los defectos tipo entalla es considerar que se comportan como si fueran fisuras. Este criterio da lugar a cálculos conservadores, ya que existe lo que se denomina efecto entalla, consistente en que la capacidad resistente del material cuando está entallado es mayor que cuando dicho material está fisurado.

Una vez conocida la existencia de dicho efecto, se han desarrollado diferentes metodologías para analizar el comportamiento en fractura de componentes entallados, teniendo en cuenta la propia naturaleza de las entallas y que su comportamiento puede diferir del correspondiente a las fisuras. Una de las metodologías más importantes, y cuyo uso está más extendido, es la Teoría de las Distancias Críticas (TDC)

La TDC tiene su origen en la década de 1930 gracias a los trabajos realizados por Neuber y Peterson y en las últimas décadas es cuando ha aumentado su aplicación para el análisis de diferentes materiales y mecanismos de fallo. La TDC es, en realidad, un conjunto de metodologías, entre las que destacan el Método del Punto (Point Method, PM) y el Método de la Línea (Line Method, LM). Estas metodologías tienen un aspecto en común, que es el uso de la distancia crítica, L , que es una longitud característica del material que requiere de calibración cuando el comportamiento de aquel no es lineal.

En el Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales de la Universidad de Cantabria se han calibrado en los últimos años valores de L para distintos tipos de materiales y situaciones: aceros de diversos tipos y a diferentes temperaturas, aluminio, PMMA o rocas.

En este Trabajo Fin de Máster se va a tratar de validar las metodologías mencionadas en materiales nano-reforzados entallados. En concreto el material elegido para el estudio ha sido una resina epoxi reforzada con nanotubos de carbono.

Para el estudio del comportamiento a fractura se van a analizar 4 contenidos de nanotubos de carbono, desde el contenido mínimo del 0% de refuerzo (epoxi puro), hasta un contenido de 1% de nanotubos de carbono. En cuanto al estudio del efecto entalla se van a analizar 5 radios de entalla distintos desde 0 mm (fisura) hasta 2 mm.

Además, para completar el estudio del comportamiento a fractura, una vez realizados dichos ensayos se introducirán las probetas en el microscopio electrónico de barrido (SEM) para estudiar las diferentes relaciones que podamos encontrar entre los micromecanismos de fractura ocurridos y el efecto entalla o el contenido de nanotubos de carbono.

En resumen los objetivos de este Trabajo Fin de Máster son:

- Analizar el efecto del contenido de refuerzo en la resistencia a fractura de resina epoxi reforzada con nanotubos de carbono.
- Analizar el efecto entalla en el material elegido.
- Validar el uso de la TDC en el análisis y la predicción del comportamiento en fractura del material.
- Estudiar los fenómenos microestructurales en fractura ocurridos, estableciendo las posibles relaciones como la capacidad resistente del material y los diferentes radios de entalla.

CAPÍTULO 2: ESTADO DEL ARTE

2.1 MECÁNICA DE LA FRACTURA ELÁSTICA LINEAL

2.1.1 Introducción

La Mecánica de la Fractura es la parte de la ciencia encargada de estudiar el comportamiento mecánico de sólidos agrietados, es decir, utilizando la Mecánica de la Fractura se deben responder las cuestiones que aparecen al estudiar el comportamiento mecánico de los materiales cuando existen fisuras.

Los aspectos principales a conocer son el tamaño del defecto y su resistencia a fractura y, por supuesto, las condiciones críticas de un material conociendo los esfuerzos a los que está sometido.

En 1920, Griffith estableció una relación entre la fractura y el tamaño de los defectos analizando una geometría con un agujero elíptico como veremos más adelante en este apartado.

Los conceptos relacionados con la mecánica de la fractura hasta el año 1960 solo servían para materiales que cumplían la Ley de Hooke, es decir, materiales cuyo comportamiento es elástico lineal, y esos conocimientos daban lugar a la Mecánica de

la Fractura Elástica Lineal (MFEL). Posteriormente, sí se desarrollaron teorías para materiales cuyo comportamiento es de tipo no-lineal; estos son materiales que desarrollan una zona plástica de gran tamaño antes del fallo. Esas teorías dan lugar a la Mecánica de la Fractura Elastoplástica (MFEP), que veremos más adelante.

El primer paso para entender la Mecánica de la Fractura es comprender la Mecánica de la Fractura Elástico-Lineal (MFEL)

2.1.2 Balance de energía de Griffith [1]

Aplicando la idea del Primer Principio de la Termodinámica al crecimiento de grieta, Griffith en 1921, aseguró que una grieta se puede formar o puede crecer si ya existe, solo si el proceso origina una disminución de la energía total del sistema o esta permanece constante [2].

El primero en tener en cuenta el efecto de la concentración de tensiones en las grietas fue Inglis en 1913, que analizó los agujeros elípticos en placas planas como se observa en la Figura 2.1. Para llevar a cabo el análisis, Inglis asumió que las condiciones de contorno no influyen al agujero, es decir, la anchura de la placa $\gg 2a$ y la altura de la placa $\gg 2b$.

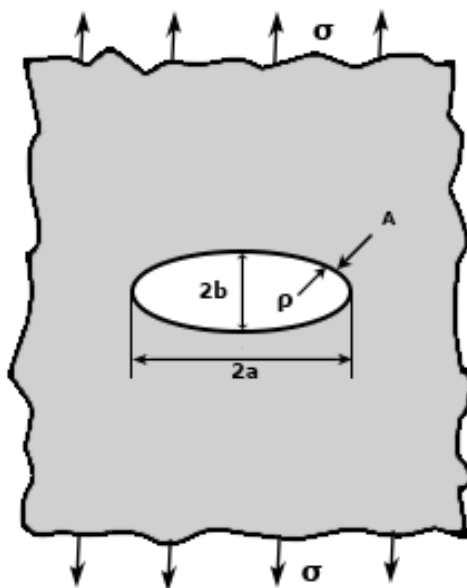


Figura 2.1: Placa analizada por Inglis.

La ecuación a la que llegó Inglis es:

$$\sigma_A = 2\sigma \sqrt{\frac{a}{\rho}} \quad (2.1)$$

Al aplicar esta ecuación a una placa infinita con un radio $\rho = 0$ el valor obtenido para la tensión es infinito, lo cual no es posible, ya que ningún material aguanta una tensión infinita. Ese resultado llevó a Griffith a desarrollar una teoría de la fractura basada en la energía en vez de en las tensiones.

Griffith estableció que para que una grieta en un sólido cargado elásticamente aumente de tamaño, la energía potencial para la propagación debe poder superar la energía superficial del material. De esta manera, se concluye que la grieta existente crecerá y habrá fractura si el sistema puede suministrar la energía necesaria para propagar la grieta.

Considerando una placa infinita, con una grieta interior de longitud $2a$ y sometida a una tensión remota σ , la energía total de la placa agrietada, U , se define como:

$$U = U_0 + U_a + U_\gamma - W_F \quad (2.2)$$

Donde U_0 es la energía elástica del sistema sin agrietar, U_a es la variación de energía elástica que experimenta el sistema al introducirle una grieta, U_γ es la energía superficial debida a la presencia de la grieta y W_F es el trabajo realizado por las fuerzas exteriores.

Griffith basándose en los cálculos de Inglis obtuvo la variación de energía elástica U_a :

$$|U_a| = \frac{\pi \sigma^2 a^2 B}{E} \quad (2.3)$$

La energía superficial U_γ es igual al producto del área total libre de la grieta por la energía superficial del sólido.

$$U_\gamma = 2 \cdot (2a \cdot B) \cdot \gamma_s \quad (2.4)$$

Al aplicar la condición de equilibrio energético durante la rotura: $\frac{dU}{da} = 0$ como U_0 y W_F son constantes, se deduce:

$$\frac{\pi \sigma^2 a}{E} = 2\gamma_s \quad (2.5)$$

De esta expresión se despeja la tensión de rotura de un sólido agrietado según el planteamiento de Griffith.

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2 E \gamma_s}{\pi a}} \quad (2.6)$$

En 1948 Irwin y Orowan, independientemente, modifican la ecuación anterior ya que dicha ecuación solo es válida para sólidos frágiles. Para el caso de otros materiales como por ejemplo, los metales, la energía necesaria para la fractura es mayor ya que la concentración de tensión en el frente de grieta genera una zona plástica. La modificación de la ecuación planteada por Griffith consiste en tener en cuenta el comportamiento plástico.

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2 E (\gamma_s + \gamma_p)}{\pi a}} \quad (2.7)$$

Esta ecuación se puede generalizar para todos los materiales sustituyendo $\gamma_s + \gamma_p$ por la energía de fractura W_f que puede incluir los efectos plásticos, viscoplásticos o viscoelásticos.

2.1.3 Modos de fractura

Existen tres modos de fractura distintos, es decir, 3 tipos de estados tensionales a los que una grieta puede estar sometida en un sólido. Los tres modos se clasifican dependiendo de la dirección en la que actúa el esfuerzo exterior respecto del plano de fisura.

- Modo I o modo de tracción: esfuerzo perpendicular al plano de fisura.
- Modo II o modo de cortante (cortadura en el plano): esfuerzo paralelo al plano de fisura y perpendicular al frente de la misma.
- Modo III o modo de torsión (cortadura transversal): esfuerzo paralelo tanto al plano de fisura como a su frente.

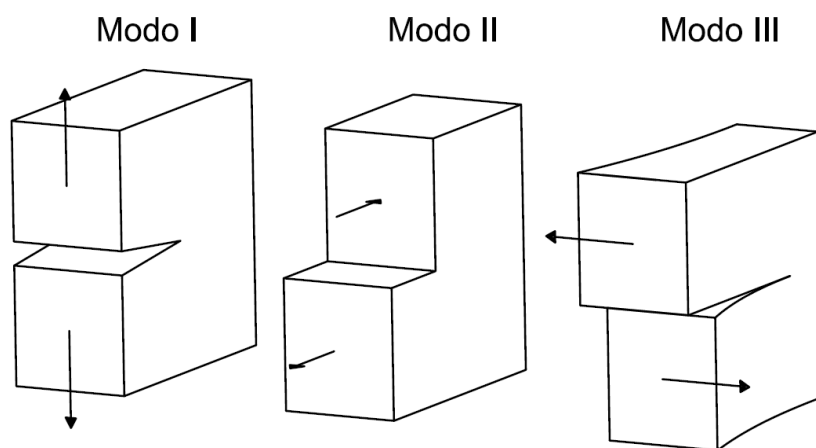


Figura 2.2: Modos de fractura

Desde el punto de vista ingenieril, el Modo I es el más importante, ya que es el más peligroso para la integridad estructural. Un cuerpo puede presentar un solo modo de fractura o bien una combinación de ellos, tanto de dos modos como de los tres a la vez.

2.1.4 Estado tensional en el frente de un defecto

Mediante el análisis elástico-lineal es posible obtener la distribución de tensiones en el frente de una fisura a partir de una función de tensiones definida en el campo complejo. La solución analítica más sencilla se obtiene para una placa plana infinita con fisura pasante de longitud $2a$, bajo un estado tensional uniforme, definiendo un sistema de coordenadas polares como se muestra en la Figura 2.3. En este caso, que nos encontramos en Modo I explicado anteriormente, el estado tensional viene dado por las expresiones aproximadas siguientes [4]:

$$\begin{aligned}\sigma_{xx} &= \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \left[\cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right) \right] \right] \\ \sigma_{yy} &= \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \left[\cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right) \right] \right]\end{aligned}\quad (2.8)$$

$$\begin{aligned}\tau_{xy} &= \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \left[\cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right) \right] \\ \sigma_{zz} &= 0 \quad \text{Tensión plana}\end{aligned}\quad (2.9)$$

$$\sigma_{zz} = \nu (\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) \quad \text{Deformación plana} \quad (2.10)$$

De igual forma, se puede derivar el estado de deformaciones de dicha zona de las expresiones que establecen sus desplazamientos.

$$\begin{aligned}u &= \frac{\sigma}{2E} \sqrt{\frac{a}{2}} (1 + \nu) \left[(2k - 1) \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) - \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right) \right] \\ v &= \frac{\sigma}{2E} \sqrt{\frac{a}{2}} (1 + \nu) \left[(2k + 1) \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) - \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right) \right]\end{aligned}\quad (2.11)$$

$$w = -\frac{\nu}{E} \int (\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) dz \quad \text{Tensión plana} \quad (2.12)$$

$$w = 0 \quad \text{Deformación plana} \quad (2.13)$$

Donde:

$$k = 3 - 4\nu \quad (2.14)$$

$$k = \frac{3 - \nu}{1 + \nu} \quad (2.15)$$

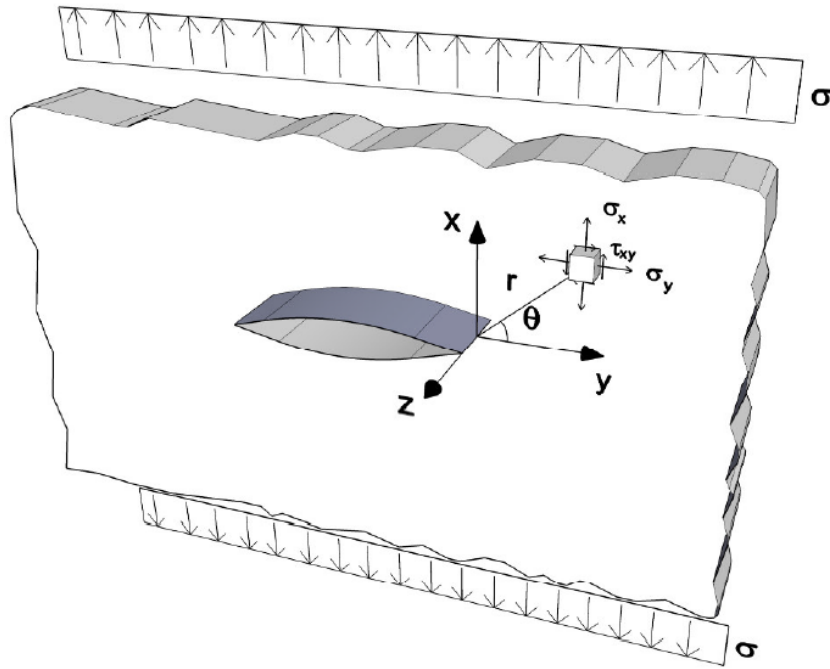


Figura 2.3: Estado tensional en las proximidades del fondo de fisura[5]

2.1.5 Factor de intensidad de tensiones.

El factor de intensidad de tensiones (FIT) es una magnitud cuya unidad en el Sistema Internacional es $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$. Para obtener la expresión del factor de intensidad de tensiones, K_I , partimos también del análisis de una placa infinita, con una fisura pasante central de longitud $2a$ sometida a un estado tensional uniforme. Por lo tanto, las expresiones anteriores se pueden expresar mediante el FIT y su expresión es la siguiente para dichas condiciones geométricas:

$$K_I = \sigma\sqrt{\pi a} \tag{2.16}$$

Es una magnitud muy interesante ya que con ella quedan determinados los estados de tensiones y deformaciones para cada punto de coordenadas (r, θ) , es decir, en todos los puntos de la región dominada por la singularidad, exceptuando la singularidad en $r = 0$

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^I(\theta) \tag{2.17}$$

$$u_i(r, \theta) = \frac{K_I}{2E} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} (1 + \nu) \xi_{ij}^I(\theta) \tag{2.18}$$

Donde $f_{ij}^I(\theta)$ y $\xi_{ij}^I(\theta)$ son funciones de la orientación debidas al estado tensional en Modo I y su valor se puede conocer si comparamos las expresiones 2.17 y 2.18 con las expresiones del estado tensional de un defecto expresadas de (2.8) a (2.15).

Como ya se ha dicho anteriormente, la ecuación (2.16) es válida para unas características geométricas concretas; en el caso de que dicha geometría cambie, la expresión también sufrirá cierta variación y, por lo tanto, la ecuación general del FIT es:

$$K_I = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (2.19)$$

Donde Y es un factor adimensional derivado de las condiciones geométricas que han cambiado respecto a la ecuación (2.16).

En consecuencia, la estimación del FIT para las diferentes geometrías que podamos encontrar es algo complejo independientemente de que las geometrías sean sencillas y, para su estimación, nos apoyamos en:

- Métodos analíticos, aplicando la Teoría de la Elasticidad a un estado tensional o deformacional previamente calculado. Además contamos con el apoyo de los elementos finitos en el caso de que los cálculos sean complejos.
- Métodos experimentales, dentro de ellos podemos optar por dos opciones: la medición de la variación de la flexibilidad a partir de la que se determina el valor de K_I por consideraciones energéticas y los ensayos de fotoelasticidad, que definen los campos tensionales para condiciones geométricas semejantes sobre material fotoelástico y luego se deduce el FIT.

Para el cálculo del FIT es posible aplicar el principio de superposición siempre y cuando el modo de fractura sea el mismo, ya que para materiales cuyo comportamiento es elástico lineal la tensión, la deformación y el despazamiento cumplen dicho principio. Esto ayuda a resolver casos complejos mediante configuraciones sencillas de las cuales conocemos la expresión o están tabuladas [6–8].

2.1.6 Tasa de liberación de energía

En 1956 Irwin propuso una solución equivalente al modelo de Griffith. Para ello Irwin define el concepto de tasa de liberación de energía, G , como la medida de la energía disponible para la propagación de un incremento de grieta da .

$$G = \frac{d\Pi}{dA} \quad (2.20)$$

A su vez también define la resistencia a fractura del material R , la cual será igual a la energía superficial por el nuevo área de grieta que ha aparecido debido a la propagación de la grieta da . Las expresiones matemáticas de estos dos términos para el caso particular mostrado en la Figura 2.3 son [2,9]:

$$G = \frac{\pi \cdot \sigma^2 \cdot a}{E} \quad (2.21)$$

$$R = 2 \gamma_s \quad (2.22)$$

El criterio de equilibrio del sistema es la igualdad de estos dos conceptos, $G = R$, y el resultado de dicha igualdad vuelve a ser el valor de la tensión de rotura, ecuación 2.6, obtenido anteriormente por Griffith.

Al analizar la expresión de la tasa de liberación de energía se observa que está relacionada con el FIT (K_I).

La relación que tienen se muestra en las siguientes expresiones [1,10]:

$$G = \frac{K_I^2}{E} \quad \text{Tensión plana} \quad (2.23)$$

$$G = \frac{K_I^2(1 - \nu^2)}{E} \quad \text{Deformación plana} \quad (2.24)$$

2.1.7 Condiciones críticas de rotura

2.1.7.1 Tenacidad a fractura

Dentro de la fractura elástico lineal el primer criterio de rotura que podemos encontrar consiste en utilizar el FIT; por lo que se establece que la fisura propagará de forma inestable o rápidamente cuando el FIT actuante alcance un valor crítico, K_I^C , generado por un estado tensional σ . Si nos encontramos en condiciones de deformación plana dicho valor crítico es una característica del material y además en esas condiciones alcanza su valor mínimo. A ese valor en esas condiciones se le denomina tenacidad a fractura del material cuyo símbolo es K_{IC} .

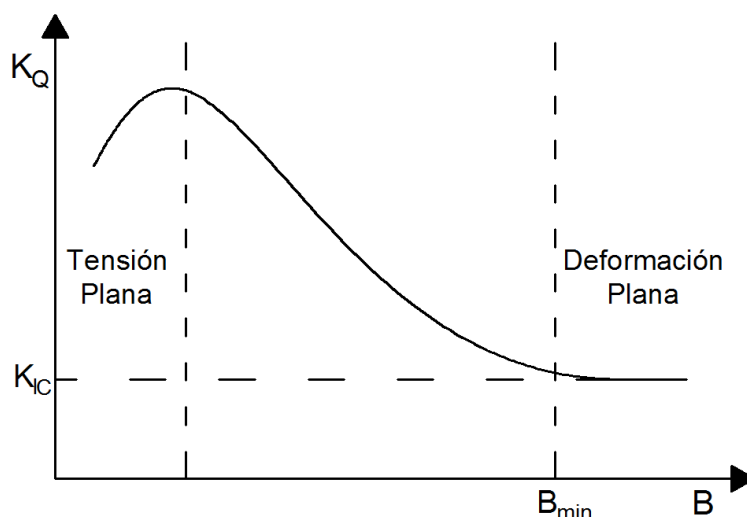


Figura 2.4: Variación del factor de intensidad con el espesor (B).

El hecho de optar por las condiciones de deformación plana se debe a cuestiones de seguridad, ya que se utiliza el valor mínimo K_{IC} , y para evitar que el parámetro dependa de la geometría. De este modo la desigualdad que hay que tener en cuenta en el diseño a fractura en Modo I es:

$$K_I(\sigma, a) < K_{IC} \quad (2.25)$$

Por lo tanto la condición de rotura en relación a la tenacidad a fractura se expresa de la siguiente forma:

$$K_I = K_{IC} \quad (2.26)$$

Ya que sabemos que K_I depende de la tensión aplicada, σ , y del tamaño del defecto, a , cuando estos valores aumentan en servicio pueden provocar la rotura si por dicho aumento se alcanza el criterio de rotura.

2.1.7.2 Tasa de liberación de energía

La segunda forma de expresar las condiciones de rotura consiste en tener en cuenta las consideraciones energéticas. Este criterio surgió en los estudios que realizó Griffith en 1921 [2], ya mencionados anteriormente.

En este caso, el criterio determina que una fisura propaga de forma inestable si la energía liberada en su propagación es igual o superior a la energía consumida en el avance de la misma, es decir, cuando la energía del sistema disminuya por la propagación. La condición de rotura se expresa del siguiente modo:

$$\frac{d(W_F - U)}{da} = \frac{dE_r}{da} \quad (2.27)$$

En esta expresión el primer término representa la energía liberada por unidad de longitud de avance de fisura, donde W_F es el trabajo realizado por las fuerzas aplicadas y U es la energía de deformación almacenada en el material. Por otro lado, el segundo término compone la energía gastada por unidad de longitud de avance de fisura en la rotura del material, dicho material cuenta con una resistencia al respecto que en este caso se cuantifica por E_r .

Como los dos términos se expresan en unidades de energía por unidad de área de grieta creada, al primer término de la expresión 2.27 se le denomina tasa de liberación de energía, G , y al segundo; resistencia del material que ya hemos visto que se asocia a la energía de generación de nuevas superficies libres. Por lo tanto, llegamos el criterio de equilibrio del apartado 2.1.6 y el criterio de rotura se puede expresar como:

$$G = R = G_c \quad (2.28)$$

De este criterio se deduce que el proceso de fractura depende del estado de sollicitación y las condiciones geométricas y el valor crítico es un parámetro propio del material.

La MFEL se encuentra de manera detallada en numerosas publicaciones además de las ya citadas [11–13].

2.2 MECÁNICA DE LA FRACTURA ELASTOPLÁSTICA

2.2.1 Introducción

Todos los materiales, incluso materiales cerámicos y vidrios desarrollan cierto grado de plasticidad en el frente de grieta. La exactitud del análisis elástico de tensiones es inversamente proporcional al tamaño de la zona plástica del frente de grieta. Existen correcciones para utilizar la MFEL cuando la plasticidad del frente de grieta es moderada. Por otro lado, cuando los materiales desarrollan una gran deformación plástica alrededor de los defectos, se debe aplicar la Mecánica de la Fractura Elastoplástica (MFEP)

Como veremos a continuación para analizar ese tipo de casos es necesario recurrir a dos parámetros: la apertura de la fisura en su frente inicial o CTOD y la integral de contorno J.

2.2.2 Plastificación en el frente de grieta

Ya vimos anteriormente (ecuación 2.17) como se definía el estado tensional en el frente de una fisura solicitada en Modo I, para el uso de esa expresión, se deben tener en cuenta algunas precisiones en cuanto a su región de validez.

El primer aspecto a tener en cuenta, es que dicha expresión solo representa el estado tensional en la zona próxima al frente de fisura; en las zonas alejadas al frente de fisura el estado tensional queda definido por las condiciones de contorno del problema. Por otro lado, la segunda precisión ya se nombró con anterioridad, y es que la ecuación 2.17, se singularizaba en $r = 0$. Lo que ocurre es que para distancias al frente de fisura muy reducidas, el valor al que tiende la tensión teórica es infinito y esto en materiales de tipo dúctil no es realista porque aparece una plastificación local importante (Figura 2.5).

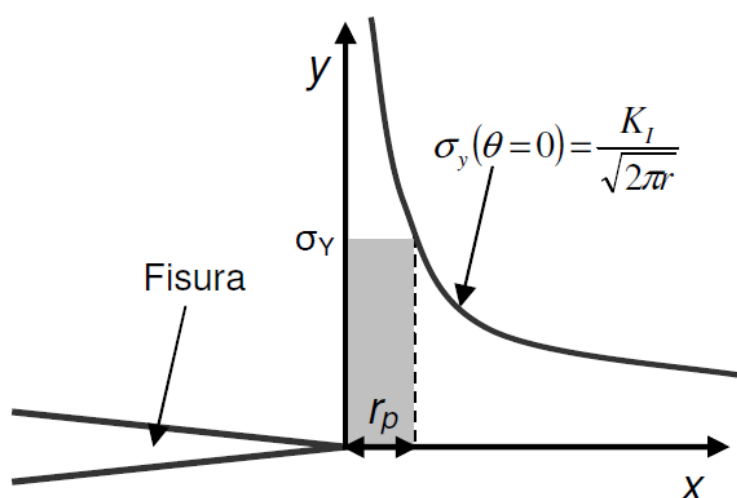


Figura 2.5: Estado tensional cerca del fondo de fisura

Si aplicamos los criterios de plastificación al estado tensional en el plano de una fisura ($\theta = 0$) solicitada en Modo I, obtenemos la expresión para el tamaño de la zona plástica, r_p , cuya expresión en tensión plana es la siguiente:

$$r_p = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2.29)$$

En el caso de encontrarnos en un estado de deformación plana el tamaño de la zona plástica será un tercio menor que el correspondiente a la tensión plana

$$r_p = \frac{1}{6\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2.30)$$

Posteriormente se realizaron algunas correcciones a estas expresiones entre las cuales encontramos la corrección de Irwin y la de Dugdale.

En primer lugar, lo que Irwin propone es que al aparecer una zona plástica en el frente de una grieta, esta se comporta como si fuera algo más larga, por lo que se debe aumentar el tamaño de grieta normal a un tamaño de grieta efectivo, a_{eff} , el cual se calcula añadiendo al valor real de la fisura la mitad de la extensión de la zona plástica en la dirección de avance (r_p^*). Por lo tanto Irwin concluyó que el tamaño de la zona plástica en tensión plana es el doble al calculado mediante la primera ecuación (2.29)

$$r_p = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2.31)$$

Si la zona plástica es pequeña ($r_p^* \ll a$), si es posible aplicar la MFEL al establecer los criterios de rotura. Para extender el campo de validez se hace una corrección a la longitud del defecto descrita anteriormente, y el factor de intensidad de tensiones se obtiene de la siguiente expresión:

$$K_I = M\sigma \sqrt{\pi \left(a + \frac{K_I^2}{n\pi\sigma_y^2} \right)} \quad (2.32)$$

En los materiales en los que por su tenacidad y ductilidad, la zona plástica aumenta su tamaño en torno al frente de la grieta de forma importante, no se puede utilizar el factor de intensidad de tensiones como criterio de rotura igualándolo a un valor crítico, ya que para esos casos, no representa las condiciones tensionales en el entorno del defecto. Para estos casos, como se ha introducido al principio de este apartado, es necesario utilizar el CTOD y la integral J. Ambos términos se explican en los siguientes apartados.

2.2.3 CTOD

El interés por la caracterización de la apertura del frente de grieta (CTOD) surge ya que Wells, caracterizando aceros estructurales, encontró grandes dificultades en la determinación del parámetro K_{IC} y realizando diferentes ensayos, observó que la tenacidad a fractura del material era directamente proporcional al enromamiento de la grieta. Por esta razón aumentó el interés en caracterizar el CTOD, al ser una medida de la tenacidad de los materiales en los que esta es alta. El CTOD se describe gráficamente en la Figura 2.6.

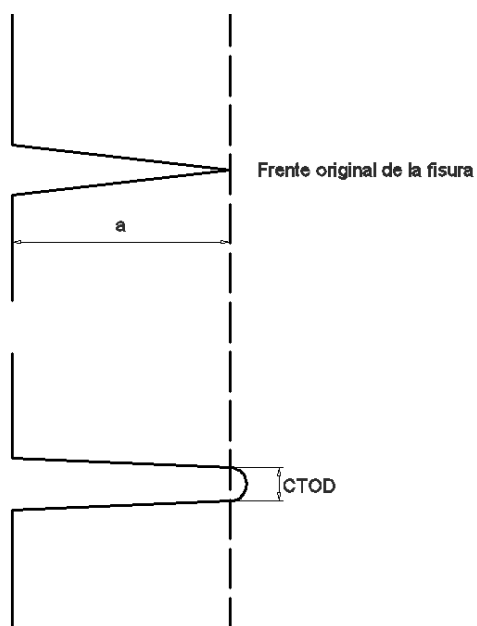


Figura 2.6: Enromamiento de grieta y CTOD

En concreto, Wells observó que las caras de las grietas sufrían una deformación antes de la rotura producida por el enromamiento del frente, dicho enromamiento es mayor cuanto mayor es la tenacidad del material ensayado. Por lo que pudo proponer un criterio de rotura relacionado con el CTOD, de manera que cuando el material fisurado alcanza un valor crítico de CTOD, $CTOD_c$, dicho material rompe. Finalmente, el criterio consiste en que existe rotura si:

$$CTOD \geq CTOD_c \quad (2.33)$$

2.2.4 La integral J

La integral J [14] se puede definir como una integral curvilínea, cerrada en torno al frente de fisura, que es independiente del camino de integración, y define el cambio diferencial de energía potencial del sistema para una extensión diferencial de la fisura. Por esta definición, puede considerarse la integral J como la extensión al dominio elastoplástico de la tasa de liberación de energía de Griffith, que ya ha sido descrita en la MFEL [1]

La integral J tiene la propiedad de poder caracterizar, biunívocamente, el estado tensional y deformacional en el entorno del frente en un material elastoplástico, por ello es un parámetro aceptado para caracterizar la fractura en régimen elastoplástico.

