

Impacto de baja energía y resistencia a tracción de laminados bioepoxi-fibra de cáñamo, antes y después de su inmersión en agua de mar

Low energy impact and tensile stress of hemp fibre reinforced bioepoxi laminates before and after seawater immersion

Fabuer Ramón-Valencia

Ph.D (c), Escuela Técnica Superior de Náutica y Máquinas Navales, Universidad del País Vasco
Portugalete, España
framon001@ikasle.ehu.es

Bladimir Ramón-Valencia

Ph.D. Facultad de Ingenierías y Arquitectura
Universidad de Pamplona
Pamplona, Colombia
hbladimir@unipamplona.edu.co

Alberto Lopez-Arraiza

Ph.D. Departamento. Ciencias y Técnicas de la Navegación Máquinas y Construcciones Navales, Grupo de investigación KAINAVAL, Universidad del País Vasco
Portugalete, España,
alberto.lopeza@ehu.es

Jairo Lenin Ramón-Valencia

Ph.D. Grupo de Investigación BIOAXIS
Universidad del Bosque
Bogotá, Colombia.
leninramon@unbosque.edu.co

José Francisco Ibla-Gordillo

Ph.D. Grupo de Investigación BIOAXIS
Universidad del Bosque
Bogotá, Colombia
iblafrancisco@unbosque.edu.co

Resumen— Este trabajo de investigación pretende estudiar el efecto del agua de mar en las propiedades mecánicas de un nuevo biocomposite. Dicho material se ha fabricado mediante el proceso de infusión de una resina bioepoxi (SuperSap®) reforzada con fibra natural de cáñamo tipo “mat”. Para el estudio, se sumergió en agua de mar durante un periodo de bioactividad marina de seis meses. Posteriormente, se sometió al material seco y, tras su inmersión en agua de mar, a un ensayo de impacto por caída de dardo con una energía de $E_0 = 20\text{J}$ a temperatura ambiente $T = 23^\circ\text{C}$. Además se realizaron ensayos normalizados de resistencia a tracción y se observaron las superficies de rotura al Microscopio Electrónico de Barrido (SEM). Los resultados muestran una pérdida de rigidez del material debido a la degradación provocada por el agua de mar. Se observa también que la absorción de humedad da lugar a un aumento de la energía de impacto disipada por el nuevo biocomposite.

Palabras claves— Biocomposite, fibra de cáñamo, resistencia a impacto, resistencia a tracción.

Abstract— This experimental work is aimed at the mechanical characterization of a new biocomposite. Such material is a no-woven hemp fibre reinforced bioepoxi (SuperSap®) manufactured by infusion. The laminate was immersed in seawater during a bioactivity period of six months. The impact behavior, before and after seawater immersion, under low-velocity impact at $E_0 =$

20J and environment temperature of $T = 23^\circ\text{C}$ was investigated. Besides, tensile stress tests were performed and the breaking surfaces were observed by Scanning Electron Microscopy (SEM). The results show stiffness lost due to resin degradation after seawater immersion. The water absorption pattern of the new biocomposite leads to increase the dissipated impact energy.

Keywords— Biocomposite, hemp fibre, impact resistance, tensile stress.

1. INTRODUCCIÓN

Durante las últimas décadas, el uso de materiales compuestos de matriz polimérica reforzada con fibras sintéticas (vidrio, carbono, kevlar), ha tomado protagonismo en distintos sectores industriales como el aeronáutico, automoción, eólico o naval. Su éxito se debe a sus innegables ventajas en cuanto a resistencia mecánica específica, ligereza y posibilidad de realizar diseños a medida [1]-[4].

Sin embargo, su elevada dependencia del petróleo y la generación de residuos, ha llevado a la comunidad científica a la búsqueda de nuevas

alternativas de origen natural. Por todo ello, se están desarrollando nuevas resinas de origen renovable [5] reforzadas con fibras naturales como el yute, el kenaf y el lino o el cáñamo [3], [6]-[8].

Entre las propiedades que hacen atractivas las fibras naturales, destacan su elevada rigidez, resistencia a impacto y flexibilidad específicas [9]-[12]. Igualmente, proporcionan aislamiento térmico, acústico y ligereza estructural, lo que da lugar a una reducción de peso y por tanto, menor consumo de combustible y menores emisiones de CO₂. De hecho, las fibras naturales en el análisis de su ciclo de vida (LCA) necesitan alrededor de un 30% a 40% de la energía requerida para producir un mat de fibra de vidrio. Además, las fibras naturales en su manipulación no generan problemas de irritación respiratoria ni epidérmica al operario y tampoco causan abrasión a los equipos mecánicos de producción, como es el caso de la fibra de vidrio [13].

En consecuencia, en la última década, los composites de matriz polimérica reforzada con fibras naturales se están introduciendo cada vez más en sectores como el de automoción o el ocio para la fabricación de piezas, tales como paneles para puertas, respaldos de asientos, salpicaderos, tablas de surf, cascos de pequeñas embarcaciones, entre otros [1], [14]-[16].