Por lo tanto la integral J se utiliza como criterio de rotura, de modo que un sistema material con un defecto, iniciará su proceso de fractura cuando la integral J alcance un valor crítico. El valor crítico es una constante característica del material y depende de la temperatura y la velocidad de sollicitación. Además, dicho valor debe ser obtenido con probetas que tengan un espesor mínimo

Eshelby en 1956 [15], utilizando el teorema de conservación de la energía, definió un conjunto de integrales de contorno independientes del camino de integración. Una de esas integrales es la integral J y su expresión, en el caso bidimensional es la siguiente:

$$J = \int_{\Gamma} W dy - T_i \frac{\partial u_i}{\partial x} ds \quad (2.34)$$

Donde:

- W es la energía de deformación por unidad de volumen.
- T_i son las componentes del vector de tracciones.
- u_i son las componentes del vector de desplazamientos.
- ds es un elemento diferencial de Γ .

En la siguiente figura se esquematizan algunos de los términos de la integral anterior.

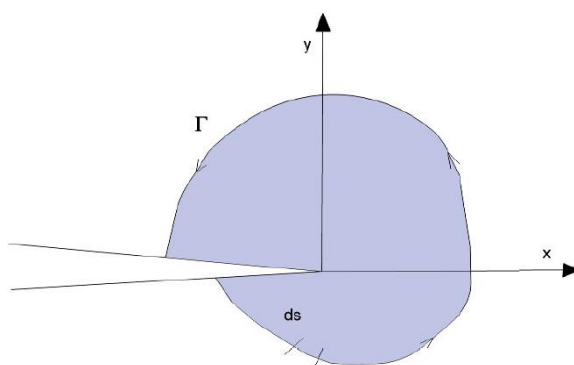


Figura 2.7: Contorno arbitrario del frente de grieta

2.3 ANÁLISIS DE DEFECTOS TIPO ENTALLA

2.3.1 Introducción

La Mecánica de la Fractura aplicada a fisuras afiladas es una metodología consolidada. Se basa en el campo elástico de tensiones alrededor del frente de la fisura afilada, el cual es descrito, por el factor de intensidad de tensiones K_I . También está establecido que existirá propagación de fisura cuando el factor intensidad de tensiones K_I sea igual a un valor crítico K_C . Este valor en determinadas condiciones es la tenacidad a fractura del material K_{IC} . Esta metodología ha sido satisfactoriamente aplicada para un rango

amplio de situaciones, donde los procesos micromecánicos no lineales que dan lugar a la fractura, están limitados en una pequeña región alrededor del frente de fisura.[5]

No obstante, existen muchas situaciones en las que los defectos, que son responsables del fallo o pueden serlo, no son afilados. De hecho pueden estar enromados y, en ese caso, considerar que se comportan como fisuras afiladas nos lleva a un análisis y a unos cálculos muy conservadores. Ese caso se da, por ejemplo, en algunas excavaciones en estructuras geológicas y en materiales donde la concentración de tensiones por enromamiento es una característica de diseño [16]

El efecto de una entalla está relacionado con las dimensiones de la misma y otros parámetros geométricos como el radio de entalla ρ . El caso más peligroso lo encontramos cuando el defecto es una fisura ($\rho = 0$).

Si la fractura es de tipo frágil, la MFEL indica que, el producto de la raíz cuadrada del tamaño de la fisura (a) por la tensión crítica aplicada (σ_c) es igual a una constante [2]:

$$\sigma_c \sqrt{a} = cte \quad (2.35)$$

Por otro lado, como las entallas son menos exigentes que las fisuras, la expresión 2.35 se modifica de la siguiente manera:

$$\sigma_c a^\beta = cte_1 \quad (2.36)$$

Donde β es una constante. Este efecto entalla está relacionado con la naturaleza física del proceso de fractura [17].

2.3.2 Distribución de tensiones en el fondo de entalla

La tendencia general de la distribución de tensiones en el frente de una entalla, según el plano medio de la misma, se muestra en la Figura 2.8 para el caso de una probeta de flexión en tres puntos. La distribución de tensiones se ha calculado por métodos de elementos finitos para diferentes radios de entalla. La representación gráfica se realizó mediante la tensión adimensionalizada (tensión local dividida por la tensión neta, σ_N) en el eje de ordenadas y la distancia adimensionalizada (distancia dividida por la longitud de la entalla, a) en el eje de abscisas. La distribución puede caracterizarse por dos elementos: la tensión máxima y la distribución de tensiones en el fondo de entalla. [17]

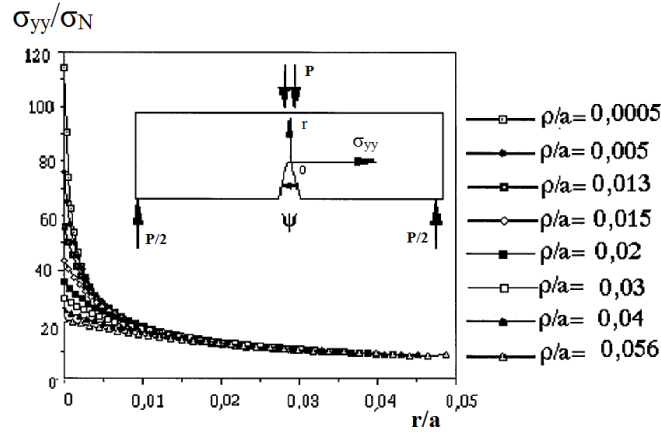


Figura 2.8: Tensión adimensionalizada frente distancia adimensionalizada. Influencia del radio de entalla[17]

En el caso de utilizar probetas tipo C(T) podemos observar la distribución de tensiones en el fondo de entalla correspondiente en [18].

Por otro lado, la distribución de tensiones en el frente de entalla se puede presentar también en una gráfica doblemente logarítmica, Figura 2.9, de nuevo para el caso de una probeta flexionada en tres puntos.

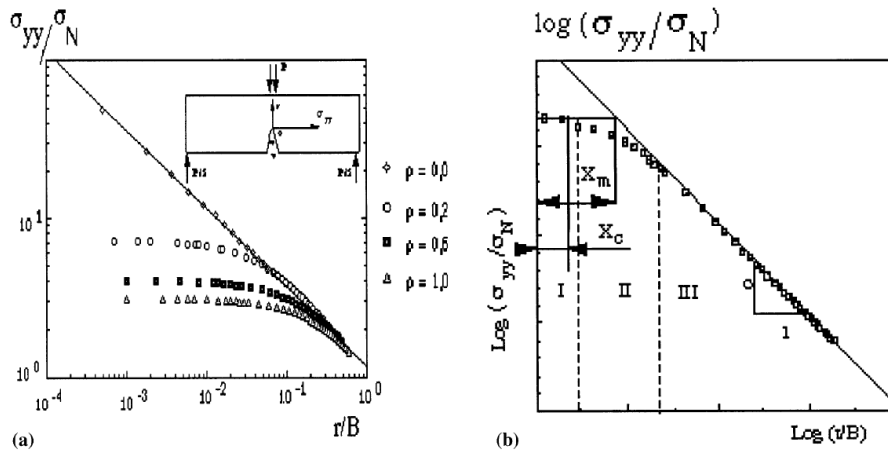


Figura 2.9: (a) Distribución de tensiones en el frente de entalla. Influencia del radio de entalla; (b) Representación bilogarítmica de la distribución de tensiones en el frente de entalla. Definición de las 3 zonas cerca del fondo de entalla [17].

Como se muestra en la Figura 2.9b la distribución se puede dividir en 3 zonas [17,18]:

- **Zona I:** Zona muy cercana al frente de entalla donde la tensión es prácticamente constante en la distancia X'_m . Cuando $r = 0$ el valor de la tensiones es igual al valor máximo $\sigma_{m\acute{a}x}$ que es el producto del factor de concentración de tensiones K_t por la tensión nominal es el factor de concentración elástica de tensiones y σ_N .

$$\sigma_{m\acute{a}x} = K_t \sigma_N \tag{2.37}$$

- **Zona II:** Es la zona situada entre la zona I y la zona III y es considerada la zona de transición.

- Zona III: en esta zona la tensión adimensionalizada es función potencial de la distancia adimensionalizada

$$\frac{\sigma_{yy}}{\sigma_N} = C' \left(\frac{r}{B}\right)^{-\alpha} \tag{2.38}$$

Donde C' es una constante del material y α es otra constante función del radio de entalla.

Cuando $r \rightarrow 0$ se observa una pseudo-singularidad con una dependencia de la distancia en la forma $r^{-\alpha}$ (con $\alpha \leq 0,5$). En la zona III la tensión en el fondo de entalla según el plano medio de la misma (σ_{yy}) puede ser presentada mediante la siguiente expresión:

$$\sigma_{yy} = \frac{K_\rho}{(2\pi r)^\alpha} \tag{2.39}$$

Donde K_ρ es el factor de intensidad de tensiones de entalla (Notch Stress Intensity Factor, NSIF). El exponente α determina el orden de la singularidad de la tensión para σ_{yy} [19].

En la zona I la distancia X_C aumenta al aumentar el radio de entalla. Es difícil determinar exactamente la distancia X_C por la existencia de la zona de transición, zona II. Por esta razón se ha definido la distancia X_m , determinada por la intersección entra la horizontal que pasa por el valor de la tensión máxima y la línea definida por la ecuación 2.39 (ver Figura 2.9).

La relación entre el radio de entalla y la distancia X_m se muestra a continuación [18]:

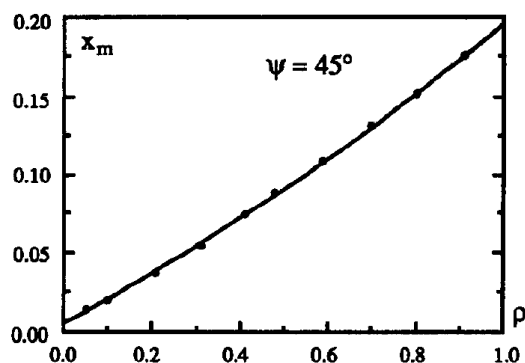


Figura 2.10: Relación entre la distancia X_m y el radio de entalla.

En la tabla de la siguiente página se muestran algunas de las expresiones que se han ido proponiendo a lo largo de los años para la distribución de tensiones en el fondo de entalla según el plano medio de la misma (σ_{yy}).

Autores	Distribución de tensiones
Timoshenko y Goodier, 1951[20]	$\sigma_{yy} = \sigma_N \left[1 + \frac{1}{2} \left(1 + \frac{x}{2} \right)^{-2} + \frac{3}{2} \left(1 + \frac{x}{2} \right)^{-4} \right] \quad (2.40)$
Neuber y Wiess, 1962[21]	$\sigma_{yy} = \sigma_{max} \sqrt{\frac{\rho}{\rho + 4x}} \quad (2.41)$
Chen y Pan, 1978[22]	$\sigma_{yy} = \sigma_{max} \sqrt{\frac{\rho}{\rho + 8x}} \quad (2.42)$
Usami, 1985[23]	$\sigma_{yy} = \frac{\sigma_{max}}{3} \left[1 + \frac{1}{2} \left(1 + \frac{x}{2} \right)^{-2} + \frac{3}{2} \left(1 + \frac{x}{2} \right)^{-4} \right] \quad (2.43)$
	Entalla roma (2.44)
Glinka y Newport, 1987[24]	$\sigma_{yy} = \sigma_{max} \left[1 - 2.33 \left(\frac{x}{\rho} \right) + 2.59 \left(\frac{x}{\rho} \right)^{1.5} - 0.907 \left(\frac{x}{\rho} \right)^2 + 0.037 \left(\frac{x}{\rho} \right)^3 \right]$ <p style="text-align: right;">Entalla afilada (2.45)</p>
	$\sigma_{yy} = \sigma_{max} \left[1 - 0.235 \left(\frac{x}{\rho} \right)^{0.5} - 1.33 \left(\frac{x}{\rho} \right) + 1.28 \left(\frac{x}{\rho} \right)^{1.5} - 0.037 \left(\frac{x}{\rho} \right)^2 \right]$
Kujawski, 1991[25]	$\sigma_{yy} = f \sigma_{max} \left[\left(1 + \frac{2x}{\rho} \right)^{-1/2} + \left(1 + \frac{2x}{\rho} \right)^{-3/2} \right] \quad (2.46)$
	$f = 1 \quad \text{cuando } \frac{x}{\rho} < 0.2$
	$f = 1 + \frac{\tan\left(\frac{\pi}{2K_t}\right)}{2.8} \left(\frac{x}{\rho} - 0.2 \right) \quad \text{cuando } \frac{x}{\rho} \geq 0.2$
Bhattacharya y Kuma, 1995[26]	$\sigma_{yy} = \sigma_N K_t \sqrt{\frac{\rho}{\rho + 4x}} \quad \text{y} \quad 0 \leq x \leq \frac{\rho}{4} (K_t^2 - 1) \quad (2.47)$

Tabla 2.1: Distribución de tensiones en el fondo de entalla [17]

Generalmente estas distribuciones son diferentes a la relación tipo, $\sigma_{yy} = f(1\sqrt{x})$, aunque la diferencia sea mínima. Se ha comprobado que, en comparación con los resultados obtenidos mediante elementos finitos, la fórmula de Usami da mejores resultados

2.3.3 Criterios de fractura frágil en componentes entallados [17]

Basándonos en la distribución de tensiones en el fondo de entalla que acabamos de explicar, se pueden utilizar dos criterios de fractura: el criterio global y el criterio local de fractura

En los casos de elementos entallados no existe una singularidad de tensiones en el frente de la entalla, pero si una tensión máxima seguida de una pseudo-singularidad, donde la distribución de tensiones es gobernada por el factor de intensidad de tensiones de entalla (NSIF). En estos aspectos se basan la Mecánica de la Fractura en Entallas (MFE) y la determinación de la tenacidad a fractura.

2.3.3.1 Criterio de fractura global

Este criterio se basa en el hecho de que, en una situación crítica, el factor de intensidad de tensiones de entalla toma un valor crítico:

$$K_{\rho} = K_{\rho}^c \quad (2.48)$$

El parámetro K_{ρ}^c es una medida de la tenacidad a fractura y tiene unidades de $\text{MPa}\cdot\text{m}^{\alpha}$. Este parámetro puede estar relacionado con la carga externa, P .

2.3.3.2 Criterios de fractura locales

El primero de estos criterios se basa en la siguiente suposición: el volumen del proceso de fractura se define en base a la distancia de proceso, X_{pz} .

En el momento de la rotura los siguientes parámetros toman un valor crítico:

$$\sigma_{m\acute{a}x} = \sigma_c^* \quad X_{pz} = X_c \quad (\text{entalla afilada}) \quad (2.49)$$

$$\sigma_{m\acute{a}x} = \sigma_c^* \quad X_{pz} = X_m(\rho) \quad (\text{entalla roma}) \quad (2.50)$$

En el caso de la fisura o de la entalla afilada, la distancia X_m corresponde con la tensión máxima en la pseudo-singularidad, y es menor que la distancia característica X_c dada por consideraciones microestructurales (Figura 2.11).

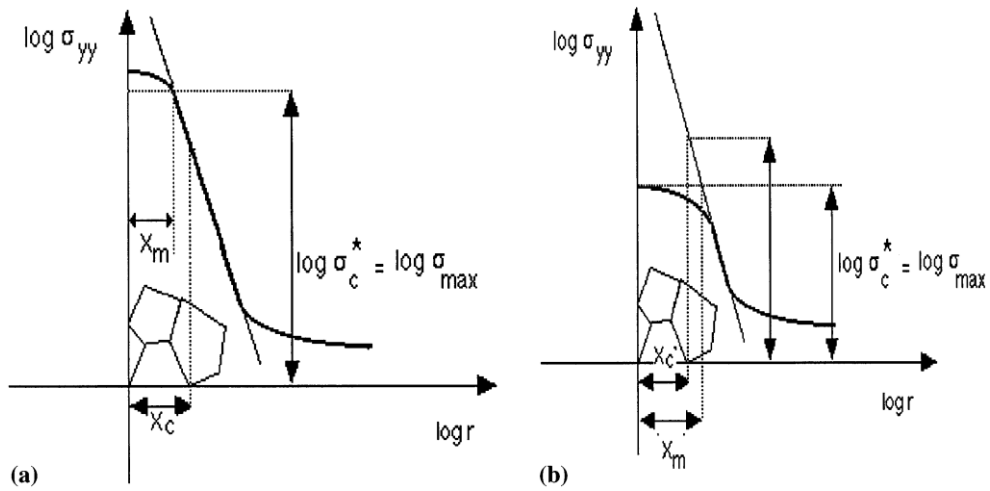


Figura 2.11: (a) Distribución de tensiones en el frente de entalla (entalla afilada) (b) Distribución de tensiones en el frente entalla (entalla roma)

En este caso, dicha distancia juega el papel más importante para la tenacidad a fractura de acuerdo con la siguiente expresión:

$$K_{\rho}^c = \sigma_c^* (2\pi X_c)^\alpha \quad (2.51)$$

Para una entalla roma, la distancia X_m , es mayor que la distancia X_c y depende del radio de entalla:

$$K_{\rho}^c = \sigma_c^* (2\pi X_m(\rho))^\alpha \quad (2.52)$$

Otro criterio similar fue desarrollado por Pluvinage et al. [19] definiendo la distancia de la zona de daño local para representar la distancia desde el frente de la entalla hasta el límite entre la zona II y III. La distancia se denota como X_{ef} y se supone que esa distancia es mayor que el diámetro de la zona plástica y se localiza en una zona de alta tensión donde el gradiente de tensiones no es muy alto.

Dicho gradiente de tensiones se puede determinar con la siguiente expresión:

$$\chi = \frac{1}{\sigma_{yy}(x)} \frac{d\sigma}{dx} \quad (2.53)$$

Pluvinage et al. consideraron que la fractura se inicia desde una entalla cuando $\sigma_{ref} > \sigma_f$ a lo largo de la distancia efectiva, X_{ef} correspondiente al punto de menor gradiente de tensiones, χ_{min} , el cual se sitúa en la transición entre las zonas I y II (Figura 2.12).

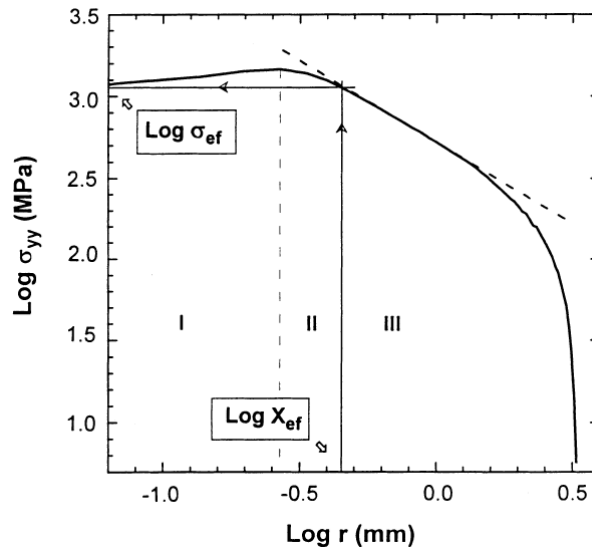
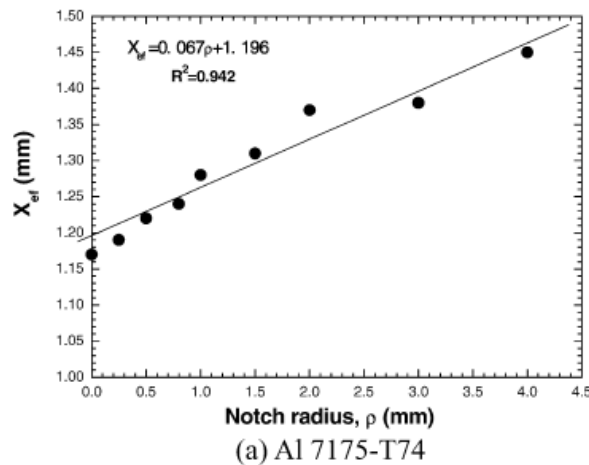
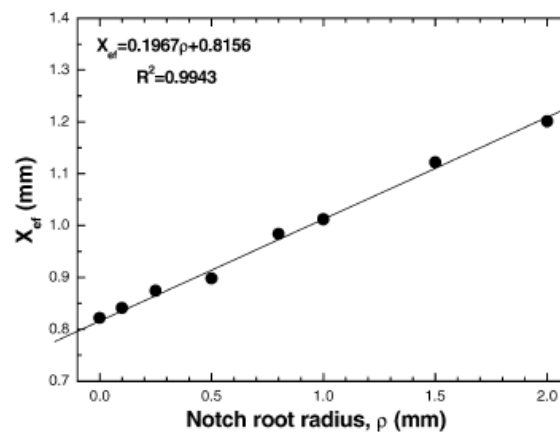


Figura 2.12: Representación bilogártrica de la distribución normal de tensiones para definir la zona de daño local [19]

Fue demostrado que la distancia efectiva X_{ef} es una función lineal del radio de entalla ρ [19,27,28]. En la siguiente figura se muestra un ejemplo de la relación entre la distancia efectiva y el radio de entalla para dos materiales concretos.



(a) Al 7175-T74



(b) 17-4PH

Figura 2.13: Relación entre la distancia efectiva y el radio de entalla en probetas de flexión en tres puntos[28].

Todos estos criterios de fractura expuestos tienen una solidez teórica clara, pero tienen un problema ya que, en muchos de los casos, a la hora de su aplicación práctica se encuentran muy limitados debido a que todos los criterios requieren valores difíciles de obtener.

En el criterio global el valor resistente K_{ρ}^c no tiene un procedimiento de caracterización estandarizado y para el NISF no existen soluciones ni para geometrías comunes, como pasaba en las fisuras con el valor de K_I . En los criterios locales ocurre lo mismo a la hora de definir los parámetros de cálculo, como por ejemplo X_C o σ_f .

A causa de estos problemas, aunque se definan los criterios teóricos de fractura, resulta necesario establecer una metodología que nos permita analizar los componentes entallados de forma práctica, utilizando los criterios teóricos anteriormente expuestos. Por este motivo surge la Teoría de las Distancias Críticas (TDC), gracias a la cual podemos predecir el comportamiento en fractura de materiales estructurales. Este enfoque es un criterio de fractura local que está relacionado con los anteriores y por su importancia en este trabajo se explica más detalladamente en el siguiente apartado 2.4.

2.4 TEORÍA DE LAS DISTANCIAS CRÍTICAS

2.4.1 Introducción

La Teoría de las Distancias Críticas (TDC) es un conjunto de metodologías que tienen en común el uso de un parámetro característico del material con unidades de longitud (la distancia crítica) [29,30].

La TDC puede aplicarse a los análisis de la capacidad resistente de componentes que contengan cualquier tipo de concentrador de tensiones, incluyendo las fisuras y las entallas.

Además, este conjunto de metodologías se ha podido aplicar a numerosos tipos de materiales como metales [31], cerámicos [32], polímeros [33], compuestos [34], rocas [35], etc. También es posible su utilización tanto en procesos de fractura [36] como de fatiga [37].

En este trabajo se va a utilizar la TDC para el análisis del comportamiento a fractura de componentes entallados, por ello a continuación se explican algunas de sus metodologías y su aplicación. Para entender la TDC se comienza con una breve introducción histórica de la misma.

2.4.2 Historia [29]

La historia de la teoría de las distancias críticas comienza en los años 30, cuando Neuber y Peterson, por separado, se preocuparon por predecir el fallo por fatiga en componentes metálicos entallados [38,39]. Sin embargo, no fue hasta casi los años 50 cuando sus trabajos fueron completamente desarrollados y descritos en dos importantes publicaciones: el trabajo de Neuber en *Kerbspannungslehre* (“Teoría de tensiones en entallas”, en su segunda edición en el año 1958) y la contribución realizada por Peterson al libro “Fatiga en Metales” en el año 1959. La Figura 2.14 muestra unos diagramas de estas dos publicaciones [40,41] donde se presentan los principios de la distancia crítica.

Es interesante destacar el hecho de que para Neuber la motivación inicial no fue predecir el fallo por fatiga, sino realizar un análisis básico de tensiones. Neuber creía que las teorías clásicas para predecir las tensiones elásticas, en diferentes cuerpos, eran erróneas en los casos en los que el radio de curvatura era elevado y, en consecuencia, el gradiente de tensiones también era alto.

Como bien sabemos desde hace muchos años, los materiales no son continuos, pero en muchos casos, es permisible usar la mecánica de medios continuos ya que, la escala del problema, es mayor que cualquier no homogeneidad del material. Parecía que el conocimiento de Neuber sobre la microestructura del material con el que estaba trabajando era limitado, dado que se refería a él en varias ocasiones como “cristales” o “partículas estructurales finitas” pero no intentó unir sus ideas con el comportamiento deformacional a nivel estructural. La solución de Neuber al problema de la no homogeneidad fue continuar usando la mecánica de los medios continuos, pero la modificó introduciendo un parámetro con unidades de longitud, en lugar de utilizar un cálculo infinitesimal. El mantenía que el cálculo debía ser diferencial, este tipo de cálculo en aquella época era más tedioso, ya que no contaban con simulaciones numéricas que, en la actualidad, son una rutina gracias a la tecnología.

Neuber fue el inventor del método que ahora denominamos Método de la Línea (Line Method, LM), en el cual la tensión elástica es promediada a lo largo de una distancia crítica a partir del fondo de entalla que, actualmente, conocemos como $2L$

Peterson, que estaba al tanto del trabajo de Neuber, escogió una solución algo diferente, ya que usó la tensión en un solo punto. Con este método la distancia crítica tiene un valor de $L/2$, dando lugar al método que hoy conocemos como Método del Punto (Point Method, PM)

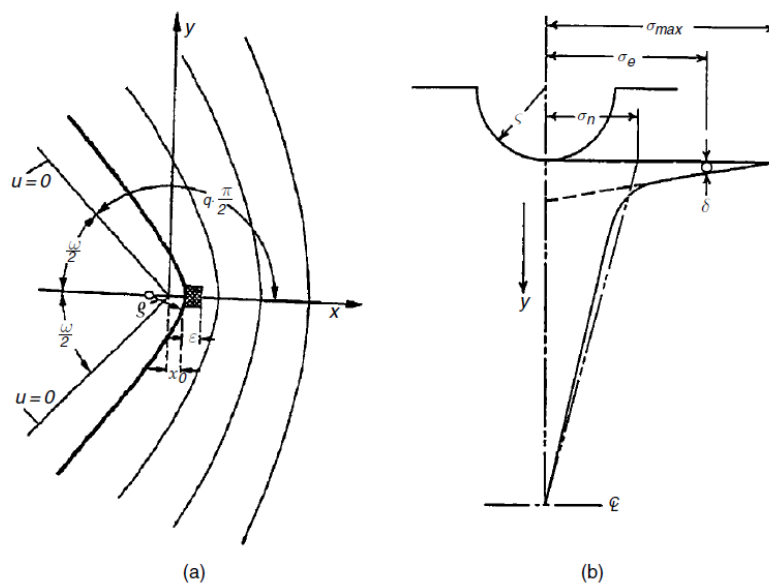


Figura 2.14: Primeros diagramas que mostraron las distancias críticas: (a) Método de la Línea de Neuber [40] denominando ϵ a la distancia crítica y; (b) el Método del Punto de Peterson [41] utilizando el símbolo δ .

Al utilizar esos dos métodos, tanto Neuber como Peterson, se encontraron con dos problemas. El primer problema que tuvieron que resolver fue conocer que valor atribuir a la distancia crítica. Peterson especuló que dicha distancia podía estar relacionada con el tamaño de grano, pero como esto introducía ciertas dificultades de medida, tanto él como Neuber decidieron determinar la distancia crítica de forma empírica, ajustando las predicciones de fatiga a los datos obtenidos experimentalmente. El segundo problema que encontraron fue obtener una estimación lo suficientemente precisa de las tensiones de los componentes reales. Gracias a las aportaciones de Neuber y otros autores, actualmente contamos con soluciones analíticas para varias geometrías estándar de entallas; aunque estas soluciones son aproximaciones de los defectos que contienen los componentes reales. Este problema se pudo evitar ya que la tensión local está determinada principalmente por el radio de entalla, por lo que, conociendo éste y el factor de concentración de tensiones de la entalla, K_t , es posible obtener un análisis de tensiones bastante aproximado y usarlo junto con el PM y LM. De esta forma se obtienen ecuaciones empíricas para obtener el factor de reducción de la resistencia a fatiga (K_f) en función de K_t y el radio de la entalla ρ .

La ecuación propuesta por Neuber fue:

$$K_f = 1 + \frac{K_t - 1}{1 + \sqrt{\frac{\rho'}{\rho}}} \tag{2.54}$$

Por otro lado, la expresión de Peterson para este factor es algo diferente:

$$K_f = 1 + \frac{K_t - 1}{1 + \frac{\rho'}{\rho''}} \tag{2.55}$$

En la ecuación de Neuber, la distancia crítica se denomina ρ' y, en la ecuación de Peterson, ρ'' . Estas fórmulas representan los intentos de usar el PM y el LM dada la tecnología con la que contaban en la época, aunque tenían limitaciones importantes. Aparte del hecho de que se basan en un análisis de tensión es aproximado, requieren una estimación de K_t que, en la mayoría de los componentes no será definible, ya que para ello, se debe definir también una tensión nominal (la tensión que se produciría si la entalla no estuviera presente). Esta tensión nominal en la mayoría de los componentes no tiene significado. Además, estas ecuaciones dejan de funcionar a medida que ρ se aproxima a cero, dando lugar a predicciones no reales en el caso de entallas afiladas.

Lo sorprendente es que estas ecuaciones se siguen utilizando en la actualidad, después de más de 50 años. Por ejemplo, muchos programas utilizados para el análisis a fatiga de componentes, requieren que el usuario introduzca un valor de K_f para considerar el defecto que se va a analizar. Este aspecto es bastante cuestionable, ya que un análisis por medio del PM o LM puede realizarse ahora utilizando directamente los resultados obtenidos por elementos finitos. Esta situación ha surgido porque, aunque las ecuaciones de Neuber y Peterson se han mantenido en uso, la teoría subyacente en la que se basaron se ha olvidado en su mayoría [29].

Durante los años 60 se usaron los trabajos de Peterson y Neuber para estudiar los problemas de fatiga en metales. Durante esa misma década se sugirieron el PM y el LM para la predicción de la fractura frágil haciendo uso del espacio entre átomos como distancia crítica [42,43], una idea que, recientemente, ha resurgido intentando predecir el comportamiento en rotura de muestras muy pequeñas de material como, por ejemplo, los nanotubos de carbono. Además, se sugirió un enfoque que consiste en usar la deformación media, en vez de la tensión media, como criterio de fallo en condiciones de gran plasticidad [44]

Un avance importante tuvo lugar en 1974, gracias al trabajo de Whitney y Nuismer, que estudiaron el fallo en materiales compuestos reforzados con fibras. Ellos desarrollaron el Método de la Tensión del Punto y el Método de la Tensión Media, que son teorías idénticas al PM y al LM, para predecir qué efecto tienen el tamaño del agujero y la longitud de entalla en la resistencia estática de compuestos laminados con fibras largas[45]. Estos mismos investigadores dieron un paso muy importante para la TDC, unir el PM y LM con la MFEL. Esto permite poder expresar la distancia crítica en función de la tenacidad a fractura del material, K_{mat} , y también relaciona las distancias críticas del PM y el LM ($L/2$ y $2L$, respectivamente). Whitney y Nuismer tuvieron la ventaja respecto a Neuber y Peterson de que trabajaron en un tiempo donde la MFEL estaba establecida dentro del campo de la fractura frágil de materiales.

La TDC puede usarse también para predecir la fractura frágil en polímeros, este hecho fue descubierto en los años 80 por Kinloch y Williams. Como en casos anteriores, estos investigadores no parece que conocieran los trabajos de Whitney y Nuismer y, tampoco los de Neuber y Peterson. Su propósito era bastante distinto, ya que la motivación para

su trabajo era entender el efecto que tiene el enromamiento de la fisura en la tenacidad a fractura. Ellos desarrollaron un método que era esencialmente igual que el PM, pero con la importante diferencia de que el parámetro de la tensión crítica, σ_0 , no era igual a la tensión de rotura del material. Esta modificación fue crucial para el uso de la TDC en ciertos materiales.

Sorprendentemente, estos trabajos iniciales con polímeros no parecen haber tenido continuidad, ni por estos investigadores, ni por otros. Por ello, hoy en día, la TDC no se utiliza para predecir la fractura en polímeros, a pesar de su extenso uso en un campo tan relacionado como el de los compuestos de matriz polimérica. Bien es cierto que, en la última década, han aparecido algunos artículos aplicando teorías del estilo a la TDC al comportamiento de entallas [29,33]

Además, el PM y LM pueden aplicarse en más campos como por ejemplo, la fractura frágil en materiales cerámicos y metales y la fatiga en polímeros. Taylor usando datos experimentales de la literatura [29] ha demostrado dichas aplicaciones.

2.4.3 Introducción a la metodología básica de la TDC.

2.4.3.1 Introducción

En este apartado se va a describir la metodología de análisis propuesta por la TDC. Como se ha comentado al principio, la TDC no es un único método sino un conjunto de métodos que tiene algunas características en común, principalmente, el uso de un parámetro característico del material con unidades de longitud, la distancia crítica, L .

A continuación se van a describir los aspectos comunes de los diferentes métodos de la TDC, y posteriormente en sus apartados correspondientes se desarrollaran los métodos específicamente.

Para realizar predicciones de la capacidad resistente de un determinado componente es necesario realizar un análisis tensional del mismo, sobre todo de la zona cercana a la entalla. Para llevar a cabo dicho análisis se calculan las tensiones y deformaciones elásticas en el material, sin tener en cuenta que se produzcan plastificaciones o daños permanentes. Este análisis elástico no es del todo realista, sobre todo en el caso de la entalla afilada, ya que, casi todos los materiales si la tensión alcanza un valor lo suficientemente alto, tienen alguna desviación del comportamiento elástico. Una característica muy importante de la TDC es que, aunque dicha desviación ocurra, se puede utilizar un análisis elástico como se muestra en [29].

Un ejemplo de análisis tensional se muestra en la Figura 2.15. Este análisis esta realizado sobre una probeta que contiene dos entallas simétricas de 5 mm de profundidad y 2 mm de radio. El ancho de la probeta es de 20 mm reduciéndose a 10 mm entre las entallas

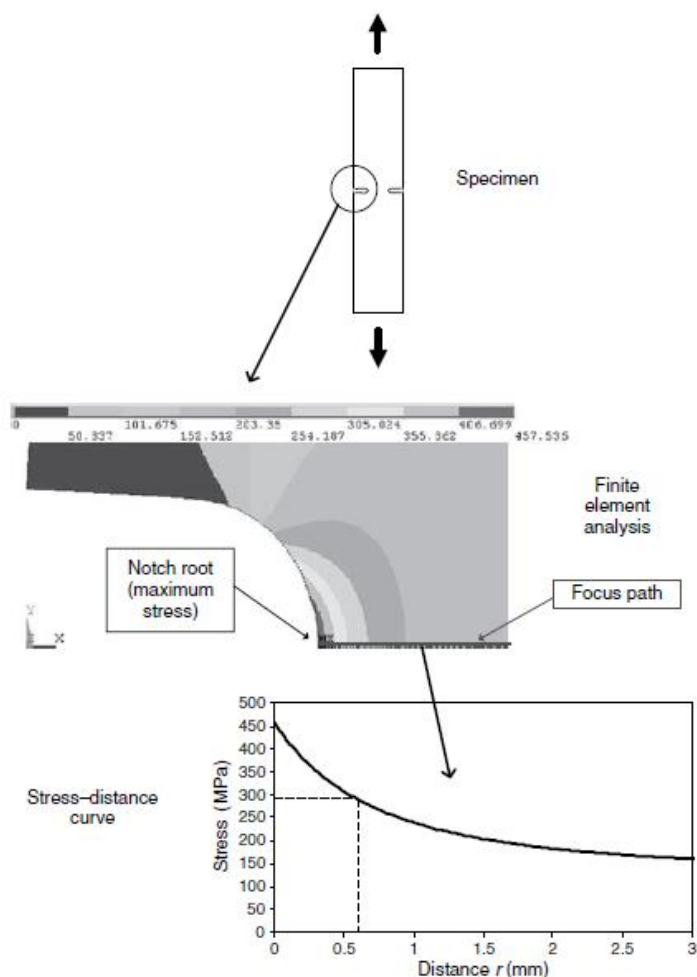


Figura 2.15: Uso del PM para la predicción de la fractura frágil en probetas entalladas.

Como ya se ha mencionado anteriormente, para realizar un análisis en rotura usando la TDC es necesario introducir el parámetro de la distancia crítica expresada habitualmente como L , cuya expresión en el análisis a fractura es la siguiente:

$$L = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_{mat}}{\sigma_0} \right)^2 \tag{2.56}$$

Donde K_{mat} es la tenacidad a fractura del material y σ_0 es la tensión inherente. La tensión inherente es un parámetro resistente del material que se calcula experimentalmente y es mayor que la tensión de rotura σ_u . Mediante esta ecuación es posible relacionar K_{mat} con la distancia crítica y la tensión inherente (L y σ_0).

La definición de L se puede justificar en el caso de un componente fisurado sometido a una tensión σ y suponiendo un factor geométrico igual a la unidad, se cumple:

$$\sigma = \sigma_f \tag{2.57}$$

$$K_I = \sigma_f \sqrt{\pi a} = K_{mat} \tag{2.58}$$

Además, en ese caso el campo de tensión se puede expresar del siguiente modo:

$$\sigma(r) = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \quad (2.59)$$

Más adelante veremos que, mediante estas ecuaciones, es posible relacionar la TDC con la MFEL.

2.4.4 Métodos de la Teoría de las Distancias Críticas

Anteriormente se ha definido la TDC como un conjunto de metodologías y una de sus utilidades es el análisis del comportamiento a fractura de materiales entallados.

Gracias a estas metodologías podemos predecir la tenacidad a fractura de componentes entallados. Dicha tenacidad recibe el nombre de tenacidad aparente a fractura, K_{mat}^N , donde la N indica la existencia de entalla (Notch). Más adelante en este apartado se desarrollan las diferentes formulaciones para la predicción de la tenacidad aparente.

Desde el punto de vista práctico, existen varias metodologías dentro de la TDC para realizar el análisis elástico-lineal utilizando la distancia crítica. En el presente trabajo se va a hacer uso de dos de ellas: el Método del Punto (PM) y el Método de la Línea (LM), que se basan en el campo tensional cerca del defecto, y se explican dentro de este apartado. Además existen otros métodos como el Método de la Fisura Imaginaria (Imaginary Crack Method, ICM) y la Mecánica de la Fractura Finita (Fracture Finite Mechanics, FFM), ambos basados en el factor intensidad de tensiones. A continuación se desarrollan las dos metodologías utilizadas en este trabajo.

2.4.4.1 El Método del Punto

Este método es la forma más simple de la TDC y desarrolla un análisis elástico-lineal del material. El criterio de fallo utilizado por este método se puede enunciar de la siguiente forma: “El fallo ocurrirá cuando la tensión a una distancia $L/2$ del frente de entalla sea igual a la tensión inherente, σ_0 ” [29]. De este modo el criterio de fallo se puede expresar matemáticamente de la siguiente manera:

$$\sigma(L/2) = \sigma_0 \quad (2.60)$$

Ya se ha mencionado que la tensión inherente es un parámetro característico del material y en el caso de encontrarnos con materiales cuyo comportamiento sea elástico-lineal, el valor de la tensión inherente coincide con el de la tensión de rotura, $\sigma_0 = \sigma_u$. Un ejemplo de este caso serían los materiales cerámicos. Por otro lado, si el comportamiento del material no es completamente elástico-lineal, el valor de σ_0 es mayor que la tensión de rotura, σ_u , este es el caso de los metales o los polímeros.

En la siguiente figura se muestra de forma esquemática la metodología explicada:

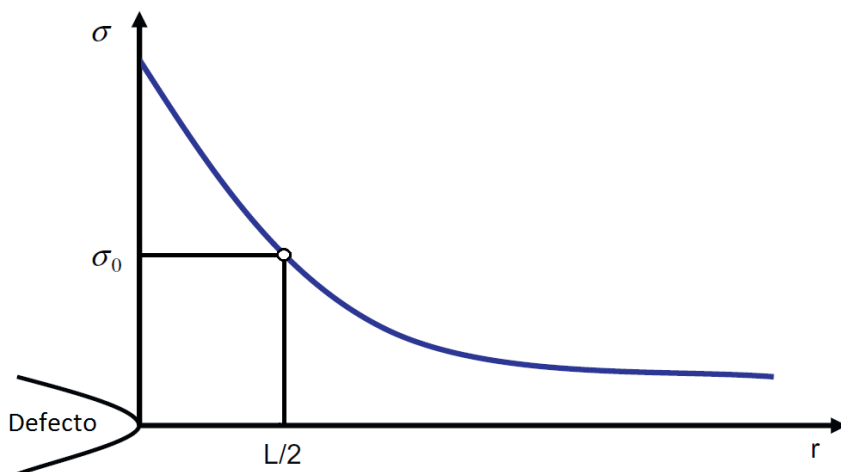


Figura 2.16: Curva tensión-distancia al frente del defecto y definición de los parámetros del PM [33]

La TDC permite la evaluación en fractura de componentes con cualquier tipo de concentrador de tensiones. Por ejemplo si utilizamos el Método del Punto en un material concreto, sería suficiente con ensayar dos probetas con distintos tipos de defectos (por ejemplo, una entalla afilada y una entalla roma). Las probetas pueden simularse con elementos finitos, determinando el estado tensional en el fondo de la entalla con la correspondiente carga de rotura y representando sus curvas de tensión-distancia.

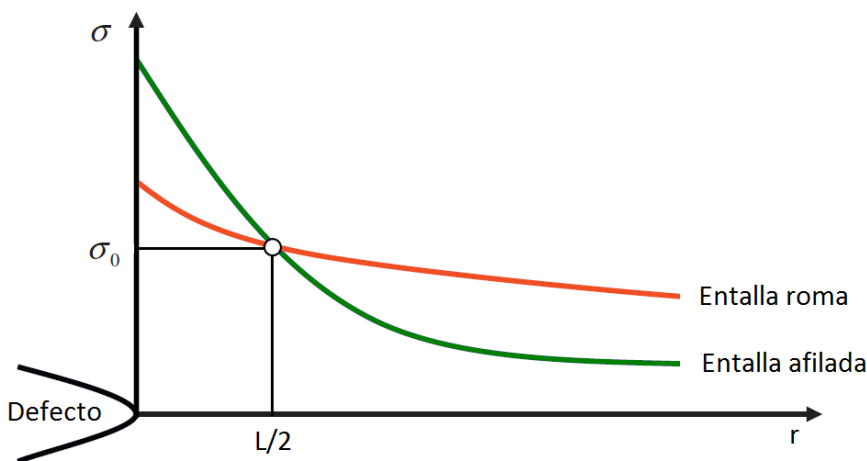


Figura 2.17: Obtención de L y σ_0 por el PM.

Como se puede observar en la figura anterior las curvas obtenidas se cortan en un punto cuyas coordenadas son $L/2$ y σ_0 . Si queremos conocer la cara de rotura de otro componente, hecho con el mismo material, que contenga un defecto de cualquier otro tipo, solo sería necesario simular el componente con el defecto, siendo la carga de rotura la que satisfaga la ecuación 2.60.

2.4.4.2 El Método de la Línea

El LM utiliza el mismo campo de tensiones que el PM. La diferencia entre estos dos métodos se encuentra en que, el criterio de fallo del LM se basa en que la tensión media a lo largo de una distancia desde el fondo de la entalla, que es igual a $2L$, alcance el valor de la tensión inherente σ_0 . Por lo tanto, este criterio de fallo se puede expresar analíticamente del siguiente modo:

$$\frac{1}{2L} \int_0^{2L} \sigma(r) dr = \sigma_0 \tag{2.61}$$

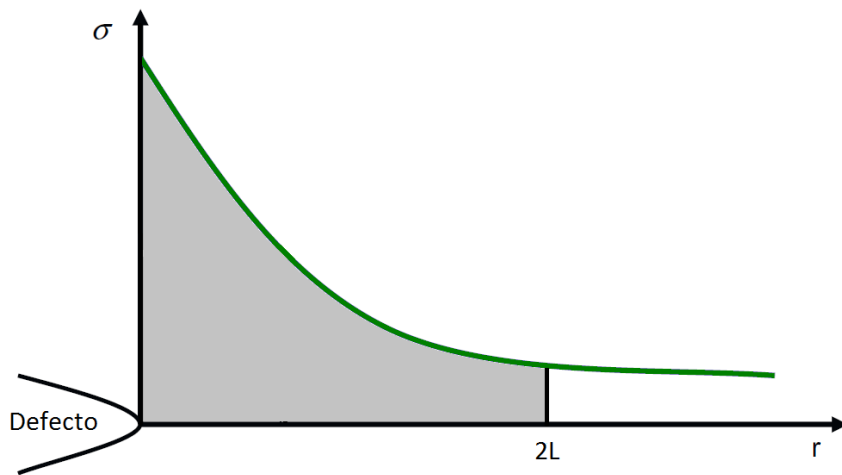


Figura 2.18: Curva tensión-distancia al frente del defecto y definición de los parámetros del LM

En la figura 2.18 se muestra el LM. En este método para que tenga lugar el fallo, el área bajo la curva tensión-distancia a lo largo de una distancia igual a $2L$ debe ser igual a σ_0 .

2.4.5 Predicciones de la tenacidad aparente

Utilizando los criterios explicados para los dos métodos de la TDC, es posible realizar predicciones de la tenacidad a fractura de un componente entallado, es decir, de la tenacidad aparente a fractura, K_{mat}^N .

Para llegar a las expresiones que predicen el valor de K_{mat}^N , es necesario partir de la hipótesis propuesta por Creager y Paris en 1967 [46], que define el campo de tensión con la siguiente expresión:

$$\sigma(r) = \frac{K}{\sqrt{\pi}} \frac{2(r + \rho)}{(2r + \rho)^{3/2}} \tag{2.62}$$

En esta expresión se considera que el campo de tensiones en el fondo de una entalla es igual que el campo de tensiones en el fondo de una fisura pero desplazado, en el eje que dicta la propagación de la grieta en su plano, una distancia igual a la mitad del radio ($\rho/2$). Por lo tanto, K es el factor de intensidad de tensiones, para una fisura de igual longitud que la entalla, r es la distancia al fondo de entalla y ρ es el radio de entalla.

2.4.5.1 Predicción mediante el PM

Para obtener la predicción de la tenacidad aparente según el PM es necesario combinar el criterio de fallo del método (ecuación 2.60) con el perfil de tensiones de Creager y Paris (ecuación 2.62), en situación de rotura. De esta manera se obtiene la expresión para el valor de K_{mat}^N utilizando el PM:

$$K_{mat}^N = K_{mat} \frac{(1 + \frac{\rho}{L})^{\frac{3}{2}}}{(1 + \frac{2\rho}{L})} \tag{2.63}$$

2.4.5.2 Predicción mediante el LM

Del mismo modo que en el apartado anterior, para obtener la predicción de la tenacidad aparente según el LM, se debe combinar de nuevo, la ecuación 2.62 con el criterio de fallo del método, en este caso el LM (ecuación 2.61) dando como resultado que la tenacidad aparente a fractura es:

$$K_{mat}^N = K_{mat} \sqrt{1 + \frac{\rho}{4L}} \tag{2.64}$$

En la Figura 2.19 se muestra una comparación de los resultados obtenidos al predecir K_{mat}^N utilizando ambos métodos. Como se puede observar, ambos métodos (ecuaciones 2.63 y 2.64) dan lugar a predicciones muy similares, si bien es cierto que para radios de entalla pequeños, la desviación es mayor. En el caso de la predicción con el PM los resultados permanecen constantes hasta un valor crítico de radio de entalla desde el cual la predicción es creciente. Por el otro lado, la predicción resultante de utilizar el LM es creciente desde el inicio.

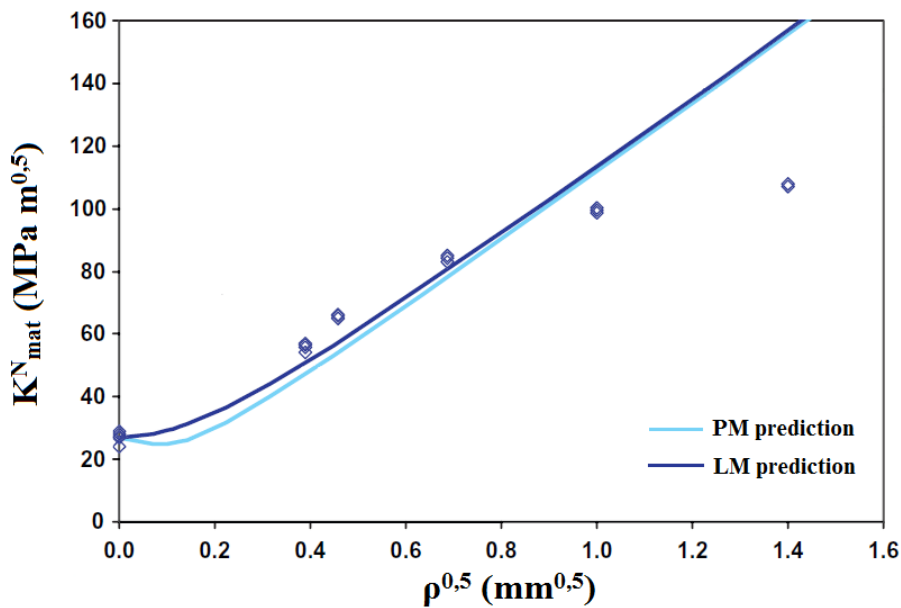


Figura 2.19: Comparación entre los resultados experimentales y las predicciones proporcionadas por el PM y el LM en una aleación de aluminio AL7075-T651.

2.4.6 Relación entre la TDC y la MFEL

Una vez que han sido explicados los aspectos básicos de la TDC así como, los métodos más simples que la forman, es útil describir cómo es posible realizar una unión teórica entre la TDC y la MFEL tradicional.

El único caso en el que podemos hacer predicciones con los dos métodos, es si consideramos una entalla de $\rho = 0$, es decir, una fisura. La fractura frágil ocurrirá cuando la intensidad de tensiones, K_I , se iguale con la tenacidad a fractura, K_{mat} . Ya que K_{mat} es una constante del material, tiene que existir una relación entre K_{mat} y las constantes utilizadas en los métodos de la TDC, por ejemplo, en el PM. Esta relación se puede deducir de la siguiente manera. Como ya vimos en el apartado 2.1.5, K_{mat} está relacionada con la tensión de rotura σ_f y la longitud del defecto a (ecuación 2.16), por la ecuación 2.58:

$$K_{mat} = \sigma_f \sqrt{\pi a}$$

Si además, tenemos en cuenta que para este caso, la curva tensión – distancia se puede expresar analíticamente mediante la ecuación 2.59. Esa ecuación solo es válida cuando $r \ll a$, por lo que será suficiente, para encontrar la relación que buscamos, examinar las tensiones cerca del frente de grieta. Esto significa que la longitud de la fisura, a , debe ser mucho mayor que la distancia crítica, L . Finalmente, si combinamos las dos ecuaciones anteriores junto con el criterio de fallo del PM (ecuación 2.57) obtendremos la ecuación 2.56:

$$L = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_{mat}}{\sigma_0} \right)^2$$

Esta ecuación expresa la relación entre la tenacidad a fractura y las dos constantes del material empleadas en la TDC. Es importante recordar que las ecuaciones que nos han llevado a esta relación (ecuaciones 2.58 y 2.59) solo son válidas para el caso particular de una fisura pasante centrada en una placa infinita, por eso hemos supuesto un factor geométrico igual a la unidad. En el caso de encontrarnos con otro tipo de fisuras, deberíamos introducir el factor geométrico Y (ecuación 2.19) pero este aspecto no afecta a la generalidad de la ecuación anterior (ecuación 2.56) ya que cada valor de K , y en consecuencia K_{mat} , está asociado a una única curva tensión-distancia cerca del frente de grieta.

CAPÍTULO 3: MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se procede a describir el material utilizado en la realización de este trabajo. Además, se detalla el programa experimental que ha sido realizado incluyendo los ensayos y equipos necesarios para ello y también los resultados que se han obtenido en cada caso.

3.2 MATERIALES COMPUESTOS NANOREFORZADOS.

La nanotecnología puede definirse en términos generales como la creación, procesamiento, caracterización y utilización de materiales, dispositivos y sistemas con dimensiones del orden de 0.1 a 100 nm, que exhiben propiedades, funciones, fenómenos y procesos físicos, químicos y biológicos novedosos y significativamente mejorados debido a su nanoescala [47].

Los recientes avances en nanotecnología y materiales nanoestructurados ofrecen la posibilidad de mejorar las propiedades mecánicas de los compuestos en términos de tenacidad y rigidez. En particular, en las aplicaciones aeroespaciales, los esfuerzos de investigación se centran en el diseño de materiales compuestos avanzados reforzados con nanotubos de carbono (CNT) que combinan el ahorro de peso, con propiedades

multifuncionales, incluidas las térmicas, mecánicas y electromagnéticas. Es bien sabido que las nanopartículas de carbono mejoran la resistencia a la fractura, el módulo y la resistencia de la matriz polimérica a través de diferentes mecanismos [48].

En resumen, debido a sus extraordinarias propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas, los nanotubos de carbono (CNT) se han utilizado ampliamente en compuestos de polímeros desde su descubrimiento por lijima en 1991 [49]. Muchos investigadores han analizado los CNTs como candidatos favorables para su uso generalizado en aplicaciones comerciales en los campos térmico, acústico, electrónico, aeroespacial y nuclear [50].

3.2.1 Resina Epoxi

Las resinas epoxi tienen muchas aplicaciones en el ámbito de la ingeniería, desde las palas de las turbinas eólicas en el sector de la energía renovable, hasta partes muy complejas de la estructura de los aviones [51]. Por esta razón es importante su estudio y la mejora de sus características.

Las resinas epoxi, también denominadas poliepóxido, son una clase de prepolímero y polímeros reactivos que contienen grupos epóxido.

Un epóxido es un éter cíclico con un anillo de tres átomos. Dicho anillo se aproxima a un triángulo equilátero, lo que lo hace tenso, y por ello altamente reactivo, más que otros éteres.

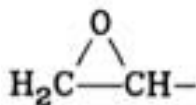


Figura 3.1: Estructura química del epóxido simple [52].

El epóxido más importante a la hora de producir resinas epoxi se denomina epiclorhidrina, y su estructura química se muestra a continuación:

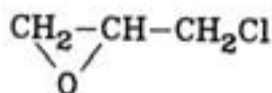


Figura 3.2: Estructura química de la epiclorhidrina[52]

Una resina epoxi o poliepóxido es un polímero termoestable, lo que significa que liberan energía en forma de calor durante su endurecimiento. Cuanto mayor es el espesor de la colada de la resina, mayor calor se produce y esto, se denomina efecto masa.

La resina epoxi se endurece al ser mezclada con un agente catalizador que también recibe el nombre de endurecedor.

Para la realización de este trabajo la resina epoxi utilizada es una epoxi para coladas de la gama Resoltech WWA, y dentro de esta gama la resina utilizada concretamente es la WWAS. Por otro lado, se necesita un endurecedor que, en este caso, el utilizado se denomina WWB4. Algunas de las características de dicha resina con ese endurecedor se muestran en la siguiente tabla:

Resina	WWAS
Endurecedor	WWB4
Máximo espesor a 23°C	0,5 cm
Bajo vacío	No
Necesario postcurado	No
Tg máxima	50,2°C

Tabla 3.1: Características típicas sistema WWA utilizado.

Al ser una resina para coladas se ha empleado ese método para fabricar las muestras, que consiste en verter la resina en un molde y dejar que endurezca al enfriarse, una de las características principales de este método es que no es necesario emplear presión a la muestra.

Aunque en la Tabla 3.1 aparezca que no es necesario el postcurado ni el vacío en la fabricación de las muestras si se han realizado ambos procesos. Por un lado, el postcurado se realiza para evitar la fragilidad y, por el otro lado, el vacío se utiliza para eliminar las burbujas de la mezcla, este paso puede llegar a ser obligatorio en muchos casos.

Además en algunos casos ha sido necesaria la utilización de un disolvente para facilitar la colada, en estos casos el disolvente empleado es el disolvente universal industrial pyma.

3.2.2 Nanotubos de carbono

Los nanotubos de carbono (CNTs) son pequeñas láminas de grafito enrolladas con diámetros nanométricos formando cilindros gráfiticos concéntricos que se cierran debido a la presencia de anillos de 5 miembros.