En este trabajo se ha desarrollado un nuevo material compuesto de resina natural bioepoxi reforzado con fibra natural de cáñamo. Posteriormente, se estudiaron sus propiedades mecánicas a tracción e impacto mediante ensayos de caída de dardo. Igualmente, se observaron con el microscopio electrónico las superficies de rotura. Dicha caracterización se realizó antes y después de estar sometido el nuevo material a inmersión en agua de mar durante un periodo de bioactividad marina de seis meses, con la finalidad de estudiar el efecto del agua de mar en las propiedades mecánicas del material para futuras aplicaciones en la industria naval.

2. MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

2.1. Materiales para la obtención del biocomposite

La resina utilizada como matriz ha sido la SuperSap®, resina epoxídica procedente de mate-

riales renovables y suministrada por Entropy Resins. El porcentaje de resina: catalizador fue de 100:33 en peso. Como refuerzos se utilizaron fibras naturales de cáñamo mat con un gramaje de 330 g/m². Los laminados se obtuvieron mediante el proceso de infusión en vacío con 2 capas de fibra natural como refuerzo. Las dimensiones de los laminados de biocomposite fueron 250mm x 300mm x 4mm, con un porcentaje de fibra del 22,5% en peso.

2.2. Ensayo de impacto biaxial de baja energía

Los ensayos de impacto biaxial de baja energía se han llevado a cabo en una máquina de caída de dardo instrumentado comercial Fractovis Plus. La máquina básicamente consta de dos partes: la cruceta móvil o impactor y la base. El impactor está compuesto por el portamasas, el impactor instrumentado y el indentador.

El impactor utilizado ha sido el instrumentado con una célula de carga de 20 kN, junto con el indentador de cabeza semiesférica y 20 mm diámetro. El utillaje utilizado ha sido una base plana con forma de cilindro que presenta un agujero pasante de 40 mm de diámetro.

El ensayo de impacto biaxial consiste en colocar la probeta simplemente apoyada sobre el utillaje y golpearla con un impactor de cabeza semiesférica con una energía de impacto (E₀) determinada. Como resultado del ensayo de impacto biaxial se obtiene la curva de la fuerza a la que está sometido el impactor durante la duración del evento o tiempo de contacto. A partir de estas curvas experimentales F-t, se determina la velocidad en función del tiempo (ecuación (1)), donde es la masa del impactor, es el peso del impactor, y es la velocidad inicial en el momento de impacto. En la segunda integración se obtiene el desplazamiento en función del tiempo (ecuación (2)). Una vez conocidas la fuerza y el desplazamiento, se puede determinar la energía (ecuación (3)).

$$v(t) = v_{imp} - \int_0^t \frac{F(t) - P_{imp}}{m_{imp}} dt \quad (1)$$

$$x(t) = \int_0^t \left[v_{imp} - \int_0^t \frac{F(t) - P_{imp}}{m_{imp}} dt \right] dt \quad (2)$$

$$E(t) = \int_0^t (F(t)) \left[v_{imp} - \int_0^t \frac{F(t) - P_{imp}}{m_{imp}} dt \right] dt \quad (3)$$

De los laminados fabricados se mecanizaron 5 probetas de dimensiones: 70 mm x 70 mm, tanto del biocomposite seco como tras su inmersión en agua de mar. En ambos casos los ensayos se llevaron a cabo a temperatura ambiente.

Todas la probetas se sometieron a una energía de impacto $E_0 = 20\text{J}$, con el objetivo de estudiar la posible influencia de la inmersión en agua de mar en la capacidad de absorción de energía de impacto del biocomposite.

2.3. Ensayo de tracción

La máquina utilizada para realizar los ensayos de tracción es una INSTRON equipada con una célula de carga de 5 t. Se ha utilizado como sistema de medida de deformación un extensómetro por contacto. De los laminados secos y tras su inmersión en agua de mar se mecanizaron 5 probetas normalizadas (ASTM D3039). Los ensayos de tracción se llevan a cabo a temperatura ambiente $T = 20\text{-}23^\circ\text{C}$ y a una velocidad de deformación de 2 mm/min. El objetivo de este ensayo es comparar las propiedades a tracción del biocomposite antes y después de su inmersión en agua de mar.