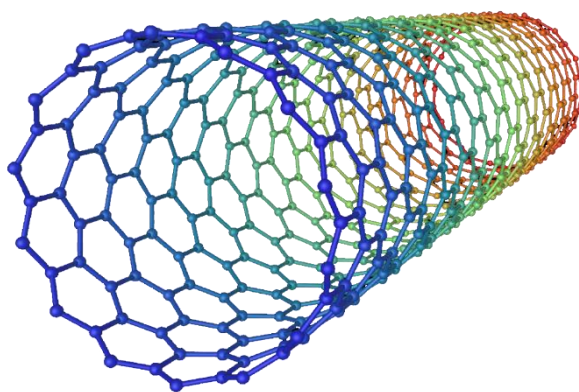


Figura 3.3: Nanotubo de carbono (CNT) [53]

Los principales tipos de CNTs son:

- Los nanotubos de carbono de pared simple (Single Wall Carbon Nanotubes, SWCNT), cuyos átomos están dispuestos de tal forma que dan lugar a una red hexagonal cilíndrica, como la que se muestra en la Figura 3.3. Su estructura es la misma que obtendría al enrollar sobre sí misma una lámina de grafito.
- Los nanotubos de carbono de pared múltiple (Multiwall Carbon Nanotubes, MWCNT) consisten en varios SWCNT, de diferentes diámetros, concéntricos. Es decir, en este caso se envuelven sobre si mismas varias láminas de grafito.

En el presente trabajo los nanotubos con los que se ha decidido trabajar son MWNT delgados, en concreto la serie NC7000 suministrada por NANOCYL™. Este tipo de nanotubos se producen a través del proceso de deposición catalítica de vapor de carbono (CCVD).

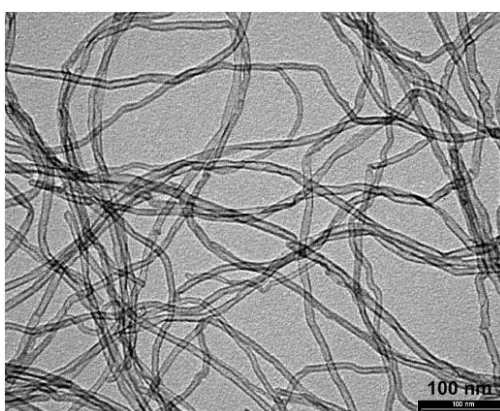


Figura 3.4: MWNT empleados.

Algunas de las características que conocemos de los CNTs empleados en este trabajo se muestran en la siguiente tabla.

Propiedad	Unidad	Valor	Método de medida
Diámetro promedio	Nanómetros	9.5	TEM
Longitud promedio	micras	1.5	TEM
Pureza de carbono	%	90	TGA
Óxido de metal	%	10	TGA
Área de superficie	m ² /g	250-300	BET

Tabla 3.2: Caracterización de NC700

3.2.3 Epoxi reforzada con nanotubos de carbono

Debido a su alta adherencia, bajo peso y buena resistencia química, los materiales compuestos a base de epoxi están siendo cada vez más utilizados como componentes estructurales en la industria aeroespacial y la industria del automóvil [54,55]. Sin embargo, las propiedades mecánicas relativamente bajas del epoxi han impedido su aplicación en componentes que exijan alta resistencia mecánica y estabilidad.

Recientemente, el uso de MWCNT como relleno de la matriz polimérica ha atraído un interés considerable debido a sus propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas [56]. Se han realizado diferentes investigaciones en nanocompuestos fabricados con MWCNT y se observan mejorías en las propiedades mecánicas del material [56–58].

Uno de los puntos críticos del uso de CNTs como refuerzo es el proceso de dispersión. La dispersión uniforme de nanotubos contra su aglomeración debida a las fuerzas de van der Waals, es el primer paso en el procesamiento de nanocompuestos, y es un punto crítico ya que los MWCNT producidos por deposición de vapores químicos tienden a enredarse como espaguetis [59]. En el siguiente apartado se desarrolla el proceso de dispersión de los nanotubos, así como el resto de procedimientos necesarios para fabricar las probetas utilizadas en este trabajo.

3.2.4 Fabricación de probetas

El primer paso para la fabricación de las probetas utilizadas en este trabajo es pesar tanto la resina epoxi como los nanotubos de carbono. Posteriormente se realiza un premezclado manual de ambos materiales, de esta manera se consigue integrar los nanotubos en la resina.

Inmediatamente después, como se ha explicado en el apartado anterior, se realiza uno de los pasos críticos para la obtención del nanocompuesto, la dispersión de los nanotubos de carbono en la resina epoxi.

La técnica seleccionada por el Centro Tecnológico de Componentes (CTC) para la dispersión de los nanotubos de carbono en la resina epoxi fue la molienda de tres rodillos, que se explica a continuación.

La técnica de molienda de tres rodillos se basa en generar unas fuerzas de cizalla elevadas en los vórtices que se encuentran entre los rodillos, donde se va a producir la dispersión de los nanomateriales.

En la Figura 3.5 se muestra el esquema de funcionamiento de la técnica, donde los puntos de contacto entre los rodillos es lo que se denomina vórtices.

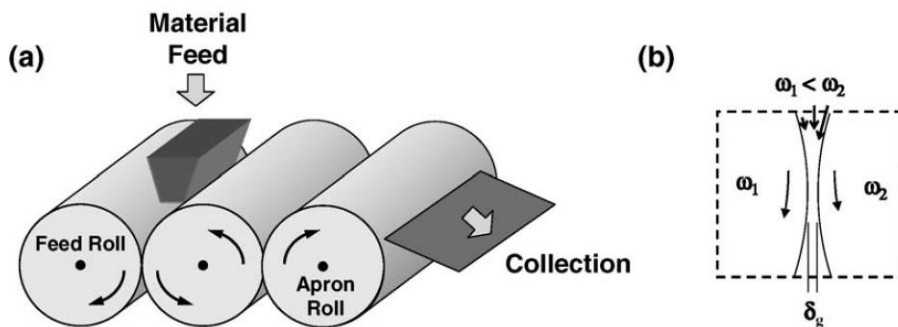


Figura 3.5: (a) Esquema general de la configuración del molino de tres rodillos (b) region de mezcla de alto cizallamiento [60].

Mediante el control de la distancia entre rodillos y la velocidad de giro de los mismos se consiguen fuerzas de cizalla elevadas en los vórtices que son capaces de romper los agregados de los nanomateriales y dispersarlos en la matriz polimérica.

A mayor velocidad de giro y menor distancia entre rodillos, se consiguen fuerzas de cizalla más elevadas.

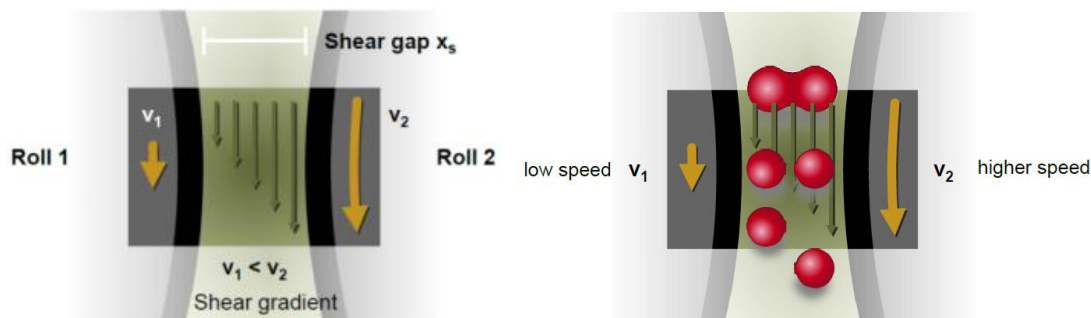


Figura 3.6: Detalle del proceso de dispersión que ocurre en los vórtices entre los rodillos.

En el detalle de la Figura 3.6 se observa como el rodillo 2 empuja el líquido a una velocidad mayor que el rodillo 1 con lo que se consigue la dispersión de los elementos para que posteriormente, gracias al giro tercer rodillo la muestra dispersada sea recogida.

El equipo empleado en este proceso es el modelo 80E de la marca EXAKT. Este modelo es capaz de procesar hasta 20 l/h, los rodillos son de carburo de silicio con un diámetro de 80 mm y longitud de 200 mm. La mínima distancia que puede alcanzar entre rodillos es de 5 μ m. Además, dispone de un sistema de control para fijar los parámetros del proceso, es decir, la distancia entre rodillos y la velocidad de los mismos.



Figura 3.7: Equipo de molienda utilizado.

En concreto, en la fabricación de las probetas utilizadas, se han realizado 6 pasadas de la mezcla por los rodillos.

Tras realizar esas 6 pasadas el siguiente paso es añadir el endurecedor a la mezcla. Para ello se han seguido las indicaciones de la ficha técnica facilitada por el CTC, por lo que se ha pesado una parte de endurecedor a la que se añaden 2 partes de dispersión (epoxi + CNTs). Todo este proceso es igual para todas las muestras, a partir de ese punto existen diferentes cambios.

El primer cambio importante es la adición de disolvente en alguna de las muestras. Para la realización de las muestras que no contienen refuerzo y las que contienen un 0,1% de nanotubos de carbono no se ha utilizado disolvente, por lo que tras añadir el endurecedor se realiza un mezclado mediante agitador magnético durante 5 minutos, a continuación, se vierte la mezcla sobre el molde de silicona y se realiza un vacío durante 2 horas para eliminar el aire que haya podido quedar atrapado. Una vez finalizado el proceso de vacío se deja la muestra 24 horas a temperatura ambiente para finalizar el proceso realizando un curado, como indica la ficha técnica, durante 15 horas a 60° para conseguir las máximas resistencias.

Por otro lado se encuentran las muestras que han necesitado disolvente para su fabricación, que son las de 0,3% y 1% de contenido de refuerzo. Para estos casos una vez que tenemos el endurecedor añadido debemos incorporar el disolvente, en ambas muestras la cantidad de disolvente utilizada es de 20 ml. Con el disolvente añadido el proceso coincide con el anterior, es decir, se realiza el agitado magnético de 5 minutos, el vacío durante 2 horas y ambos curados tanto el de 24 horas a temperatura ambiente como el de 15 horas a 60°C. La segunda particularidad de estas muestras es que después de todo ese proceso se ha necesitado realizar un poscurado de 48 horas a 100°C para eliminar correctamente el disolvente.

El resultado final de este proceso son unos platos que posteriormente deben ser mecanizados, en la siguiente imagen se muestra un ejemplo del resultado antes del mecanizado.



Figura 3.8: Plato de la muestra de epoxi + 0,3% MWNT.

Con los platos de cada muestra se procede a su mecanizado, que fue realizado por la empresa Utilmec, para ello utilizaron una fresadora de control numérico, en concreto, el modelo FP3NC de la marca Deckel (Figura 3.9) a la cual colocaron las herramientas de corte idóneas para trabajar con plásticos.



Figura 3.9: Fresadora de control numérico Deckel FP3NC [61].

Con el mecanizado obtenemos las probetas con la forma exigida por la norma para los dos tipos de ensayos, que se explican en el siguiente apartado. En algunas de las probetas obtenidas tras el mecanizado fue necesario realizar un pulido en la pulidora manual mostrada en la Figura 3.10 para conseguir que todas las probetas fueran lisas y tuvieran un espesor similar.



Figura 3.10: Pulidora manual Knuth.

Una vez obtenidas las probetas con las características requeridas el siguiente paso es realizar los ensayos, aunque en algunas probetas es necesario hacer alguna preparación más, ya que en este punto las probetas no tienen defectos.

3.3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

En este apartado se va a describir el programa experimental seguido para realizar este Trabajo Fin de Máster.

Como ya se ha explicado anteriormente se van a analizar 4 contenidos diferentes de CNTs como refuerzo de la resina epoxi, en los que se estudiarán y validarán las metodologías explicadas en el Capítulo 2.

Para obtener las propiedades mecánicas de los materiales se han realizado ensayos de tracción y, posteriormente, se hicieron ensayos de fractura para poder evaluar el comportamiento de los materiales entallados. Para terminar se han estudiado las superficies a fractura y así, analizar los micromecanismos de fractura.

Todos los ensayos se han realizado en probetas sin humedad, para ello se han secado las probetas en estufa de polímeros a una temperatura de 60°C, durante 48 horas, realizando pesadas antes de introducir las probetas en la estufa, a las 24 horas y a las 48 horas. Si tras las 48 horas el peso variaba se introducían de nuevo las probetas 24 horas más en la estufa. Si por el contrario, el peso no sufría variación se procedía a realizar los ensayos.

3.3.1 Ensayos de tracción

Los ensayos de tracción se realizaron siguiendo la norma ASTM D638[62] para determinar las propiedades mecánicas del material. La geometría de las probetas se muestra en la Figura 3.11.

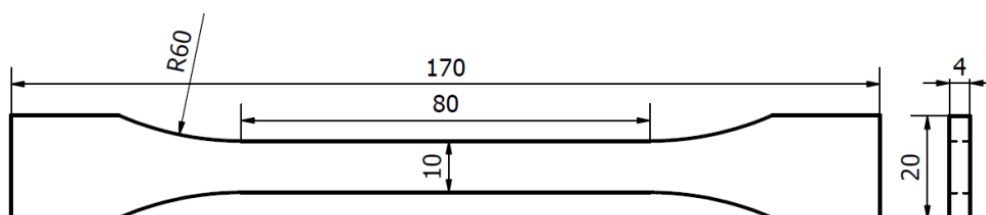


Figura 3.11: Geometría probetas tracción.

Para los ensayos de tracción se utilizaron un total de 8 probetas, es decir, 2 por cada contenido de refuerzo. Cada probeta se identificó con la letra *E* indicativa de que el material base es la resina epoxi, el número de ensayo y el contenido de refuerzo correspondiente como se muestra en la siguiente imagen.



Figura 3.12: Probetas de tracción.

Los ensayos de tracción se hicieron en una máquina servohidráulica universal INSTRON 8501 dotada de una célula de carga de ± 100 kN de capacidad. Fue posible realizar la medida del alargamiento de la probeta gracias a la apertura de un extensómetro INSTRON, modelo 2620-604.

Durante los ensayos se realizó un registro continuo de los valores de carga y desplazamiento. Los ensayos se realizaron a una temperatura de $20 \pm 2^\circ\text{C}$ y la velocidad de desplazamiento fue de 5 mm/min como marca la norma [62].

En las siguientes imágenes se muestra el montaje que se utilizó para realizar el ensayo de tracción.



Figura 3.13: Montaje ensayos de tracción: a) General; b) Colocación del extensómetro

Los parámetros obtenidos tras realizar los ensayos se muestran en la Tabla 3.3, donde E es el módulo de elasticidad, σ_y el límite de elasticidad y σ_u la tensión de rotura.

Ya que a la hora de realizar el ensayo, se pudo observar que la probeta denominada E.1.1, es decir, una de las probetas con un 1% de refuerzo tenía un defecto se ha optado por eliminar los resultados obtenidos al ensayar dicha probeta.

Contenido de refuerzo (%)	Nº de ensayo	E (MPa)	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)
0	1	2000	38.23	40.24
0	2	1980	38.82	42.88
0.1	1	1900	37.84	40.5
0.1	2	2000	36.43	39.33
0.3	1	350	8.12	15.86
0.3	2	600	7.1	17.68
1	2	900	14.95	19

Tabla 3.3: Resultados ensayo de tracción.

3.3.2 Ensayos de flexión en tres puntos

Estos ensayos se utilizaron para conocer el comportamiento a fractura del material, y para su realización se han seguido varias normas.

En primer lugar la norma ASTM D5045-99 [63] para el análisis de los casos con comportamiento elástico lineal.

$$P_{m\acute{a}x} \leq 1,1P_Q \quad (3.1)$$

Por otro lado, en los casos en los que no se puede asumir que el comportamiento es elástico lineal, la norma que se ha aplicado es la ASTM 6068-10 (2018) [64].

Esta segunda norma se utiliza para calcular el valor de la integral J, que posteriormente con la expresión de la norma ASTM E1820-18 [65] se puede relacionar con el valor de K.

$$K_F = \sqrt{\frac{E \cdot J_F}{(1 - \nu^2)}} \quad (3.2)$$

Para analizar el efecto entalla se han utilizado probetas tipo SENB (Single-Edge Notch Bend) con entallas de 5 radios diferentes:

- 0 mm (fisura)
- 0,25 mm
- 0,5 mm
- 1 mm
- 2 mm

A su vez, para cada radio de entalla se han ensayado 4 probetas, lo que hace un total de 20 ensayos para cada contenido de refuerzo. Como se van a analizar 4 contenidos de CNT el número total de ensayos de fractura es de 80 ensayos.

Para distinguir las probetas dentro de cada porcentaje de refuerzo, se decidió identificarlas con el radio de entalla seguido del número de la muestra y el número del ensayo.

El primer paso para poder realizar los ensayos es tener las probetas entalladas. Las entallas deben hacerse perpendicularmente a la dirección longitudinal de las probetas. La geometría de las probetas entalladas se resume en la Figura 3.14 donde también se puede observar la distancia que debe haber entre los apoyos durante la realización del ensayo.

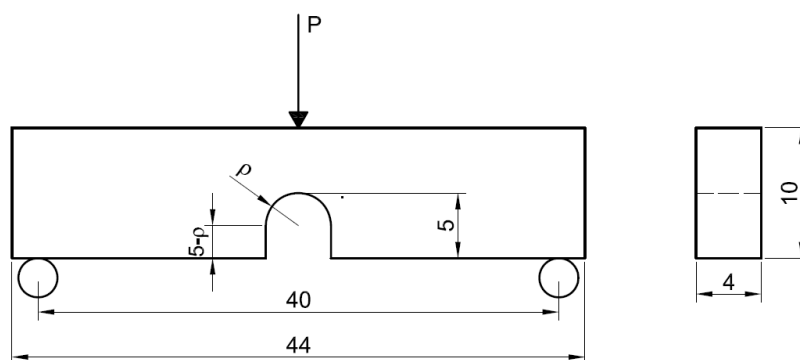


Figura 3.14: Geometría probetas SENB

Todas las entallas se mecanizaron mediante fresado (Figura 3.15), excepto las de radio 0 mm (fisuras) que se hicieron deslizando una cuchilla como determina la norma ASTM D5045-99 (Figura 3.16). De esta manera se obtuvieron 64 probetas entalladas por mecanizado y 16 probetas fisuradas mediante sliding.

En las siguientes imágenes se muestra, en el primer caso, la maquinaria utilizada en el caso de las probetas entalladas y, en el segundo caso, la imagen de cómo se realizaron las fisuras de manera manual.



Figura 3.15: Centro de mecanizado de control numérico CONCEPT MILL 300 (Instituto de Física de Cantabria, IFCA-UC)

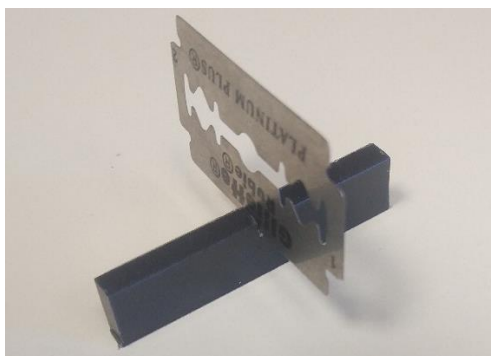


Figura 3.16: Realización de las fisuras con cuchilla

Los ensayos de fractura se realizaron en una máquina de la marca SERVOSIS, modelo M8-405/L, con una célula de carga de $\pm 5\text{kN}$. La temperatura a la que se realizó el ensayo fue de $20 \pm 2^\circ\text{C}$ y la velocidad de desplazamiento fue de 10 mm/min como marca la norma ASTM D5045-99 [63]. Esta norma recomienda que se realicen un mínimo de 3 ensayos por cada material, por lo tanto cumplimos ese requisito también. Para medir la flecha se utilizó el control de posición del actuador que tiene un rango de desplazamiento de $\pm 50\text{ mm}$. Se registró la carga aplicada frente al desplazamiento del actuador. En las siguientes imágenes se muestra la maquina utilizada para la realización de estos ensayos.



Figura 3.17: Maquina utilizada para los ensayos de fractura.

El primer dato que debemos obtener de los ensayos es la carga máxima, en el caso de que se cumpla la ecuación 3.1 estaremos en condiciones de comportamiento elástico, por lo que procedemos a obtener el valor del factor de intensidad de tensiones crítico, K_Q . Este valor en el caso de las probetas fisuradas (radio 0 mm) se denomina K_{mat} y, para el caso de las probetas entalladas se añade una N, K_{mat}^N , indicando la entalla (Notch) como se ha mencionado anteriormente.

La expresión utilizada para obtener el valor del factor de intensidad de tensiones es:

$$K_Q = \left(\frac{P_Q}{BW^{\frac{3}{2}}} \right) f(x) \tag{3.3}$$

Donde:

- B es el espesor de la probeta
- W es el ancho de la probeta
- P_Q puede ser P_Q o $P_{máx}$ según el caso concreto, siguiendo la norma (Figura 3.17).

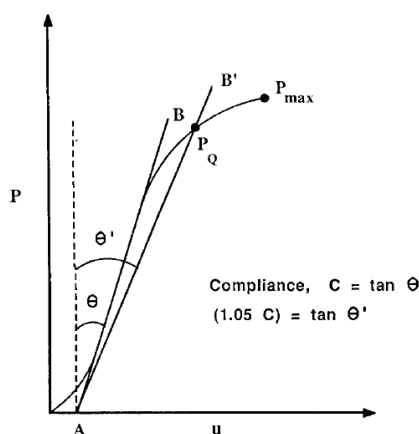


Figura 3.18: Determinación de P_Q [63]

- $f(x)$ sigue la siguiente expresión donde $x=a/W$ y a es la longitud del defecto.

$$f(x) = 6x^{1/2} \frac{(1.99 - x(1 - x)(2.15 - 3.93x + 2.7x^2))}{(1 + 2x)(1 - x)^{3/2}} \tag{3.4}$$

En las probetas cuya entalla se ha realizado mediante mecanizado, la longitud del defecto es igual a 5 mm. En los casos en los que el defecto se ha realizado manualmente (fisuras) la medida de la longitud de la fisura se determina después de realizar el ensayo de fractura, mediante el valor medio de 3 medidas, tomadas en el centro del frente de la fisura y en ambos extremos del frente como indica la norma [63].

Por otro lado, en los casos en los que la norma explicada no es válida, ya que no nos encontramos en comportamiento elástico lineal, el análisis de los datos cambia, ya que se aplica la norma ASTM D6068-10 (2018).

En estos casos el primer valor que se busca también es la carga máxima, y posteriormente se calcula el área total por debajo de la curva carga-desplazamiento obtenida en el ensayo hasta dicho valor obteniendo la energía requerida para extender la grieta (U_T)

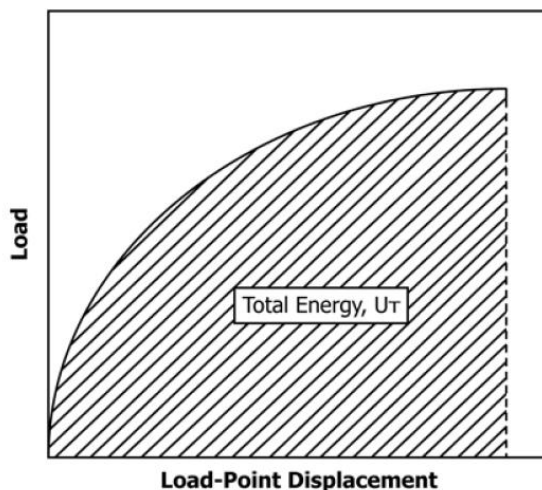


Figura 3.19: Definición de la energía total[64].

Una vez calculada la energía total, podemos obtener el valor de J:

$$J = \frac{\eta U}{B(W - a_0)} \quad (3.5)$$

Donde:

- η es igual a 2 para las probetas SENB.
- U es la energía total calculada anteriormente.
- a_0 es la longitud inicial del defecto.

Tras un primer análisis de los resultados se pudo observar que solo era posible aplicar la norma ASTM D5045 en las probetas de epoxi puro y 0,1% de refuerzo con un radio de entalla de 0 mm y 0,25 mm. Por lo tanto, en la mayor parte de los casos hay que utilizar la ecuación 3.2 para obtener los valores de K_F .

Ya que en la ecuación 3.2, es necesario operar con el valor de E y, como en algunos ensayos de tracción no se han obtenido valores lo suficientemente realistas, en este trabajo se ha decidido aplicar la metodología de la TDC con los valores de J, es decir, se ha aplicado la norma ASTM D6068-10 (2018)[64] para todos los casos ensayados, sin pasar de J_F a K_F . Además, ya que, como se ha explicado, la norma D5045 solo permite obtener valores de K, fue necesario aplicar la norma D6068 en los casos en los que el material es elástico lineal. Por lo que, finalmente, la norma utilizada en el tratamiento de todos los datos obtenidos fue la ASTM D6068-10 (2018)[64].

A continuación se muestran los resultados numéricos obtenidos, en las tablas 3.4 a 3.7, donde aparecen, el radio de entalla y la longitud de dicha entalla, junto con la carga máxima y el valor de J_{mat}^N obtenido. Además, se incluyen en las figuras 3.20 a 3.23 las curvas fuerza-desplazamiento de todos los ensayos que posteriormente se analizarán en el siguiente capítulo. Hay que mencionar que en los casos con un contenido de refuerzo de 0,3% y 1% no aparecen las 20 probetas ensayadas, esto se explicará en el capítulo 4, análisis de resultados.

Gracias a las curvas fuerza-desplazamiento se puede observar que el comportamiento del material no es elástico-lineal en la mayoría de los casos, sobre todo al aumentar el contenido de refuerzo y el radio de entalla.

De los resultados numéricos, se puede concluir fácilmente que dentro de un mismo contenido de CNTs al aumentar el radio de entalla aumenta claramente la carga máxima soportada y también los valores de J_{mat}^N . Estos resultados serán analizados detalladamente en el siguiente capítulo.

Probeta	Radio de entalla ρ (mm)	Longitud del defecto a (mm)	Carga máxima $P_{m\acute{a}x}$ (N)	J_{mat}^N (MPa m)
2.1	0	5,04	42,4	0,375582
2.2		4,79	53	0,504624
2.3		4,92	32,8	0,194625
2.4		4,94	36,3	0,30063
2.1	0,25	5	155,2	4,46875
2.2		5	146,3	4,390034
2.3		5	146,3	4,2153
2.4		5	145,4	4,2109
2.1	0,5	5	199,5	7,8
2.2		5	197,5	8,092
2.3		5	191,3	8,766
2.4		5	199,7	8,918
2.1	1	5	221,2	21,9701
2.2		5	233	18,567
2.3		5	213,1	18,4025
2.4		5	188,1	16,7212
2.1	2	5	2219	17,786
2.2		5	212,6	17,808
2.3		5	230,3	18,1466
2.4		5	209,1	18,2815

Tabla 3.4: Resultados ensayos flexión en tres punto (0% de CNT)

Probeta	Radio de entalla ρ (mm)	Longitud del defecto a (mm)	Carga máxima $P_{m\acute{a}x}$ (N)	J_{mat}^N (Mpa m)
1.1	0	4,94	43	0,354796
1.2		5,31	36,6	0,348
1.3		4,78	41,5	0,3398687
1.4		5,19	41,3	0,3523453
1.1	0,25	5	147,1	4,215336
1.2		5	152,3	4,192267
1.3		5	147,1	4,033801
1.4		5	154	3,962727
1.1	0,5	5	165,3	5,99884
1.2		5	190,8	7,82439
1.3		5	188,1	7,8324
1.4		5	196,1	8,2545
1.1	1	5	217,9	18,51734
1.2		5	198	17,60053
1.3		5	232,5	18,4037
1.4		5	214,5	17,5517
1.1	2	5	193,3	16,79825
1.2		5	229,6	17,75799
1.3		5	239,9	20,0199
1.4		5	208,1	17,110827

Tabla 3.5 Resultados ensayos flexión en tres punto (0,1% de CNT)

Probeta	Radio de entalla ρ (mm)	Longitud del defecto a (mm)	Carga máxima $P_{m\acute{a}x}$ (N)	J_{mat}^N (MPa m)
4.F1	0	4,82	43,6	5,64761
4.F2		4,59	57,9	9,0696
4.F3		4,78	34,3	6,98935
4.F4		4,87	52,9	6,5118
4.1	0,25	5	72,9	13,99752
4.2		5	62,4	14,4372
4.3	0,5	5	67,3	20,6941
4.4		5	57,9	17,36399
4.5	1	5	62,1	25,0479
4.6		5	67,2	31,52222
4.7	2	5	67,1	47,91444
4.8		5	62,8	43,3622

Tabla 3.6: Resultados ensayos flexión en tres punto (0,3% de CNT)

Probeta	Radio de entalla ρ (mm)	Longitud del defecto a (mm)	Carga máxima $P_{m\acute{a}x}$ (N)	J_{mat}^N (MPa m)
2.F1	0	4,53	84,8	8,5856
2.F2		4,99	76,9	8,203868
2,1	0,25	5	92,7	14,0002
2,2		5	93,2	15,26227
2,3	0,5	5	88,3	15,75145
2,4		5	87,6	14,5855
2,5		5	83,3	18,41441
2,6	1	5	90,5	25,56598
2,7		5	79,1	16,9054
2,8	2	5	70,6	37,6265
2,9		5	68,7	32,87953

Tabla 3.7: Resultados ensayos flexión en tres punto (1% de CNT)

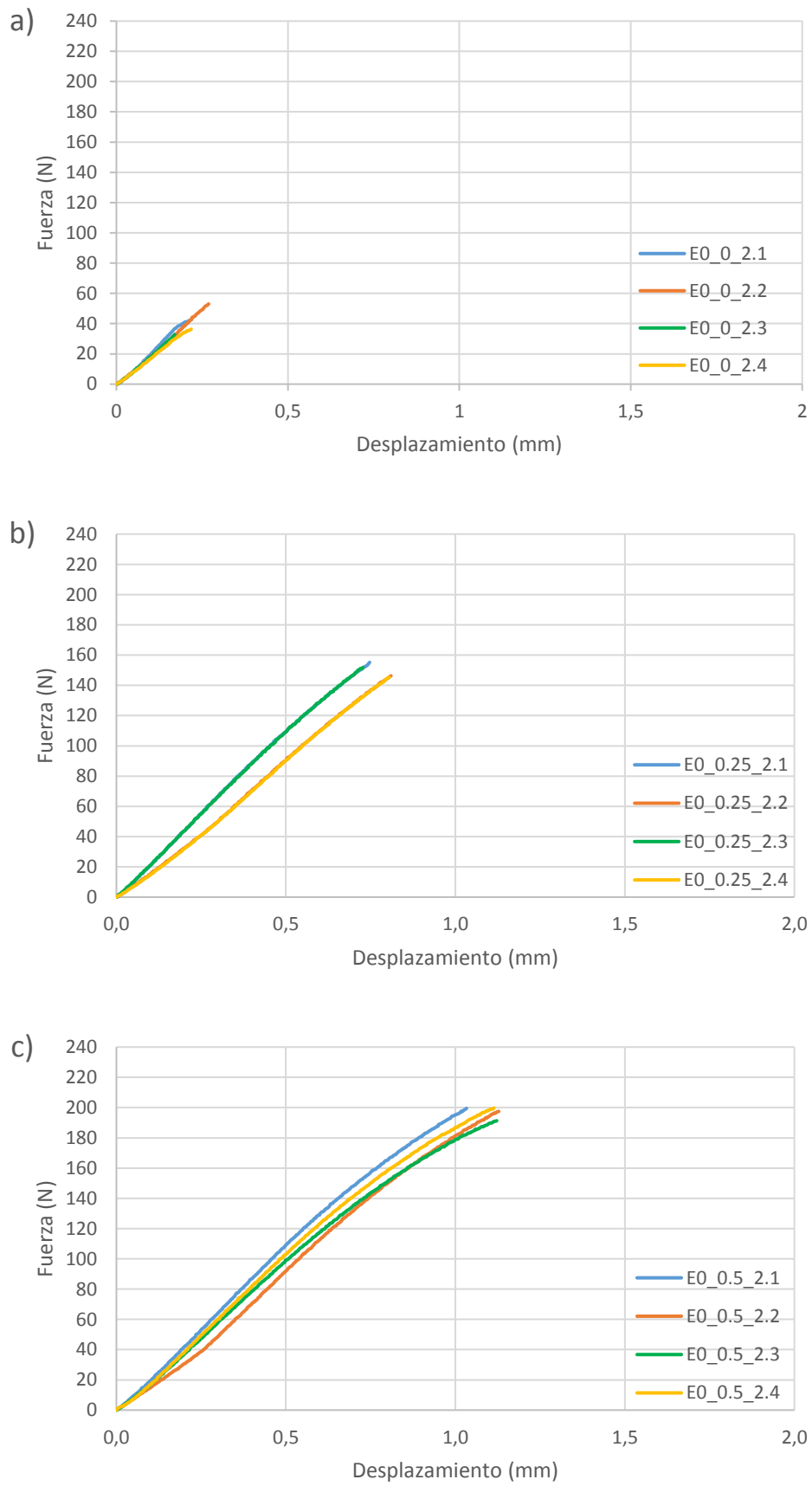


Figura 3.20: Resultados experimentales (fuerza-desplazamiento) en Epoxi (0 wt.%): a) $\rho = 0$ mm (fisura); b) $\rho = 0.25$ mm; c) $\rho = 0.5$ mm.

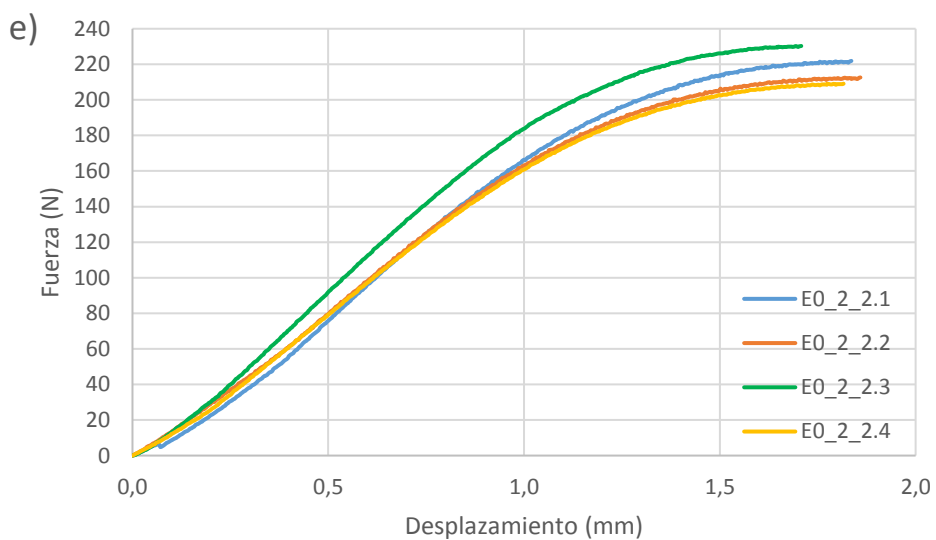
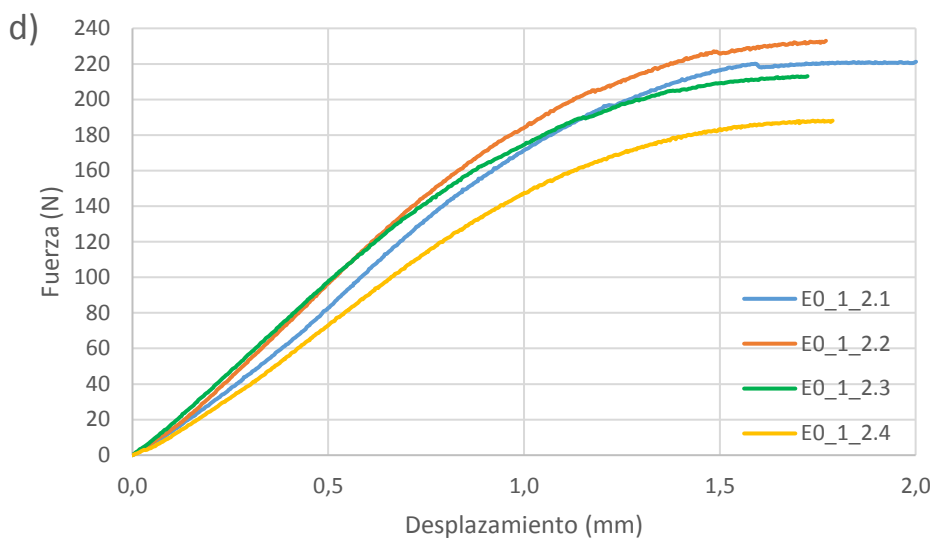


Figura 3.20 (cont.): Resultados experimentales (fuerza-desplazamiento) en Epoxi (0 wt.%):
d) $\rho = 1 \text{ mm}$; e) $\rho = 2 \text{ mm}$.

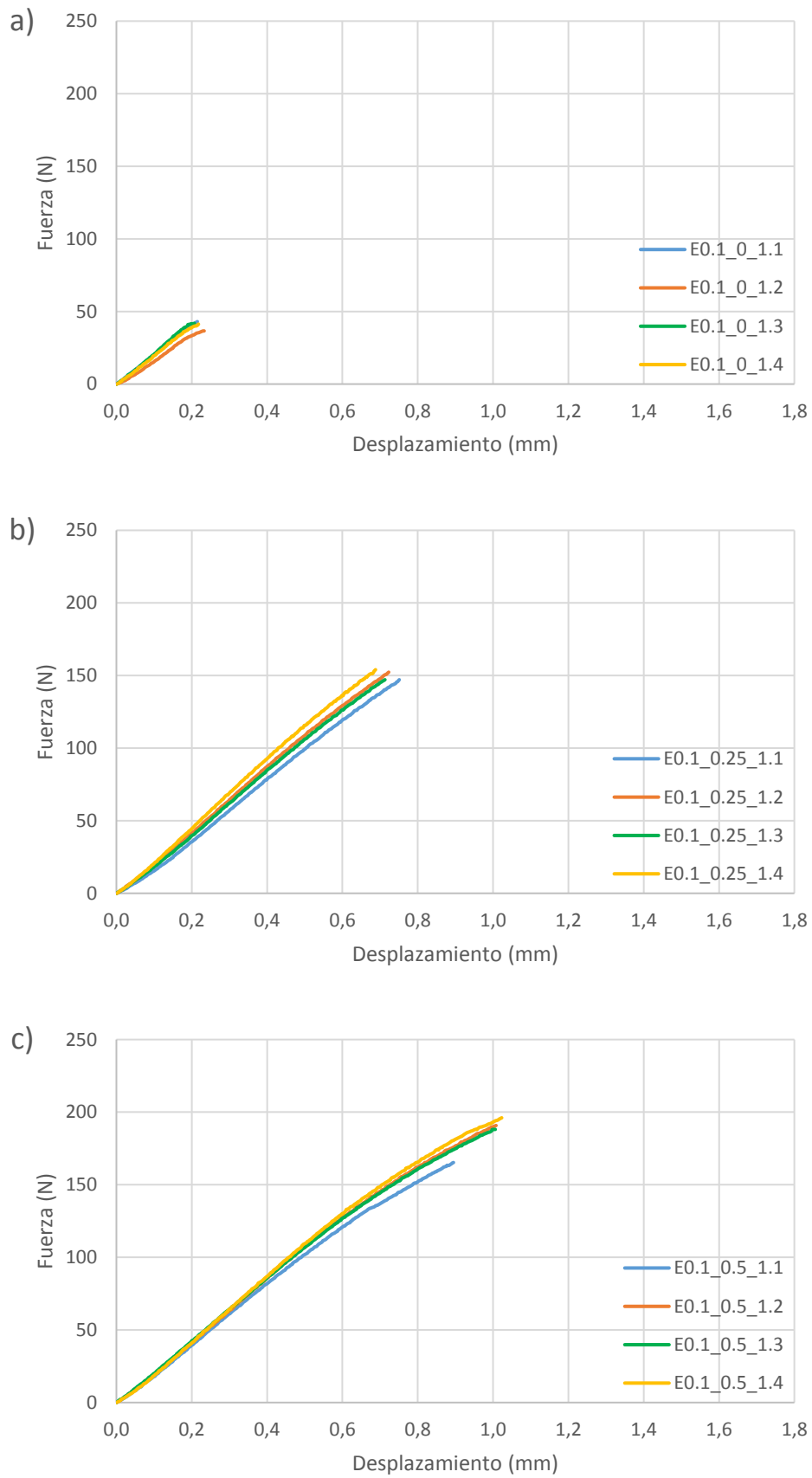


Figura 3.21: Resultados experimentales (fuerza-desplazamiento) en Epoxi (0,1 wt.%):

a) $\rho = 0$ mm (fisura); b) $\rho = 0.25$ mm; c) $\rho = 0.5$ mm.

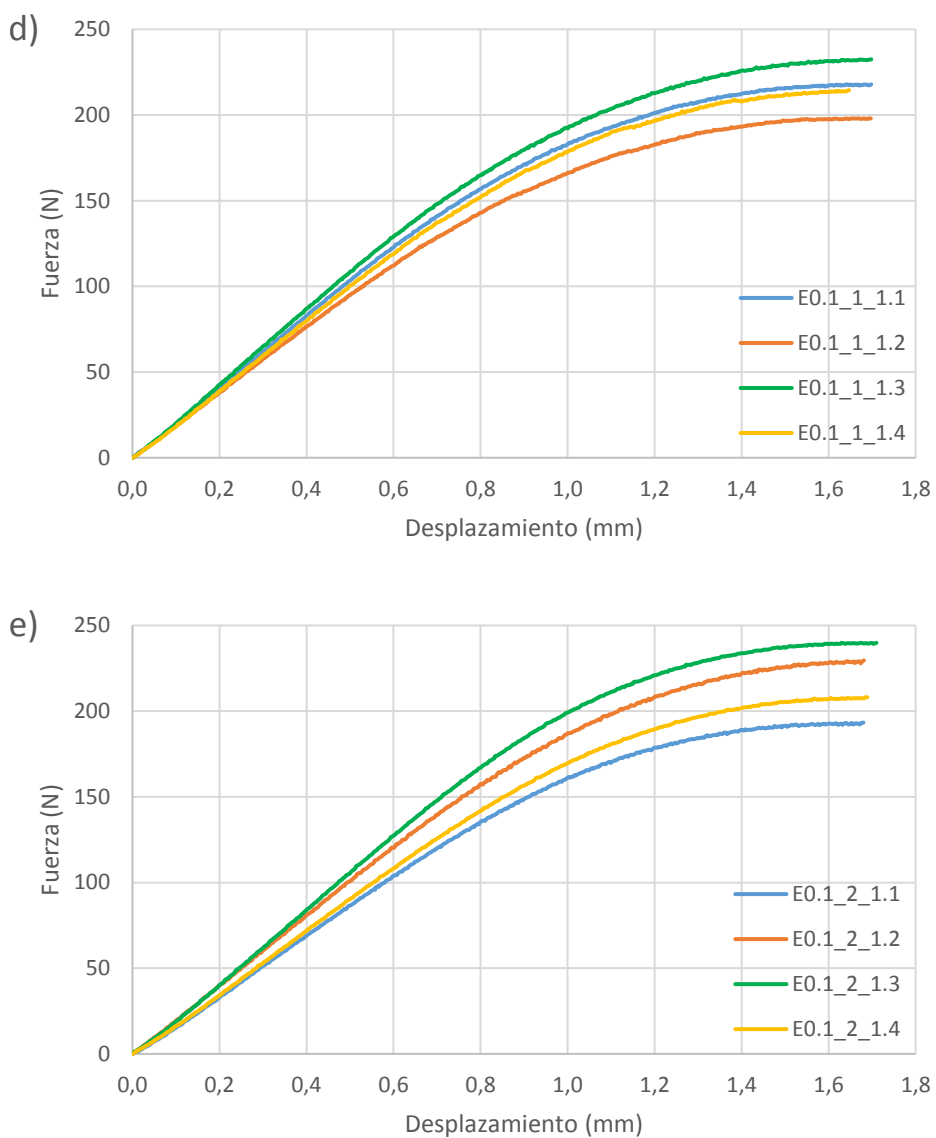


Figura 3.21 (cont.): Resultados experimentales (fuerza-desplazamiento) en Epoxi (0,1 wt.%):
d) $\rho = 1 \text{ mm}$; e) $\rho = 2 \text{ mm}$.

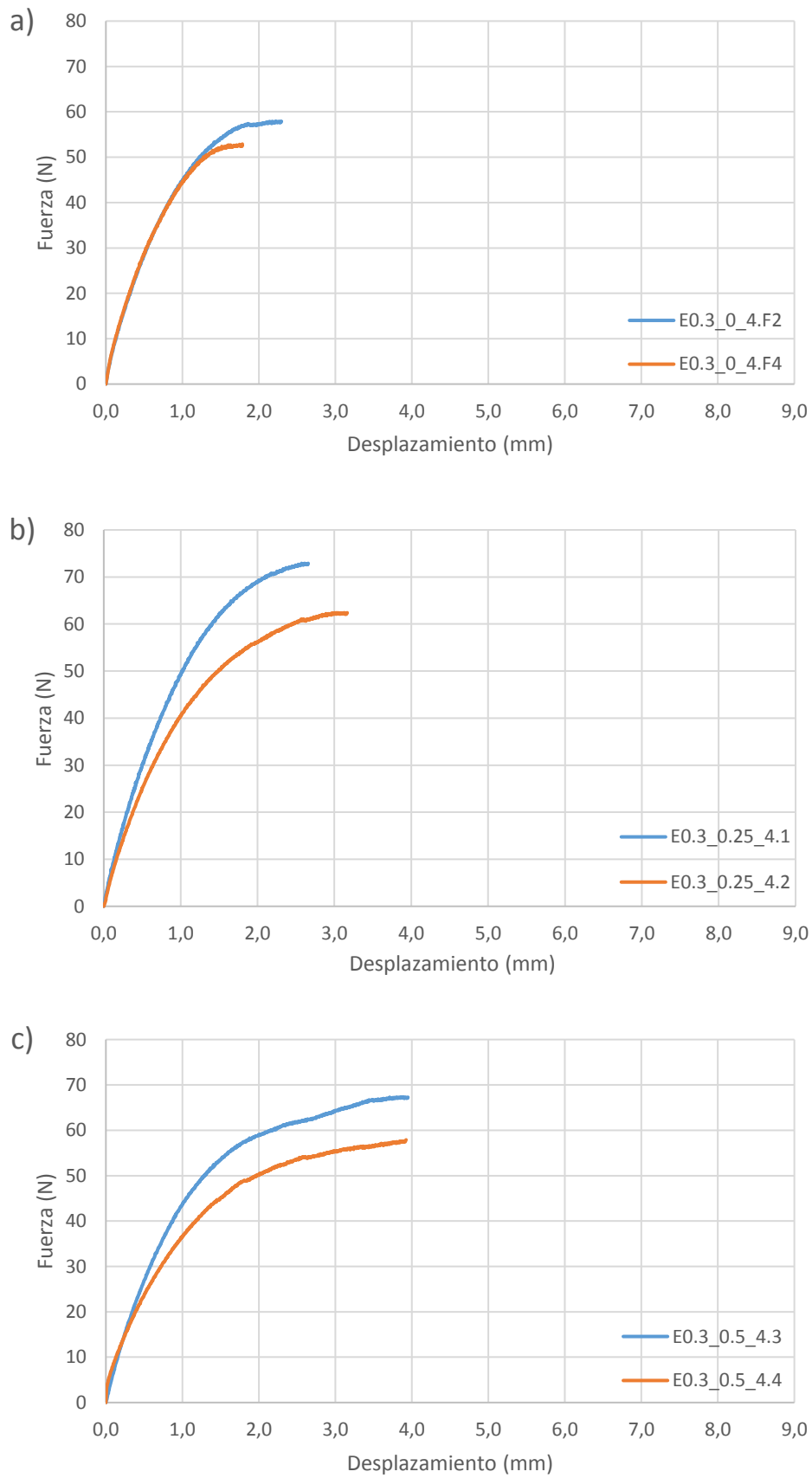


Figura 3.22: Resultados experimentales (fuerza-desplazamiento) en Epoxi (0,3 wt.%): $\rho = 0$ mm (fisura); b) $\rho = 0.25$ mm; c) $\rho = 0.5$ mm.

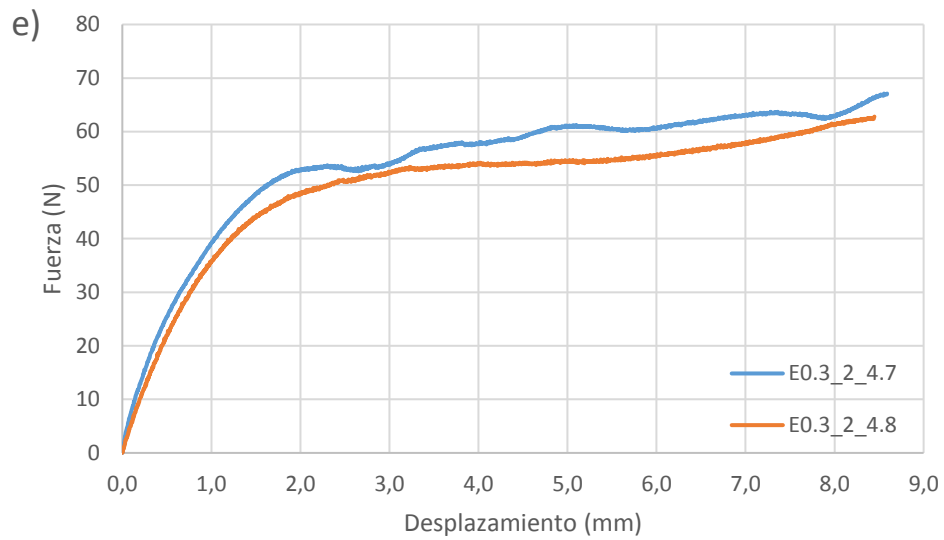
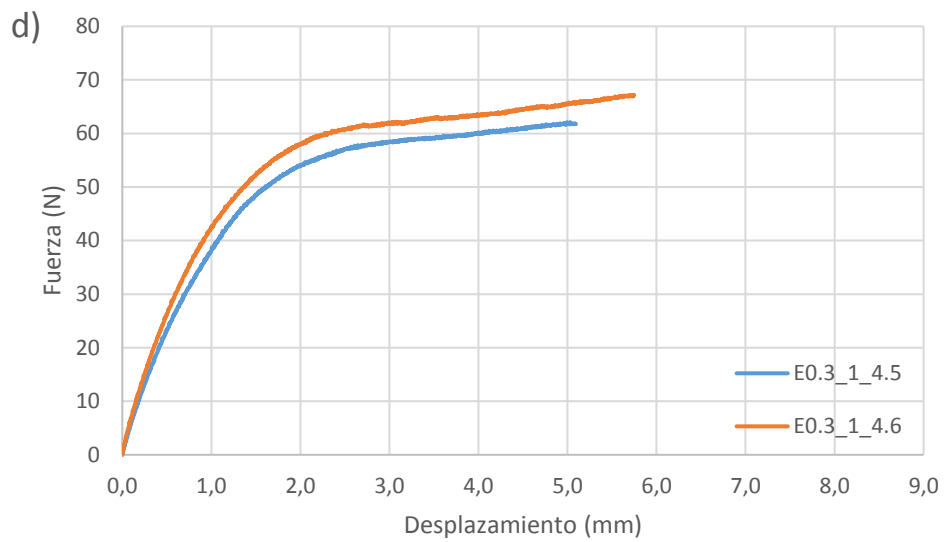


Figura 3.22 (cont.): Resultados experimentales (fuerza-desplazamiento) en Epoxi (0,3 wt.%):
 d) $\rho = 1 \text{ mm}$; e) $\rho = 2 \text{ mm}$.

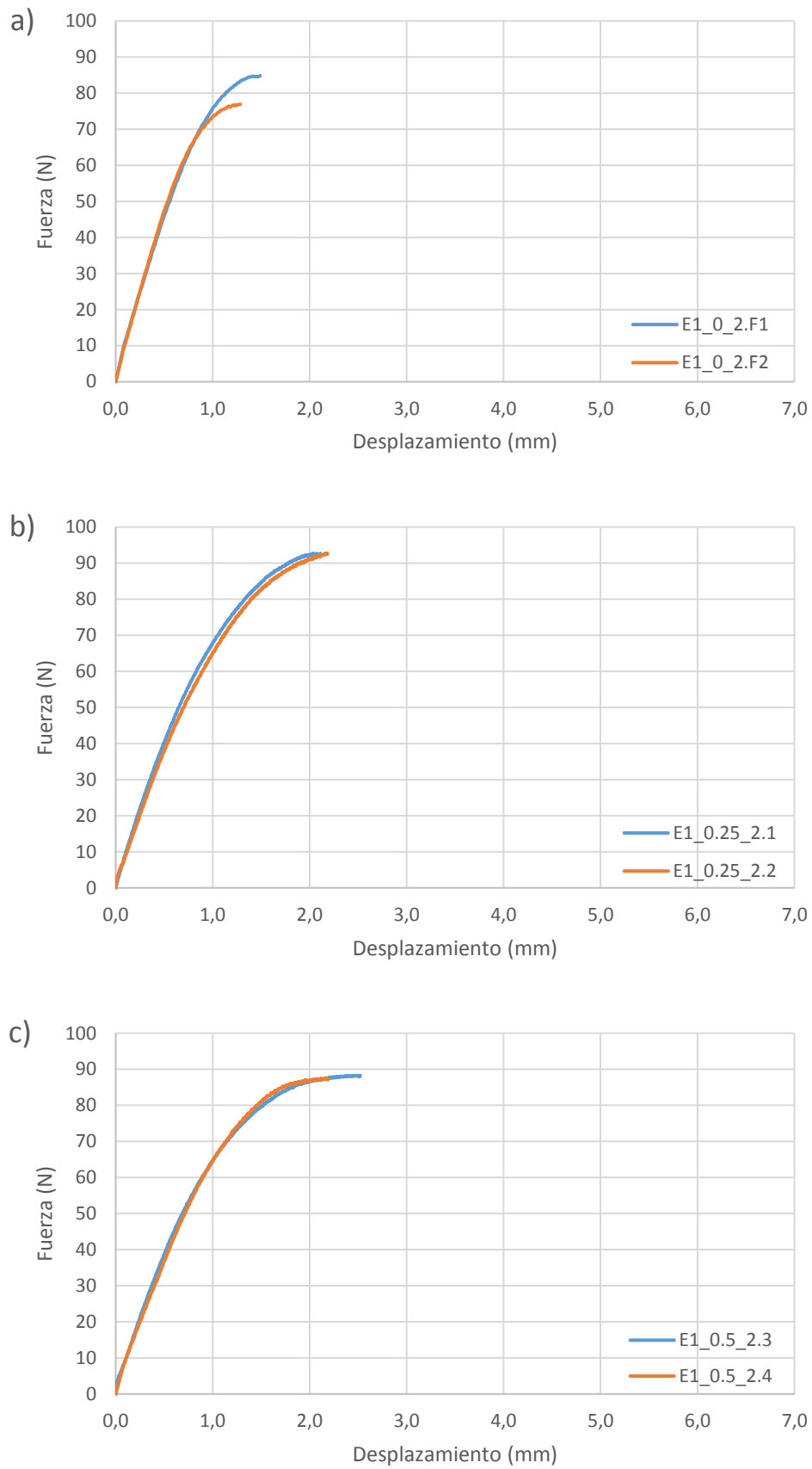


Figura 3.23: Resultados experimentales (fuerza-desplazamiento) en Epoxi (1 wt.%): $\rho = 0$ mm (fisura); b) $\rho = 0.25$ mm; c) $\rho = 0.5$ mm.

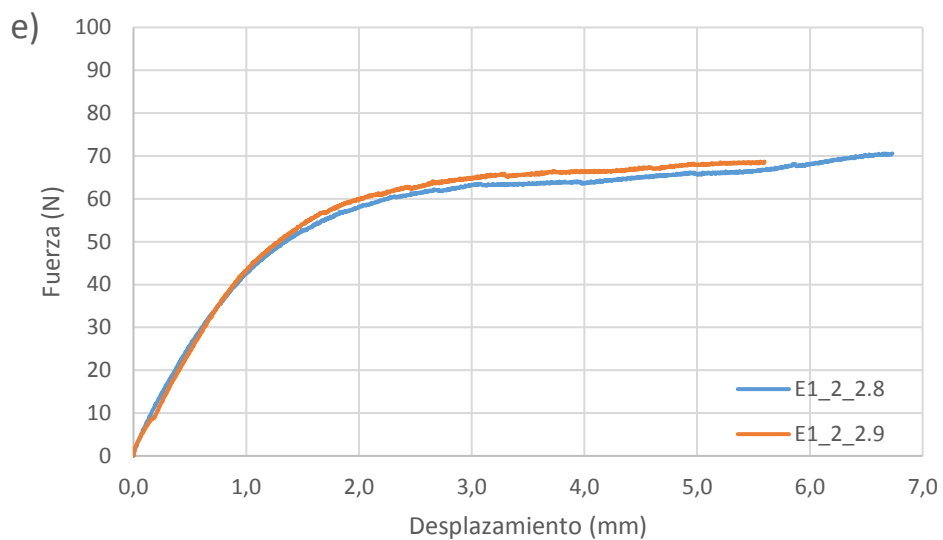
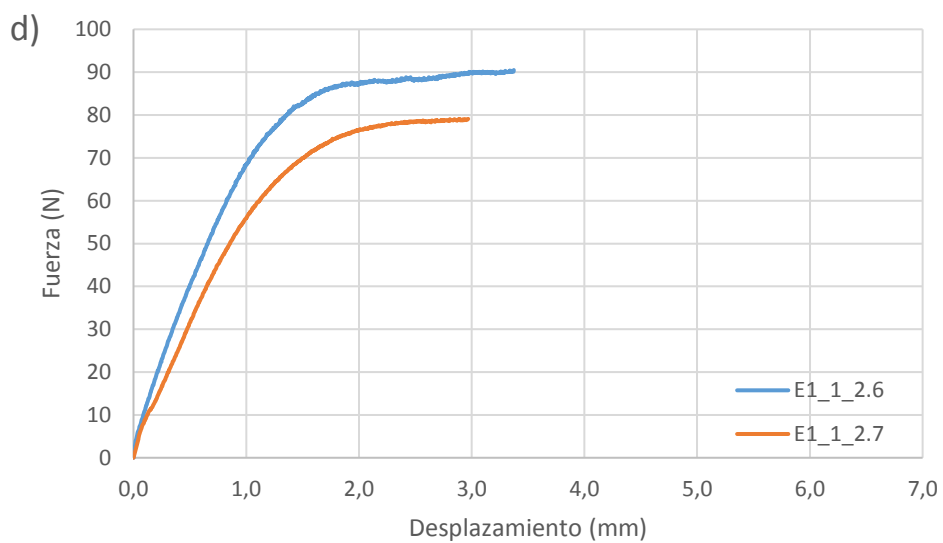


Figura 3.23 (cont.): Resultados experimentales (fuerza-desplazamiento) en Epoxi (1 wt.%):
 d) $\rho = 1 \text{ mm}$; e) $\rho = 2 \text{ mm}$.

3.3.3 Análisis de las superficies de fractura

Una vez terminados los ensayos de flexión en tres puntos, se procedió a analizar las superficies de fractura, centrándonos en los puntos de iniciación. Para ello se ha utilizado un microscopio electrónico de barrido (Scanning Electron Microscopy, SEM) ZEISS modelo EVOMA 15 que se muestra en la Figura 3.24. Para poder analizar las superficies con este microscopio es necesario metalizar primero las superficies de fractura, en nuestro caso este metalizado se realizó con oro y un ejemplo del resultado de las probetas se muestra en la Figura 3.25.

El análisis de la información obtenida se encuentra en el próximo capítulo.



Figura 3.24: Microscopio electrónico de barrido (SEM) ZEISS EVO MA15.

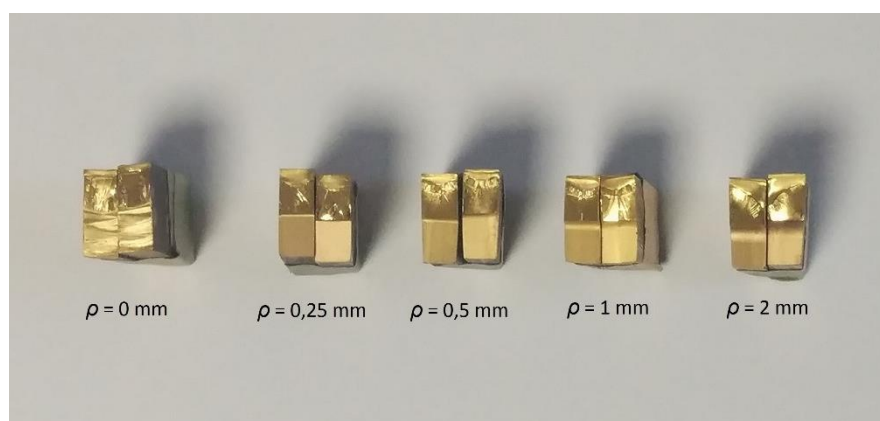


Figura 3.25: Probetas metalizadas Epoxi+1%MWNT.

CAPÍTULO 4: ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 INTRODUCCIÓN

Tras haber explicado en el capítulo 2 los aspectos teóricos necesarios para el análisis de los resultados que se han presentado en el capítulo 3, en el presente capítulo se va a proceder a analizar dichos resultados con las metodologías explicadas.

Lo primero que se pretende analizar es la evolución de la tenacidad a fractura, tanto al variar el contenido de refuerzo como al cambiar el radio de entalla. A continuación, se buscará la relación de esa evolución con los cambios microestructurales de fractura que haya podido sufrir el material ensayado.

Otro de los aspectos a analizar es la capacidad predictiva de la TDC para la estimación de la tenacidad aparente a fractura y las cargas de rotura.

4.2 APLICACIÓN DE LA TDC EN MATERIALES COMPUESTOS

En este apartado se pretende estudiar el efecto entalla en el epoxi reforzada con nanotubos de carbono variando el contenido de refuerzo, además de validar el uso de la TDC para la predicción del comportamiento a fractura de este material con entallas en U.

4.2.1 Efecto del radio de entalla en la resistencia a fractura.

En el capítulo anterior se ha desarrollado el programa experimental y como a partir de él se han obtenido los diferentes valores de tenacidad a fractura para los diferentes ensayos utilizando la ecuación (3.5) para cada contenido de refuerzo y radio de entalla. En la Figura 4.1 se muestra como varían los valores de J_{mat}^N con el radio de entalla para cada contenido de CNT. Los resultados numéricos de estas gráficas ya se han mostrado anteriormente en las tablas 3.4 a 3.7.

En general, se observa un claro efecto entalla en todos los resultados, ya que al aumentar el radio de entalla aumenta la tenacidad aparente del material. También es posible observar que al aumentar el contenido de refuerzo, los valores de tenacidad obtenidos para las probetas fisuradas (radio 0 mm) aumentan mucho, pasando de valores de 0,35 MPa mm en el epoxi puro a valores de 7 MPa mm, aproximadamente, en las probetas de 1% de CNTs.

Cabe mencionar que en los casos de epoxi puro y epoxi reforzada con un 0,1% de CNT, el efecto entalla se agota a partir del radio de entalla igual a 1 mm. Por otro lado, en los otros dos contenidos de refuerzo eso no ocurre, lo cual a la hora de realizar la predicción de J_{mat}^N con las metodologías de la TDC se volverá a mencionar.

En cuanto a la dispersión de los resultados, se puede decir que es mayor en los casos de mayor contenido de refuerzo, aunque esto puede estar influenciado por el hecho de que se hayan podido obtener menos valores experimentales que en los casos de menor contenido de refuerzo. Además se puede observar que en las probetas de radio de entalla igual a 1 mm la dispersión es mayor en casi todos los casos.

Gracias a varias observaciones experimentales [5,29], se ha podido deducir que existe un radio de entalla por debajo del cual el efecto entalla no se produce. En el caso que nos ocupa, el radio de entalla más pequeño es de 0,25 mm, y sí se han obtenido valores de J_{mat}^N superiores a los casos de probetas fisuradas, por lo que se puede deducir, que dicho radio por debajo del cual no ocurre el efecto entalla, se encuentra por debajo de los 0,25 mm en estos materiales.

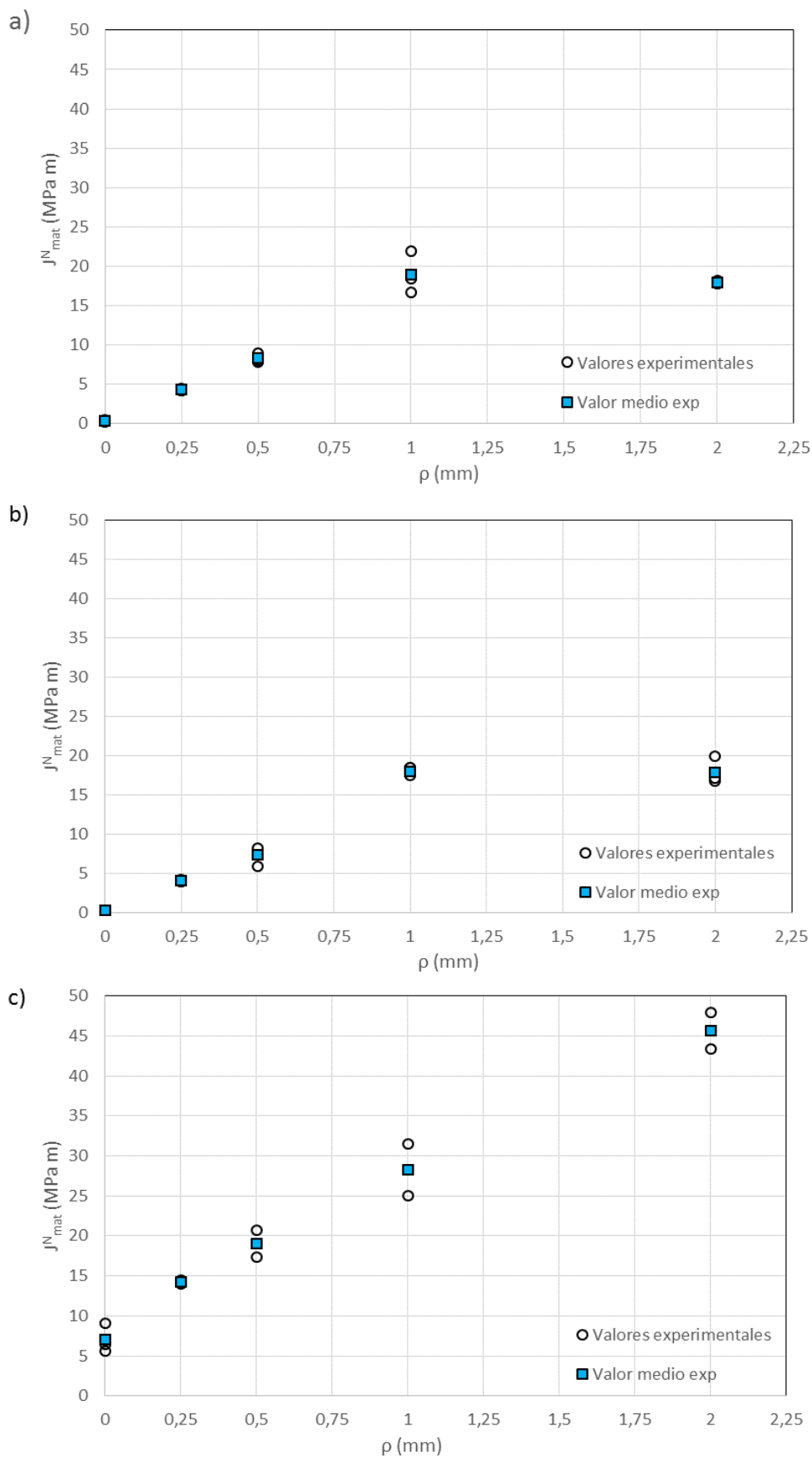


Figura 4.1: Resultados de J^N_{mat} obtenidos en epoxy+MWNT:
 a) Epoxi (0 wt.); b) 0.1 wt.; c) 0.3 wt.%.
 a) Epoxi (0 wt.); b) 0.1 wt.%; c) 0.3 wt.%.

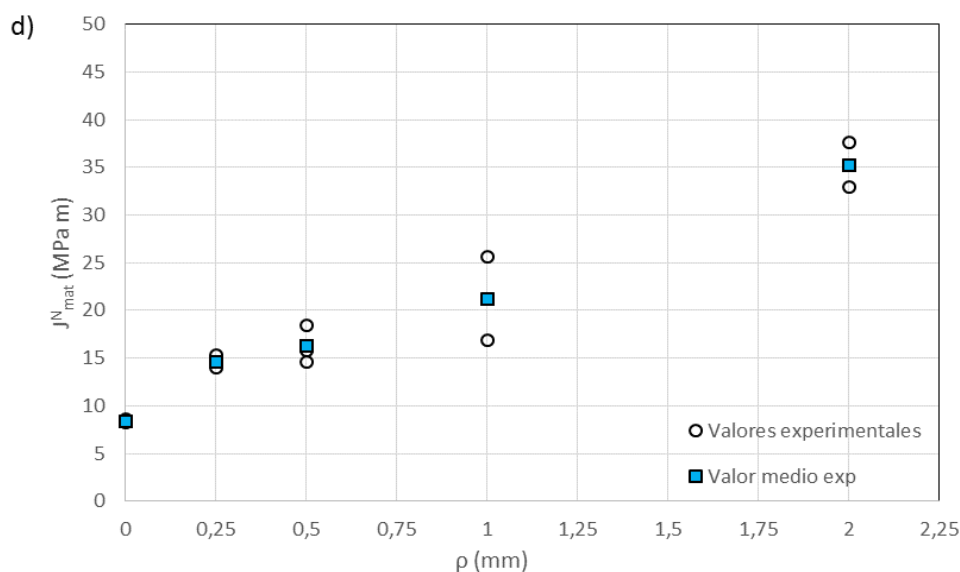


Figura 4.1 (cont.): Resultados de J_{mat}^N obtenidos en epoxi+MWNT: d) 1 wt.%.

4.2.2 Predicción de la tenacidad aparente mediante TDC

Una vez que hemos comprobado la existencia del efecto entalla en el material que se está estudiando en este trabajo, el siguiente paso es la aplicación de la Teoría de las Distancias Críticas para predecir la tenacidad aparente del material.

En este trabajo se han utilizado dos aproximaciones, la del Método del Punto (PM) y la del Método de la Línea (LM) dando resultados bastante similares.

Con los resultados obtenidos de los ensayos de tracción el primer cálculo que es posible realizar es el de la distancia crítica L . Ya que en este trabajo se realizan los cálculos con valores de J se ha utilizado la ecuación 2.56 combinada con la siguiente expresión (ecuación 4.1), para obtener la ecuación de L en función de J_{mat} (ecuación 4.2).

$$K_{mat} = \sqrt{J_{mat} \cdot E} \tag{4.1}$$

$$L = \frac{1}{\pi} \frac{E}{\sigma_0^2} J_{mat} \tag{4.2}$$

Donde la resistencia inherente (σ_0), se considera igual a la tensión de rotura (σ_u), esta consideración da resultados aceptables en materiales frágiles, en el caso en el que nos encontramos el resultado que obtenemos no va a ser bueno, ya que al no contar con un material frágil el valor de la tensión inherente necesita calibración.

Tras conocer el valor de la distancia crítica, calculada con los valores experimentales para cada radio de entalla, pasamos a aplicar la aproximación del PM y del LM utilizando las ecuaciones 2.63 y 2.64 respectivamente, de nuevo combinadas con la ecuación 4.1 para realizar los cálculos en función de J_{mat} . Por lo tanto, las ecuaciones utilizadas son las siguientes:

$$J_{mat}^N = J_{mat} \left(\frac{\left(1 + \frac{\rho}{L}\right)^{\frac{3}{2}}}{\left(1 + \frac{2\rho}{L}\right)} \right)^2 \tag{4.3}$$

$$J_{mat}^N = J_{mat} \left(1 + \frac{\rho}{4L}\right) \tag{4.4}$$

En las gráficas de la siguiente figura se muestran los resultados obtenidos. Ya que las predicciones obtenidas con ambos métodos son muy parecidas se muestra solo la obtenida con el LM para observar los resultados con mayor claridad.

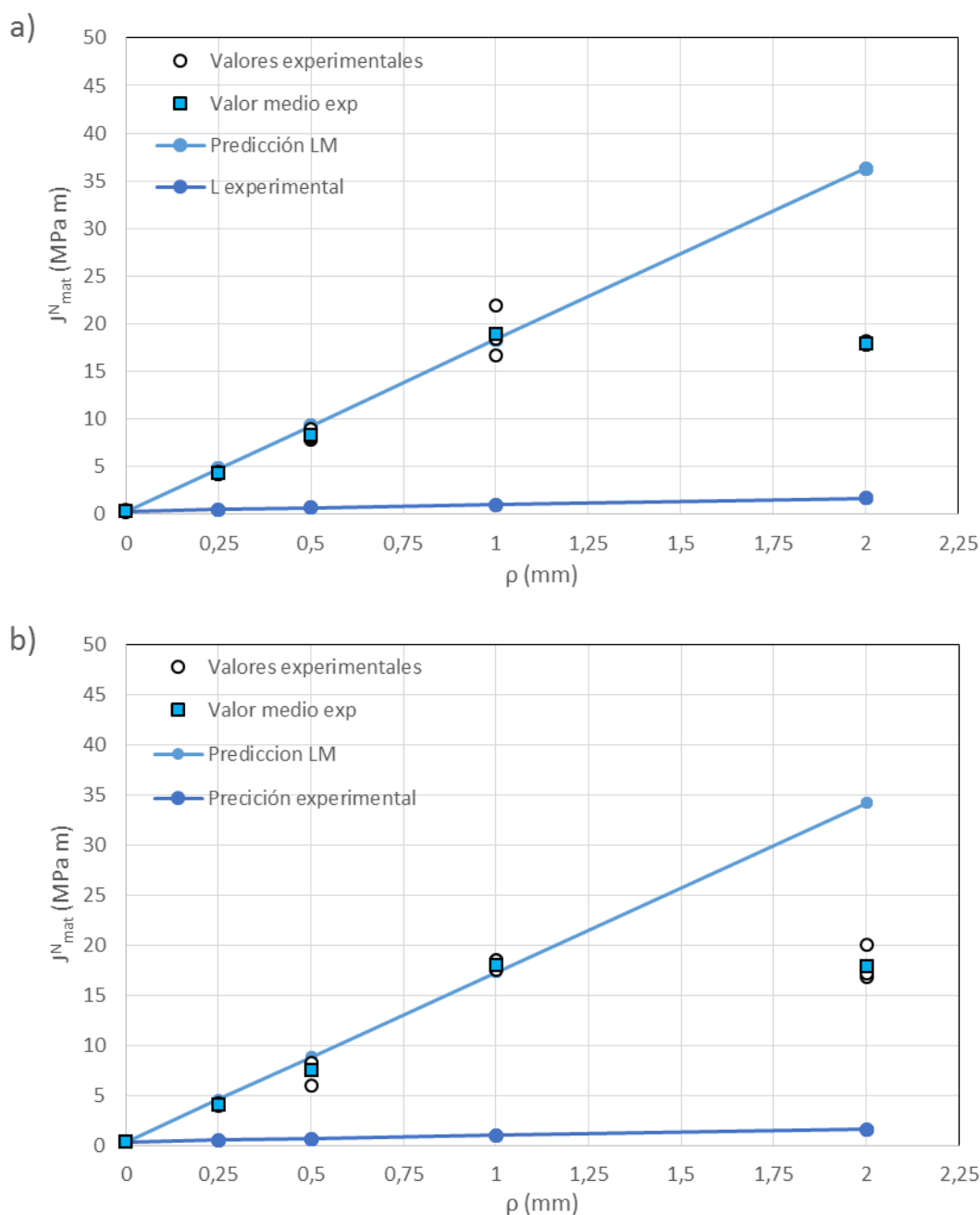


Figura 4.2: Predicción de la tenacidad aparente mediante el LM de la TDC en la resina epoxi nano-reforzada: a) 0 wt.%; b) 0,1 wt. %.

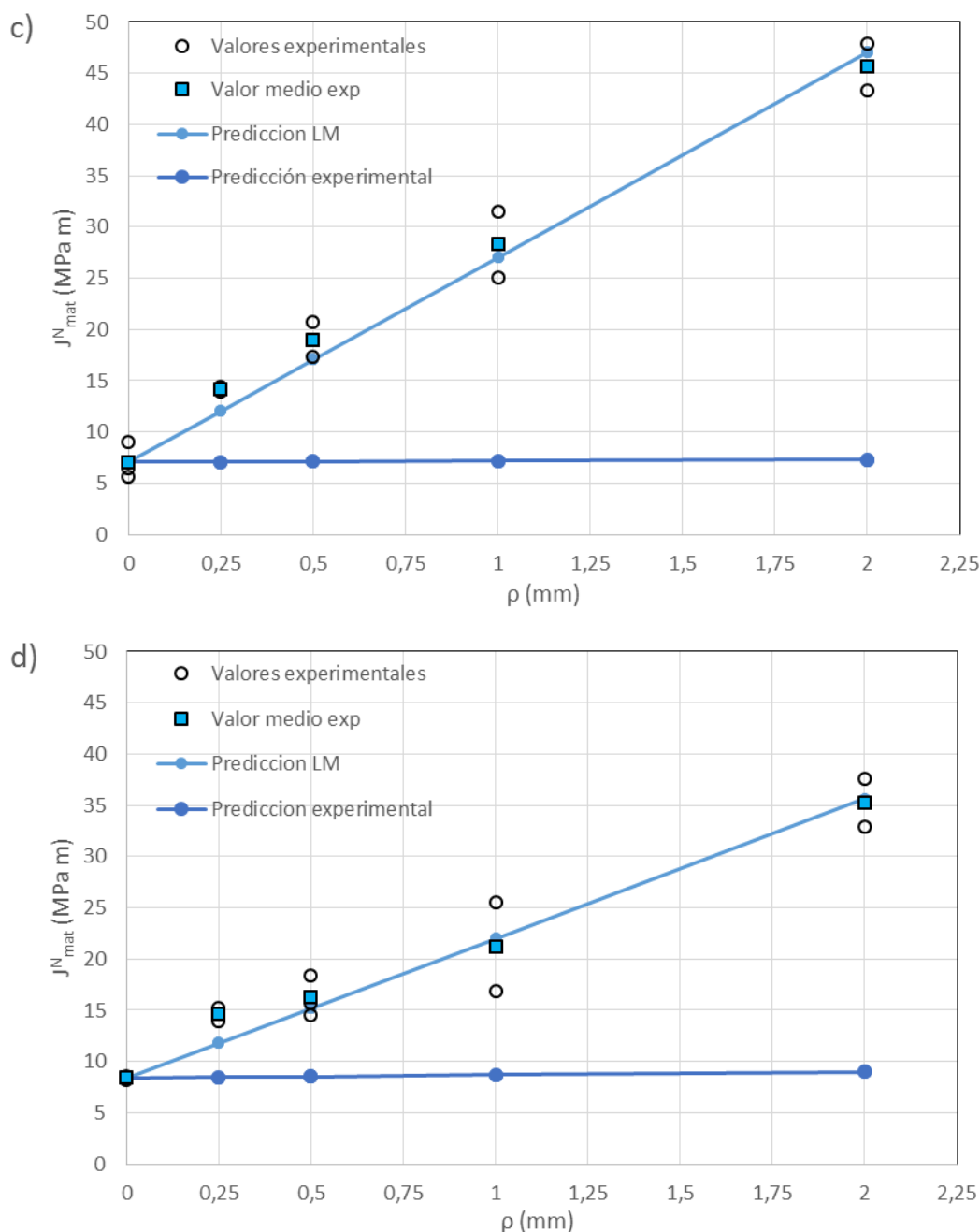


Figura 4.2 (cont.): Predicción de la tenacidad aparente mediante el LM de la TDC en la resina epoxi nano-reforzada: c) 0,3 wt.%; d) 1wt.%.

Gracias a estas gráficas se pueden observar varios resultados.

Lo primero que llama la atención es el resultado obtenido con la L experimental, como ya se mencionó anteriormente para obtener dicha L es necesario utilizar los valores de la tensión de rotura (σ_u) y del módulo elástico (E) obtenidos de ensayos a tracción. Por esa razón es posible, que la predicción experimental no sea la mejor, ya que durante el procedimiento encontramos varios problemas.

Por otro lado, la predicción realizada mediante el Método de la Línea se ajusta bastante a los resultados obtenidos experimentalmente y, aunque no se muestre en las gráficas la predicción con el Método del Punto da resultados casi idénticos.

Otro de los aspectos a mencionar es el hecho mencionado en el apartado anterior en relación al efecto entalla. Como se observa en el caso de la resina epoxi pura y la reforzada con un 0,1% de CNTs, dicho efecto se agota a partir de 1 mm de radio de entalla. Este aspecto en la predicción de la tenacidad aparente puede tenerse en cuenta dando resultados mostrados en la Figura 4.2a y 4.2b. Si no tomásemos en consideración que el efecto entalla se agota las gráficas resultantes serían las siguientes:

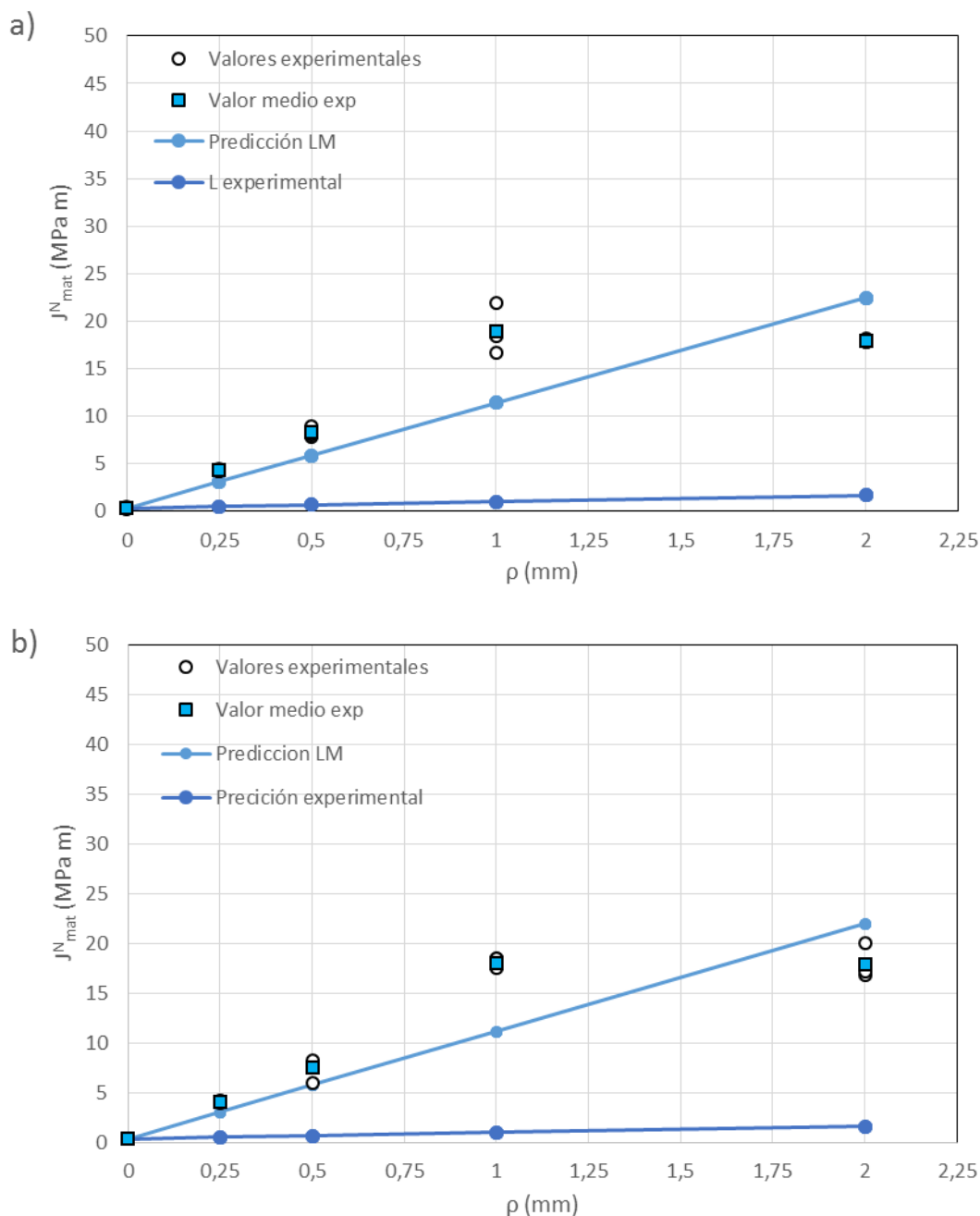


Figura 4.3: Predicción de la tenacidad aparente mediante el LM de la TDC en la resina epoxi nano-reforzada si considerar que se agota el efecto entalla: a) 0 wt.%; b) 0,1 wt.%

De este modo, hasta el radio de entalla igual a 1 mm, los resultados son más conservadores; y para el radio de entalla de 2 mm las predicciones se acercan más a los resultados obtenidos experimentalmente.

4.3 EFECTO DEL CONTENIDO DE NANOTUBOS DE CARBONO EN LA TENACIDAD APARENTE A FRACTURA

En este apartado se estudia la evolución de la tenacidad aparente a fractura en los diferentes radios de entalla analizados al variar el contenido de refuerzo.

En todos los radios de entalla que han sido estudiados en este trabajo ha sido posible demostrar que al aumentar el contenido de refuerzo aumenta la resistencia a fractura del material.

Además, se puede observar que existe un contenido de refuerzo crítico, por debajo del cual el aumento de la tenacidad no es significativo (0,1 wt%). Del mismo modo, se ha encontrado un contenido de refuerzo por encima del cual deja de aumentar la resistencia a fractura del material. Por lo tanto, es posible concluir que el contenido de refuerzo óptimo para el material analizado es de 0,3 wt%.

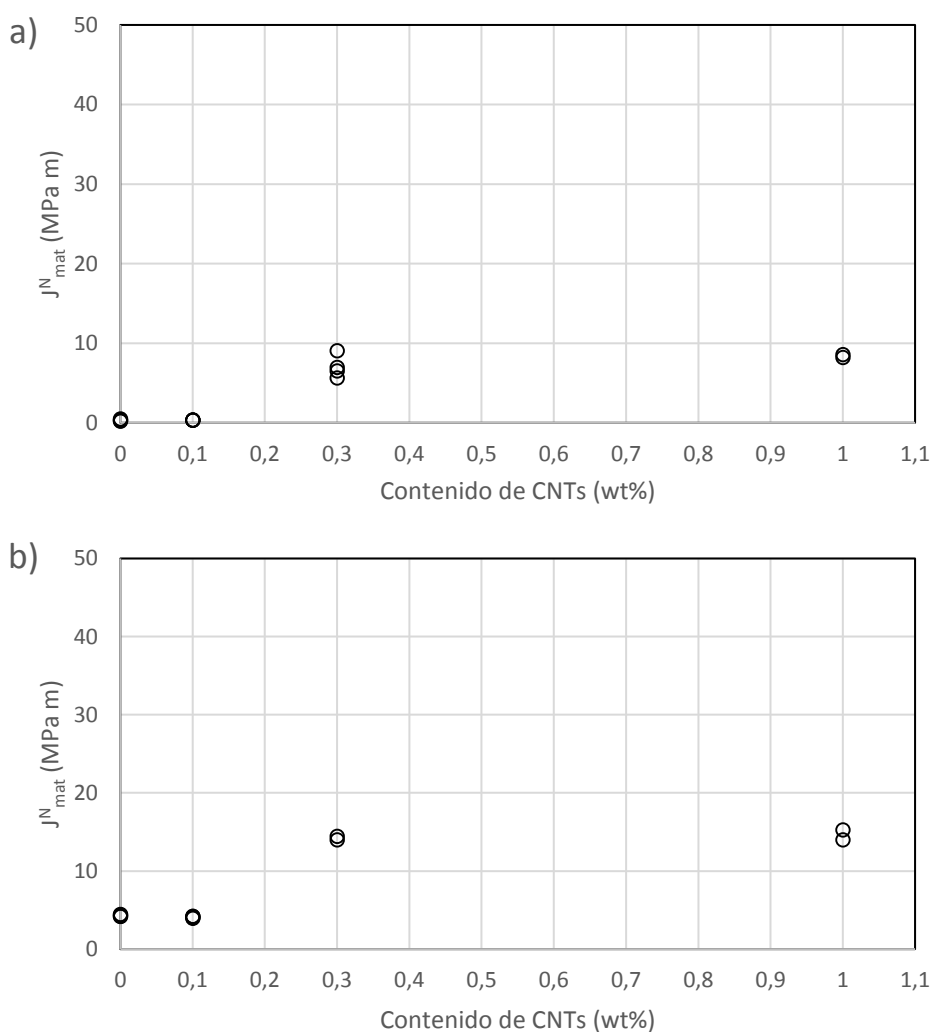


Figura 4.4: Efecto del contenido de refuerzo en la tenacidad aparente a fractura: a) $\rho = 0$ mm; b) $\rho = 0,25$ mm.

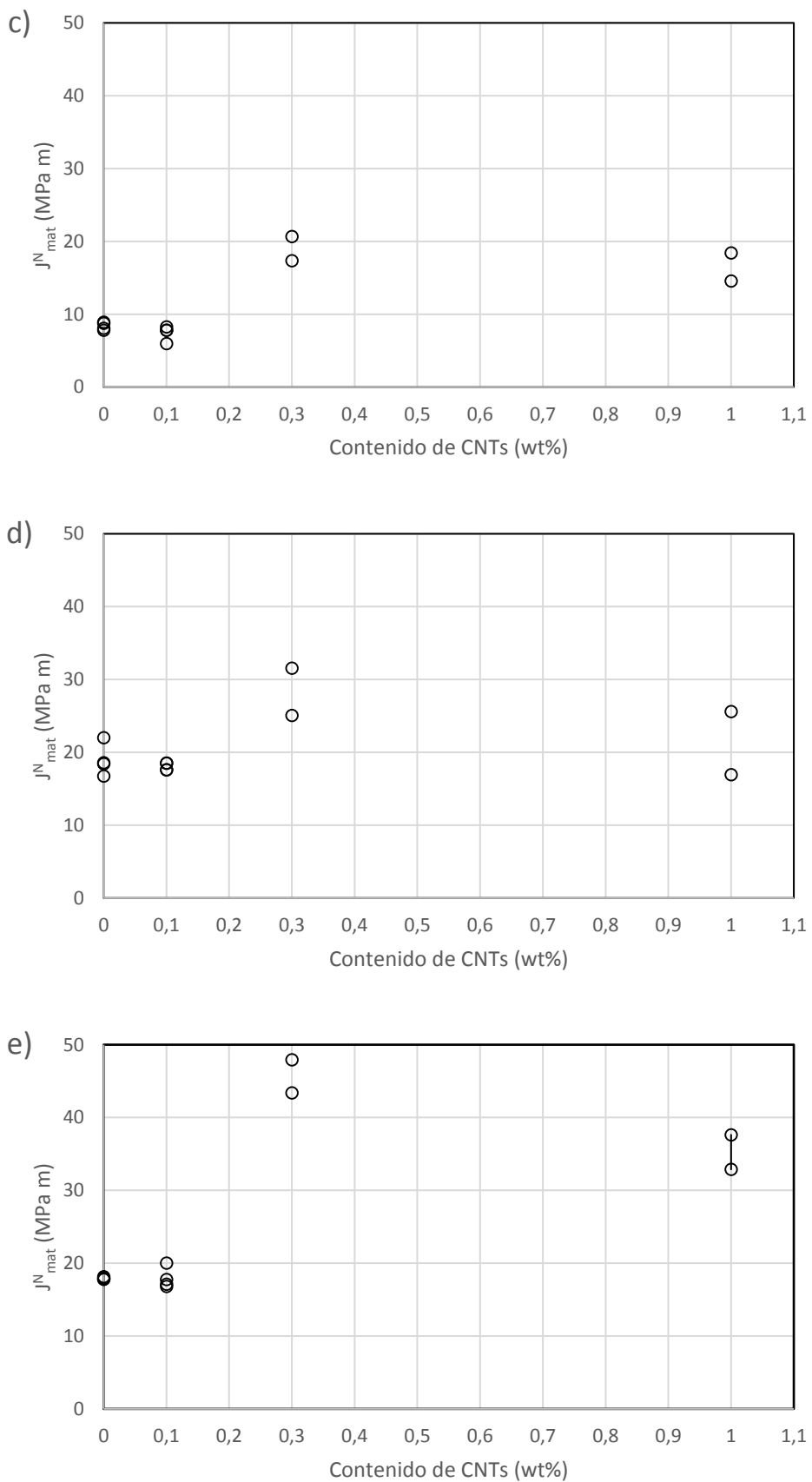


Figura 4.4 (cont.): Efecto del contenido de refuerzo en la tenacidad aparente a fractura: c) $\rho = 0,5$ mm; d) $\rho = 1$ mm; e) $\rho = 2$ mm.

4.4 ANÁLISIS DE LOS MICROMECHANISMOS DE FRACTURA

Como ya se ha mencionado anteriormente, una vez realizados los ensayos de flexión en 3 puntos se procedió a analizar las superficies de fractura realizando un análisis SEM. Para realizar este análisis se decidió tomar imágenes de una probeta por cada combinación de contenido de CNTs y radio de entalla, es decir, se introdujeron 5 muestras de cada contenido de refuerzo en el microscopio, haciendo un total de 20 muestras. Posteriormente, de algunas de las probetas se decidió introducir una pareja para realizar ciertas comprobaciones.

Lo que se pretende observar con este análisis son los cambios producidos en el material, tanto al aumentar el contenido de refuerzo, como al variar el radio de entalla. De este modo, se van a mostrar algunos ejemplos de los cambios observados.

Antes de mostrar lo que ocurre con el material de este trabajo, es necesario explicar algunas de las características comunes que se han encontrado en materiales similares en el pasado.

La apariencia de la fractura de la resina epoxi pura varía mucho con la temperatura. A temperaturas bajas (por debajo de los 50°C) los puntos de iniciación están rodeados de una pequeña región espejo cuyo aspecto, como indica su nombre, es suave y sin marcas distintivas. Alrededor de esa región nos encontramos con una zona caracterizada por una multitud de pequeñas marcas geométricas habitualmente de forma parabólica. En puntos más alejados del origen las marcas parabólicas se superponen dando lugar a patrones geométricos más complejos [66]. En la siguiente figura se muestra un esquema de las regiones explicadas.

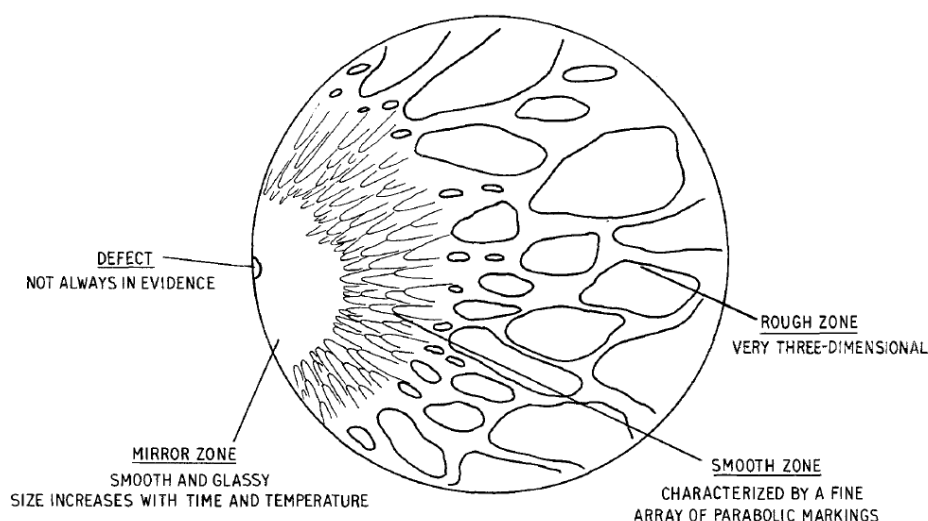


Figura 4.5: Regiones de la superficie de fractura en la resina epoxi pura [66]

Además, estas tres regiones se pueden denominar como la zona de iniciación, zona de crecimiento lento de grieta y zona de crecimiento rápido de grieta respectivamente [67].

A continuación se muestran los resultados en análisis. Primero se va a estudiar la variación de los micromecanismos al aumentar el radio de entalla dentro de un mismo contenido de refuerzo. Después se deja fijado el radio de entalla y se observarán los cambios al variar el contenido de CNTs.

El primer detalle que se tuvo en cuenta a la hora de realizar este análisis fue escoger las probetas que tenían valores medios de tenacidad aparente a fractura.

En primer lugar, se observó que entre las probetas de epoxi puro y las reforzadas con 0,1% de nanotubos existían pocas diferencias, siguiendo ambos casos, el esquema habitual, explicado anteriormente, compuesto por tres zonas: zona de iniciación, zona de crecimiento lento y zona de crecimiento rápido.

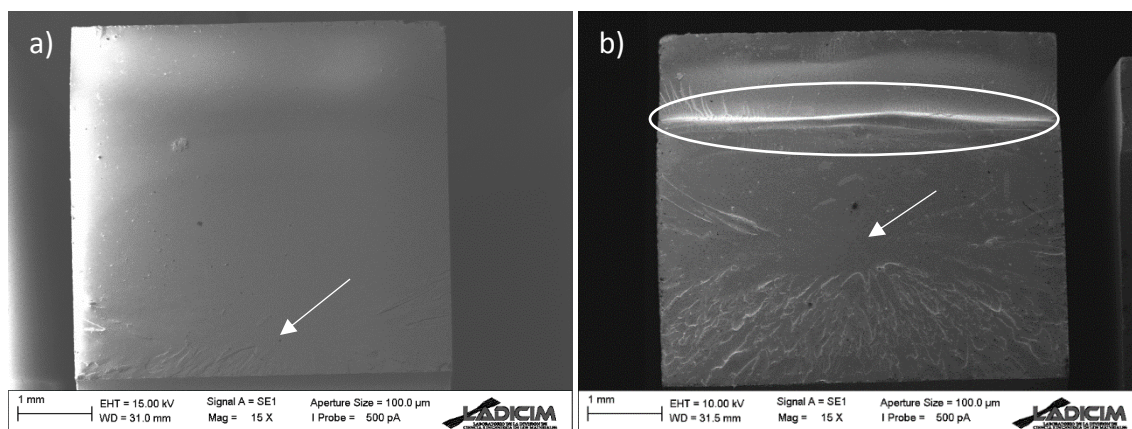


Figura 4.6: Fractografía de probetas de epoxi puro; a) radio de entalla $\rho = 0,25$ mm ; b) radio de entalla $\rho = 1$ mm.

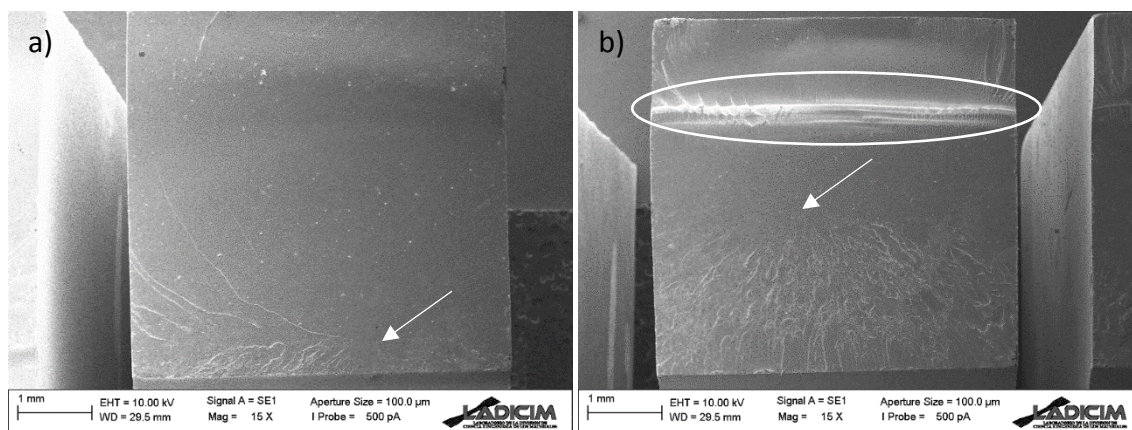


Figura 4.7: Fractografía de probetas de epoxi reforzada con 0,1 wt%; a) radio de entalla $\rho = 0,25$ mm ; b) radio de entalla $\rho = 1$ mm.

Se puede observar que en las probetas con un radio de entalla bajo ($\rho = 0,25$ mm) la superficie de rotura es más lisa que en el caso de mayor radio de entalla ($\rho = 1$ mm). Además, en los primeros casos (Figuras 4.6a y 4.7a) los puntos de iniciación se encuentran cercanos al frente de entalla y en los segundos (Figuras 4.6b y 4.7b) la iniciación ocurre en la zona central de la probeta. Al aumentar el radio encontramos otra diferencia, y que a partir del radio de entalla $\rho = 0,5$ mm aparece una marca horizontal en todas las probetas provocada por el final de la propagación.

Por otro lado, al acercarnos a los puntos de iniciación en las probetas mostradas en la Figura 4.6 se puede ver que en las de menor radio se encuentra un solo punto de iniciación con forma de “nudo” y en el caso de un radio de entalla mayor se observan varios puntos de iniciación pero con la misma forma de “nudo”.

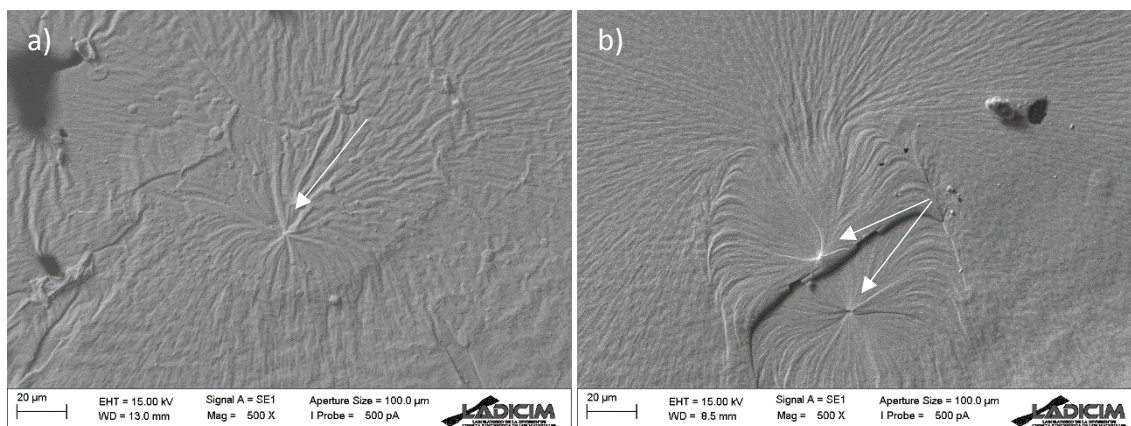


Figura 4.8: Fractografía puntos de iniciación de probetas de epoxi puro; a) radio de entalla $\rho = 0,25$ mm; b) radio de entalla $\rho = 1$ mm.

Al pasar a las probetas de mayor contenido de refuerzo (0,3% y 1%) la fractografía cambia notablemente. Esto puede ser debido a que para poder fabricar estas probetas ha sido necesaria la adición de una pequeña cantidad de disolvente.

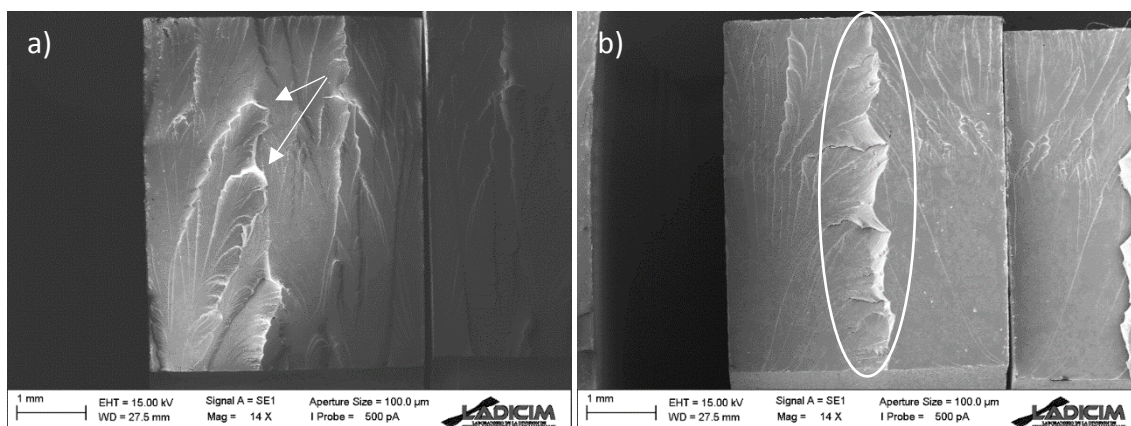


Figura 4.9: Fractografía de probetas de epoxi reforzada con 0,3 wt%; a) radio de entalla $\rho = 0,25$ mm ; b) radio de entalla $\rho = 1$ mm

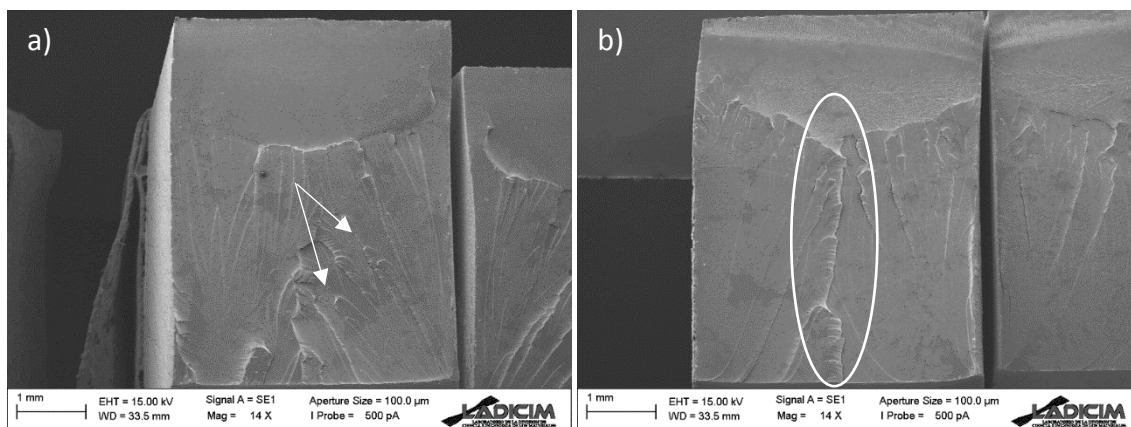


Figura 4.10: Fractografía de probetas de epoxi reforzada con 1 wt%; a) radio de entalla $\rho = 0,25$ mm ;
b) radio de entalla $\rho = 1$ mm

Estas probetas (0,3 wt% y 1wt%), respecto a las probetas de menor contenido de refuerzo, son más rugosas y no muestran las tres zonas típicas de propagación. Si comparamos las probetas de radio $\rho = 0,25$ mm que tienen la misma tenacidad aparente a fractura (aproximadamente 14 MPa m) se puede ver que los micromecanismos son muy similares, estando más desarrollados en el primer caso. Respecto a las probetas con radio $\rho = 1$ mm ambas muestran una línea de fractura central que en el primer caso vuelve a estar más marcada.

CAPÍTULO 5: CONCLUSIONES

5.1 INTRODUCCIÓN

En el presente Trabajo Fin de Máster se ha analizado el efecto entalla en la resina epoxi reforzada con nanotubos de carbono. Además, se ha estudiado la aplicabilidad de la Teoría de las Distancias Críticas (TDC) para predecir la tenacidad aparente a fractura de ese mismo material. Ambos aspectos han sido validados previamente en diferentes familias de materiales. Por lo tanto, con este trabajo se pretende aumentar el rango de validez de las metodologías aplicadas y comprobar la existencia del efecto entalla en un material distinto, con importantes aplicaciones resistentes. Por último, se ha observado la evolución de los micromecanismos de fractura en relación a los resultados de tenacidad aparente obtenidos.

Para llevar a cabo este trabajo se ha utilizado una resina epoxi reforzada con nanotubos de carbono de pared múltiple, utilizando 4 contenidos de refuerzo, partiendo de la resina epoxi sin refuerzo (epoxi puro) hasta un contenido del 1% de nanotubos de carbono. Para realizar el estudio del efecto entalla se utilizaron 5 radios de entalla, desde 0 mm (fisura) hasta 2 mm.

Con la misma estructura que se ha seguido a lo largo de todo el trabajo se procede a continuación, a enunciar las principales conclusiones de cada apartado.

5.2 EFECTO ENTALLA

Los defectos que ocasionan, o pueden ocasionar los fallos no siempre son afilados; en muchas ocasiones dichos defectos están enromados y, entonces, considerar su comportamiento como el de una fisura da lugar a análisis y cálculos muy conservadores por la existencia del efecto entalla. Este efecto consiste en el aumento de la capacidad resistente del material al encontrarse entallado en vez de fisurado.

Para demostrar la existencia del efecto entalla en el material elegido se han obtenido valores de tenacidad aparente a fractura para los distintos radios de entalla mencionados. Con los resultados obtenidos, es posible concluir que dicho efecto sí se produce en este material, siendo bastante notable en todos los contenidos de refuerzo. En las siguientes gráficas (Figura 5.1) se muestra la evolución de la tenacidad aparente a fractura con el radio de entalla, observándose el citado efecto entalla, al cual se puede añadir algún matiz.

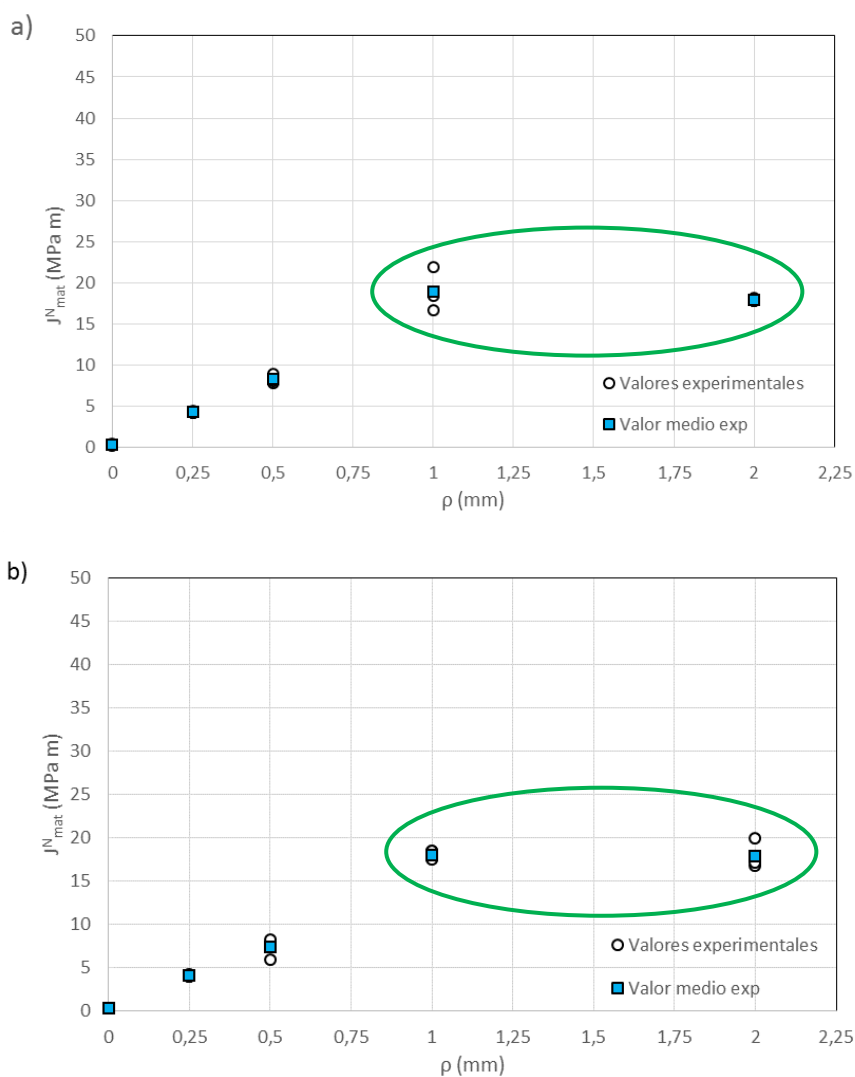


Figura 5.1: Evolución de la tenacidad a fractura con el radio de entalla para los distintos contenidos de refuerzo: a) 0 wt%; b) 0,1 wt%.

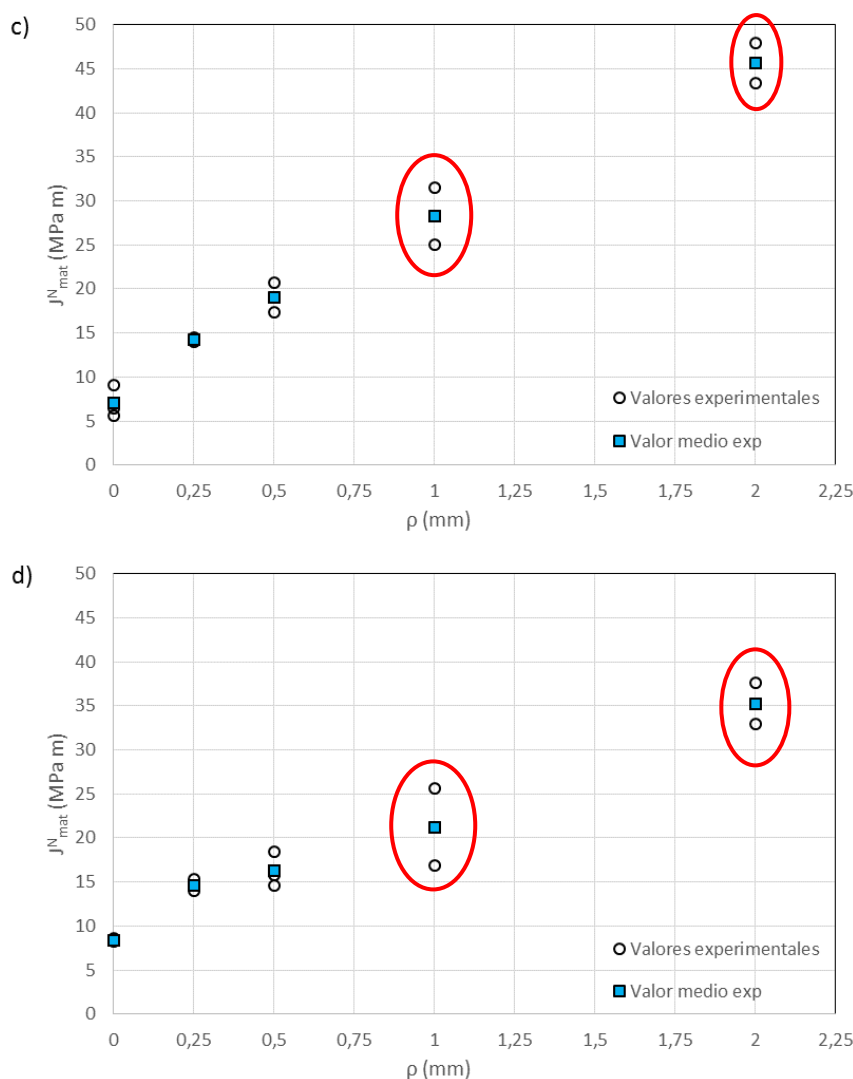


Figura 5.1 (cont.): Evolución de la tenacidad a fractura con el radio de entalla para los distintos contenidos de refuerzo: c) 0,3 wt%; d) 1 wt%.

En primer lugar, en las figuras 5.1a y 5.1b se percibe cómo el efecto entalla se agota a partir del radio $\rho = 1$, aspecto que no ocurre para contenidos de refuerzo superiores. Por otro lado, estas gráficas nos permiten ver que la dispersión de los resultados es mayor para los radios de entalla y los contenidos de refuerzo más altos.

Por último, se puede concluir, que en el caso que nos ocupa el radio crítico por debajo del cual no se produce efecto entalla, en caso de existir, estaría por debajo de 0,25 mm.

5.3 EFECTO DEL CONTENIDO DE CNTS

En todos los radios de entalla que han sido estudiados en este trabajo ha sido posible demostrar que al aumentar el contenido de refuerzo aumenta la resistencia a fractura del material. Además, se puede observar que existe un contenido de refuerzo por debajo del cual el aumento de la tenacidad no es significativo (0,1 wt%). De igual modo, se ha encontrado un contenido de refuerzo por encima del cual deja de aumentar la resistencia a fractura del material. Por lo tanto, es posible concluir que el contenido de refuerzo óptimo para el material analizado es de 0,3 wt%.

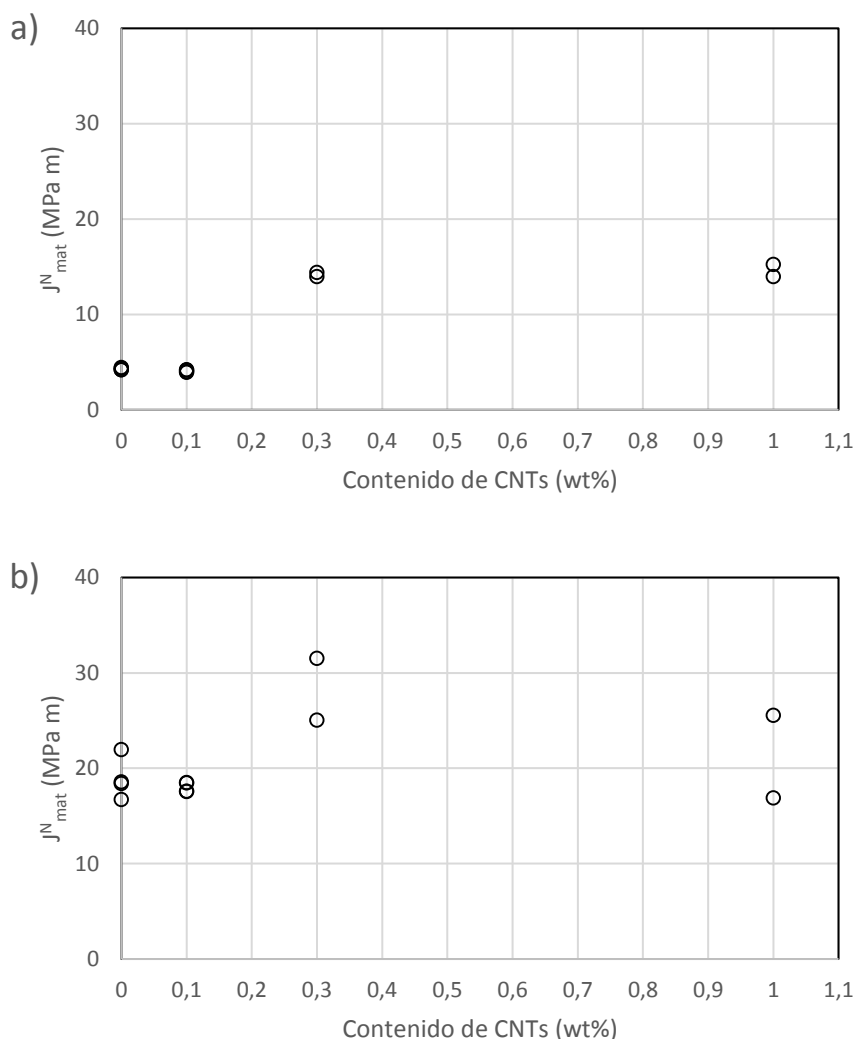


Figura 5.2: Relación de la tenacidad a fractura respecto al contenido de CNTs para un radio de entalla bajo y otro alto: a) $\rho = 0,25$ mm; b) $\rho = 1$ mm.

5.4 TEORÍA DE LAS DISTANCIAS CRÍTICAS

Una vez que se ha comprobado tanto el efecto entalla, como el efecto que produce el aumento del contenido de refuerzo se procede a validar las metodologías utilizadas de la TDC. Las metodologías elegidas en este trabajo son el Método del Punto (PM) y el Método de la Línea (LM).

Las predicciones obtenidas con ambos métodos dan lugar a buenos resultados, casi idénticos entre sí. Es necesario mencionar que para los casos de bajo contenido de refuerzo, al no aumentar la tenacidad a fractura a partir del radio de entalla $\rho = 1$ se han omitido los resultados del radio $\rho = 2$ mm para hacer la predicción. Si se realizase la predicción con todos los valores el resultado sería más conservador.

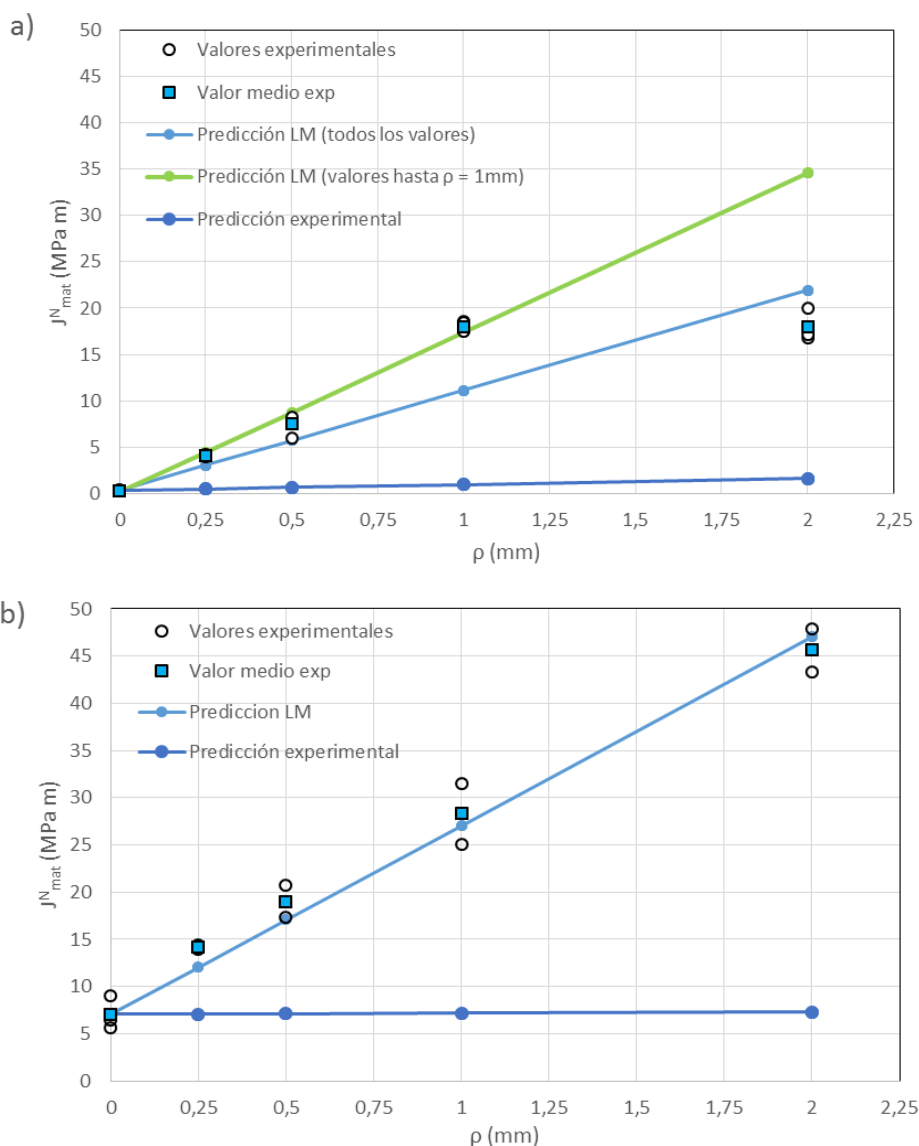


Figura 5.3: Predicciones de la TDC (LM) sobre el efecto entalla en epoxi reforzada con nanotubos de carbono.

5.5 EVOLUCIÓN DE LOS MICROMECHANISMOS DE FRACTURA

Mediante el uso del microscopio electrónico de barrido (SEM) se han podido estudiar las fractografías de varias probetas ensayadas. Con este análisis se ha podido demostrar que existen cambios en los micromecanismos de fractura a medida que aumenta el radio de entalla y/o el contenido de refuerzo. Además, se han podido obtener algunas conclusiones en cuanto a los micromecanismos de fractura de los diferentes tipos de fabricación de probetas.

En primer lugar, lo primero que se observó fue que entre las probetas de epoxi puro y las reforzadas con 0,1% de nanotubos había pocas diferencias, siguiendo ambos casos, el esquema habitual compuesto por tres zonas: zona de iniciación, zona de crecimiento lento y zona de crecimiento rápido.

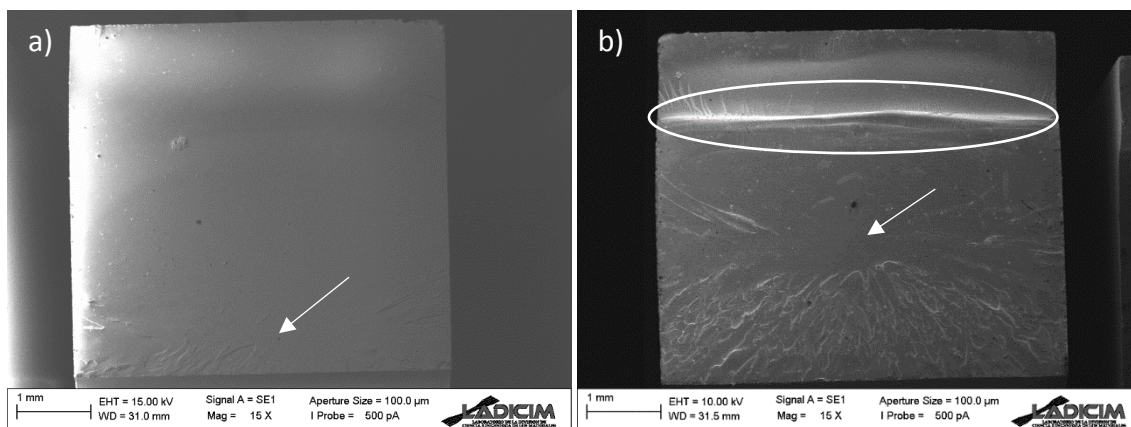


Figura 5.4: Fractografía de probetas de epoxi puro; a) radio de entalla $\rho = 0,25$ mm ; b) radio de entalla $\rho = 1$ mm.

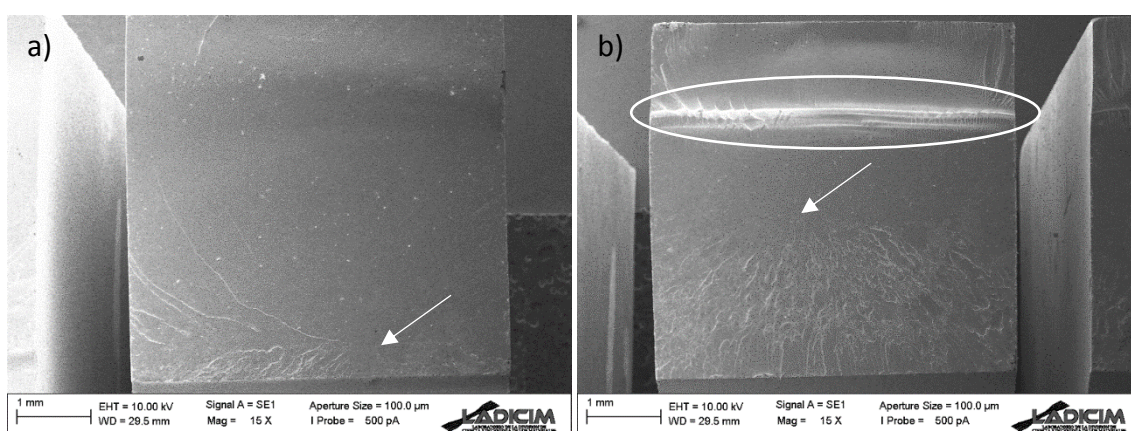


Figura 5.5: Fractografía de probetas de epoxi reforzada con 0,1 wt%; a) radio de entalla $\rho = 0,25$ mm ; b) radio de entalla $\rho = 1$ mm.

Se puede observar que en las probetas con un radio de entalla bajo ($\rho = 0,25$ mm) la superficie de rotura es más lisa que en el caso de mayor radio de entalla ($\rho = 1$ mm). Además, en los primeros casos (Figuras 5.4a y 5.5a) los puntos de iniciación se encuentran cercanos al frente de entalla y en los segundos (Figuras 5.4b y 5.5b) la iniciación ocurre en la zona central de la probeta. Al aumentar el radio encontramos otra diferencia, y que a partir del radio de entalla $\rho = 0,5$ mm aparece una marca horizontal en todas las probetas provocada por el final de la propagación.

Al pasar a las probetas de mayor contenido de refuerzo (0,3% y 1%) la fractografía cambia notablemente. Esto puede ser debido a que para poder fabricar estas probetas ha sido necesaria la adición de una pequeña cantidad de disolvente.

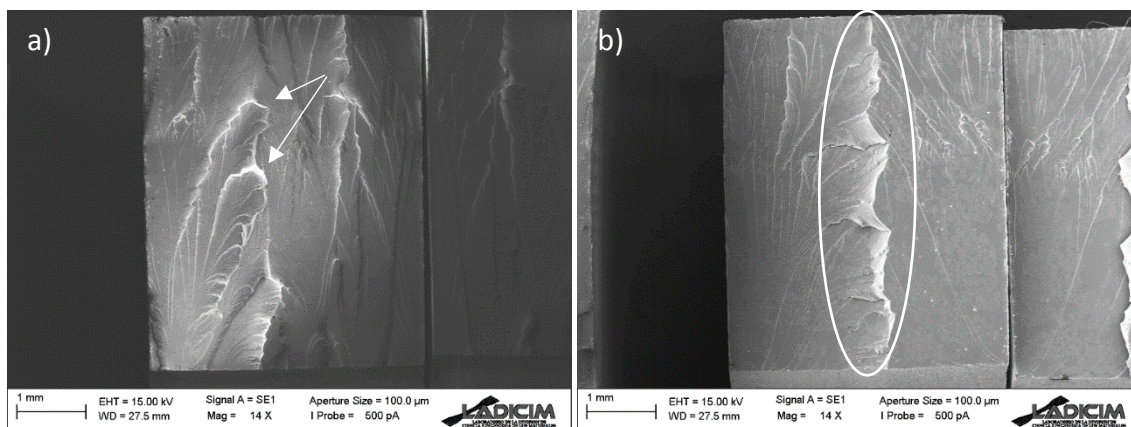


Figura 5.6: Fractografía de probetas de epoxi reforzada con 0,3 wt%; a) radio de entalla $\rho = 0,25$ mm ; b) radio de entalla $\rho = 1$ mm

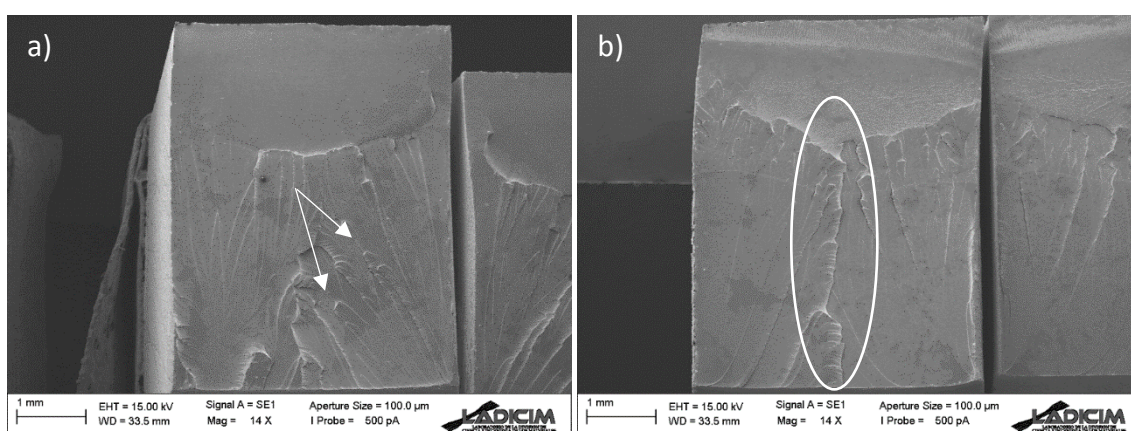


Figura 5.7: Fractografía de probetas de epoxi reforzada con 1 wt%; a) radio de entalla $\rho = 0,25$ mm ; b) radio de entalla $\rho = 1$ mm

Estas probetas (0,3 wt% y 1wt%), respecto a las probetas de menor contenido de refuerzo, son más rugosas y no muestran las 3 zonas típicas de propagación. Si comparamos las probetas de radio $\rho = 0,25$ mm que tienen la misma tenacidad aparente a fractura (aproximadamente 14 MPa m) se puede ver que los micromecanismos son muy similares, estando más desarrollados en el primer caso. Respecto a las probetas con radio $\rho = 1$ mm ambas muestran una línea de fractura central que en el primer caso vuelve a estar más marcada.

CAPÍTULO 6: BIBLIOGRAFÍA

- [1] T.L. Andersson, *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*, CRC Press, 1995.
- [2] A.A. Griffith, The phenomena of rupture and flow in solids, *Philos. Trans. R. Soc.* (1920) 163–198.
- [3] J.L. Arana, J.J. González, *Mecánica de fractura*, Universidad del País Vasco, 2002.
- [4] M.. Williams, On the stress distribution at the base of stationary crack, *J. Appl. Mech.* 25 (1957) 109–114.
- [5] V. Madrazo Acebes, *Análisis, desarrollo y aplicación de la teoría de las distancias críticas en la evaluación en rotura de componentes estructurales*, TDR (Tesis Dr. En Red). (2013). <http://www.tdx.cat/handle/10803/110732>.
- [6] D.P. Rooke, D.J. Cartwright, G.B.M. of D.P. Executive, *Compendium of Stress Intensity Factors, Stationery Office*, 1976. <https://books.google.es/books?id=Jy4IAQAIAAJ>.
- [7] H. Tada, P.C. Paris, G.R. Irwin, *The stress analysis of cracks handbook*, (1985). doi:10.1115/1.801535.
- [8] Y. Murakami, *Handbook Stress Intensity Factors*, 2 (1987). doi:10.1002/zamm.19880680637.

- [9] G. Irwin, Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate., *J. Appl. Mech.* 24 (1958) 361–364.
- [10] D. Broek, *Elementary engineering fracture mechanics* / David Broek, 1982.
- [11] J. Knott, *Fundamentals of Fracture Mechanics*, (1973).
- [12] B. KB, *Cracks and fracture*, (1999).
- [13] M. Janssen, J. R. Zuidema, R. Wanhill, *Fracture Mechanics*, Spon, London, UK, 2002.
- [14] J.R. Rice, A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks, *J. Appl. Mech.* (2011). doi:10.1115/1.3601206.
- [15] J.D. Eshelby, The Continuum Theory of Lattice Defects, *Solid State Phys. - Adv. Res. Appl.* 3 (1956) 79–144. doi:10.1016/S0081-1947(08)60132-0.
- [16] E. Smith, A comparison of Mode I and Mode III results for the elastic stress distribution in the immediate vicinity of a blunt notch, *Int. J. Eng. Sci.* (2004). doi:10.1016/j.ijengsci.2003.08.007.
- [17] G. Pluinage, Fatigue and fracture emanating from notch; the use of the notch stress intensity factor, *Nucl. Eng. Des.* (1998). doi:10.1016/S0029-5493(98)00183-6.
- [18] L.S. Nui, C. Chehimi, G. Pluinage, L.D.F. Mkcannique, I. Saulcy, Stress Field Near a Large Blunted Tip V-Notch Critical Notch Stress Intensity Factor (NSIF) to the Fracture Toughness of Very Brittle Materials, *Eng. Fract. Mech.* 49 (1994) 325–335.
- [19] G. Pluinage, Z. Azari, N. Kadi, I. Dlouhý, V. Kozák, Effect of ferritic microstructure on local damage zone distance associated with fracture near notch, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 31 (1999) 149–156. doi:10.1016/S0167-8442(99)00009-9.
- [20] S. Timoshenko, J.. Goodier, *Theory of Elasticity*, (1951). <http://www.amazon.com/Theory-Elasticity-2ND-Edition-Timoshenko/dp/B000YCV2>.
- [21] H. Neuber, V. Weiss, *Trans, ASME paper* (1962) 62-WA-270.
- [22] C.. Chen, H.. Pan, *Collection of papers on fracture of metals*, Beejing Metall. Ind. Press. (1978).
- [23] S. Usami, T. Tanaka, M. Jono, K. Komai, *Current Research on Fatigue Cracks*, The Society of Materials Science, Kyoto (Japan), 1985. doi:10.1115/1.3225861.
- [24] G. Glinka, A. Newport, Universal features of elastic notch-tip stress fields, *Int. J. Fatigue.* 9 (1987) 143–150. doi:10.1016/0142-1123(87)90069-7.
- [25] D. Kujawski, Estimations of Stress Intensity Factors for Small Cracks At Notches, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 14 (1991) 953–965. doi:10.1111/j.1460-2695.1991.tb00005.x.
- [26] S. Bhattacharya, A.N. Kumar, Rotational factor using bending moment approach under elasto-plastic situation-I. Notch 3PB geometry, *Eng. Fract. Mech.* 50 (1995)

- 493–505. doi:10.1016/0013-7944(94)00220-C.
- [27] O. Akourri, M. Louah, A. Kifani, G. Gilgert, G. Pluvinage, The effect of notch radius on fracture toughness J_{Ic} , *Eng. Fract. Mech.* 65 (2000) 491–505. doi:10.1016/s0013-7944(99)00109-5.
- [28] J.H. Kim, D.H. Kim, S.I. Moon, Evaluation of static and dynamic fracture toughness using apparent fracture toughness of notched specimen, *Mater. Sci. Eng. A.* 387–389 (2004) 381–384. doi:10.1016/j.msea.2004.01.134.
- [29] D. Taylor, *The Theory of Critical Distances: a new perspective in fracture mechanics*, Elsevier, 2007. doi:10.1016/B978-0-08-044478-9.X5000-5.
- [30] D. Taylor, M. Merlo, R. Pegley, M.P. Cavatorta, The effect of stress concentrations on the fracture strength of polymethylmethacrylate, *Mater. Sci. Eng. A.* 382 (2004) 288–294. doi:10.1016/j.msea.2004.05.012.
- [31] S. Cicero, V. Madrazo, T. García, Analysis of notch effect in the apparent fracture toughness and the fracture micromechanisms of ferritic-pearlitic steels operating within their lower shelf, *Eng. Fail. Anal.* 36 (2014) 322–342. doi:10.1016/j.engfailanal.2013.10.021.
- [32] D. Taylor, Predicting the fracture strength of ceramic materials using the theory of critical distances, *Eng. Fract. Mech.* 71 (2004) 2407–2416. doi:10.1016/j.engfracmech.2004.01.002.
- [33] S. Cicero, V. Madrazo, I.A. Carrascal, Analysis of notch effect in PMMA using the Theory of Critical Distances, *Eng. Fract. Mech.* 86 (2012) 56–72. doi:10.1016/j.engfracmech.2012.02.015.
- [34] F.T. Ibáñez-Gutiérrez, S. Cicero, I.A. Carrascal, On the influence of moisture content on the fracture behaviour of notched short glass fibre reinforced polyamide 6, *Compos. Part B Eng.* 159 (2019) 62–71. doi:10.1016/j.compositesb.2018.09.062.
- [35] J. Castro, S. Cicero, C. Sagaseta, A Criterion for Brittle Failure of Rocks Using the Theory of Critical Distances, *Rock Mech. Rock Eng.* 49 (2016) 63–77. doi:10.1007/s00603-015-0728-8.
- [36] D. Taylor, *Predicting brittle fracture using the theory of critical distances: Constraint effects*, 2005.
- [37] D. Taylor, Analysis of fatigue failures in components using the theory of critical distances, *Eng. Fail. Anal.* 12 (2005) 906–914. doi:10.1016/j.engfailanal.2004.12.007.
- [38] H. Neuber, Theorie der technischen Formzahl, *Forsch. Auf Dem Gebiete Des Ingenieurwesens.* 7 (1936) 271–274. doi:10.1007/BF02584908.
- [39] R.E. Peterson, Methods of correlating data from fatigue tests of stress concentration specimens, *Stephen Timoshenko Anniv. Vol.* (1938) 179.
- [40] H. Neuber, Theory of notch stresses: principles for exact calculation of strength with reference to structural form and material, 4547 (1958).
- [41] R.E. Peterson, Notch sensitivity, *Met. Fatigue.* (1959) 293–306.

- [42] M. FA, I. GR, Plasticity aspects of fracture mechanics, *Fract. Toughness Test. Its Appl.* (1965) 84–113.
- [43] V. V Novozhilov, On a necessary and sufficient criterion for brittle strength., *J. Appl. Math. Mech.* 33 (1969) 201–210. doi:10.1016/0021-8928(69)90025-2.
- [44] M. FA, Ductile fracture instability in shear, (1958) 25(4):253-265.
- [45] J.M. Whitney, R.J. Nuismer, Stress Fracture Criteria for Laminated Composites Containing Stress Concentrations, *J. Compos. Mater.* 8 (1974) 253–265. doi:10.1177/002199837400800303.
- [46] M. Creager, P.C. Paris, Elastic field equations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking, *Int. J. Fract. Mech.* 3 (1967) 247–252. doi:10.1007/BF00182890.
- [47] American Ceramic Society, (2004).
- [48] S. Laurenzi, S. Botti, A. Rufoloni, M.G. Santonicola, Fracture mechanisms in epoxy composites reinforced with carbon nanotubes, *Procedia Eng.* 88 (2014) 157–164. doi:10.1016/j.proeng.2014.11.139.
- [49] S. Iijima, Synthesis of Carbon Nanotubes, *Nature.* 354 (1991) 56–58.
- [50] S.-J. Park, G.-Y. Heo, F.-L. Jin, Rheological properties and fracture toughness of epoxy resin/multi-walled carbon nanotube composites, *Polym. Eng. Sci.* 55 (2015) 2676–2682. doi:10.1002/pen.24165.
- [51] N. Domun, H. Hadavinia, T. Zhang, G. Liaghat, S. Vahid, C. Spacie, K.R. Paton, T. Sainsbury, Improving the fracture toughness properties of epoxy using graphene nanoplatelets at low filler content, *Nanocomposites.* 3 (2017) 85–96. doi:10.1080/20550324.2017.1365414.
- [52] G. Sienel, R. Rieth, K.T. Rowbottom, Epoxides, *Ullmann's Encycl. Ind. Chem.* (2000). doi:doi:10.1002/14356007.a09_531.
- [53] Meetthings.com, Nanotub. Carbono ¿Qué Es? (2015).
- [54] J. Park, S.C. Jana, Effect of plasticization of epoxy networks by organic modifier on exfoliation of nanoclay, *Macromolecules.* 36 (2003) 8391–8397. doi:10.1021/ma0303465.
- [55] H.L. Frisch, J.E. Mark, Nanocomposites prepared by threading polymer chains through zeolites, mesoporous silica, or silica nanotubes, *Chem. Mater.* 8 (1996) 1735–1738. doi:10.1021/cm960046k.
- [56] A. Montazeri, J. Javadpour, A. Khavandi, A. Tcharkhtchi, A. Mohajeri, Mechanical properties of multi-walled carbon nanotube/epoxy composites, *Mater. Des.* 31 (2010) 4202–4208. doi:10.1016/j.matdes.2010.04.018.
- [57] A. Allaoui, S. Bai, H.M. Cheng, J.B. Bai, Mechanical and electrical properties of a MWNT / epoxy composite, 62 (2002) 1993–1998.
- [58] Y. Zhou, F. Pervin, V.K. Rangari, S. Jeelani, Fabrication and evaluation of carbon nano fiber filled carbon/epoxy composite, *Mater. Sci. Eng. A.* 426 (2006) 221–228. doi:10.1016/j.msea.2006.04.031.

- [59] E.T. Thostenson, C. Li, T.W. Chou, Nanocomposites in context, *Compos. Sci. Technol.* 65 (2005) 491–516. doi:10.1016/j.compscitech.2004.11.003.
- [60] E.T. Thostenson, T.W. Chou, Processing-structure-multi-functional property relationship in carbon nanotube/epoxy composites, *Carbon N. Y.* 44 (2006) 3022–3029. doi:10.1016/j.carbon.2006.05.014.
- [61] www.deckelservice.com/service/, (n.d.).
- [62] ASTM D638-14, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, 2014. doi:10.1520/D0638-14.1.
- [63] A. D5045-14, Standard Test Methods for Plane-Strain Fracture Toughness Strain Energy Release Rate of Plastic Materials, (2014). www.astm.org.
- [64] ASTM D6068(2018), Standard Test Method for Determining J-R Curves of Plastic Materials, in: ASTM International, West Conshohocken, 2018: pp. 1–8. doi:10.1520/D6068-10.2.
- [65] A. E1820-18ea1, Standar Test Method for Measurement of Fracture Toughness, (2018). www.astm.org.
- [66] W.J. Cantwell, A.C. Roulin-Moloney, T. Kaiser, Fractography of unfilled and particulate-filled epoxy resins, *J. Mater. Sci.* 23 (1988) 1615–1631. doi:10.1007/BF01115700.
- [67] R.J. Morgan, E.T. Mones, W.J. Steele, Tensile deformation and failure processes of amine-cured epoxies, 23 (1982) 295–305.