2.4. Microscopia Electrónica de Barrido

Las probetas ensayadas a tracción fueron observadas mediante un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) marca Joel modelo JSM-6400. Previamente, las muestras se metalizaron para mejorar la conductividad. El objetivo de esta práctica es poder visualizar las superficies de rotura y analizar la adhesión matriz-refuerzo, de los biocomposites secos y tras su inmersión en agua de mar.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Ensayos de impacto biaxial de baja energía

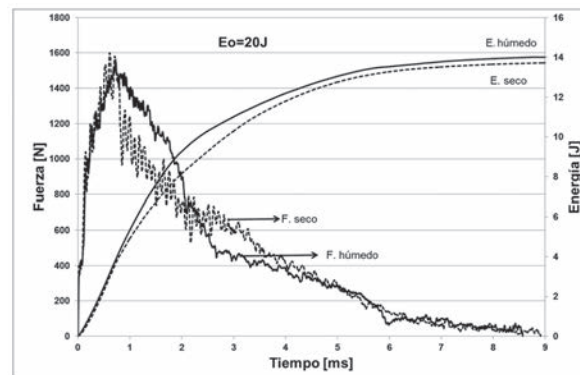
Como resultado de los ensayos a la energía de impacto supercrítico $E_0 = 20\text{J}$ se obtienen las gráficas F-t y E-t (Fig. 1), donde se pueden observar los valores pico representativos de fuerza y energía de disipación para ambos casos: seco F_{seco} , E_{seco} y tras su inmersión en agua de mar $F_{\text{húmedo}}$, $E_{\text{húmedo}}$.

Las curvas de fuerza aumentan con la carga siguiendo un patrón de comportamiento similar hasta un valor aproximado de $F_d = 1000\text{N}$. Posteriormente, se presenta un cambio significativo

en la pendiente, más pronunciado en el material húmedo. Este cambio de pendiente está relacionado con la fuerza del umbral crítico para el inicio de la delaminación F_d , es decir, se empieza a generar daño en la probeta, y este valor es independiente de la energía de impacto [17], [18]. A continuación, la fuerza sigue aumentando generando pequeñas oscilaciones en forma de diente de sierra, lo cual implica generación de daño debido a pequeñas delaminaciones, rotura de la matriz y de las fibras, hasta alcanzar un valor máximo y aproximado de $F_{\text{pico}} = 1600\text{N}$ en los dos casos, seco y húmedo.

Una vez llegado a este valor pico máximo, la probeta seca experimenta una caída brusca hasta un valor de $F = 1000\text{N}$, perdiendo rigidez trasversal, volviendo a recuperarse con oscilaciones de pequeña frecuencia y mayor amplitud, hasta una zona de reposo a $F = 700\text{N}$. Estas oscilaciones se deben a la interacción de múltiples modos de fallo [19]. Finalmente, la carga disminuye progresivamente debido a la pérdida de rigidez de la probeta.

Fig. 1. CURVAS DE F-T Y E-T CORRESPONDIENTE A IMPACTOS SUPERCRÍTICOS DE BIOCOPPOSITE REFORZADO CON FIBRA DE CÁÑAMO MAT PARA ENERGÍA DE IMPACTO $E_0 = 20\text{J}$



Fuente: autores.

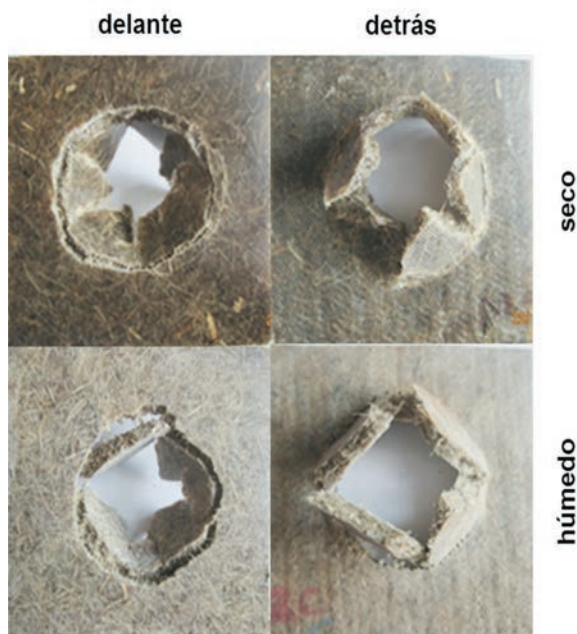
Por otra parte, el comportamiento postpico del material húmedo sufre un descenso progresivo de la carga de forma más suave hasta $F = 800\text{N}$, presentando oscilaciones de pequeña amplitud y frecuencia, debido a la pérdida de rigidez transversal de la probeta. Además, en esta zona el tiempo de contacto entre el impactor y la probeta es mayor en el material húmedo que en el seco. Esto se debe al efecto plastificante generado entre la matriz y la fibra por causa de la absorción de humedad tras la inmersión en agua de mar. Finalmente, para ambos casos se puede observar una cola en

la parte final de la gráfica. Esta cola es un signo típico del rozamiento producido cuando el impactor perfora la probeta, Fig. 2.

Respecto a las curvas de E-t (Fig. 1), en los dos casos descritos muestran el mismo patrón. Ambas están saturadas, lo que quiere decir que no pueden absorber más cantidad de daño, siendo mayor la energía disipada en la probeta húmeda $E_{\text{húmedo}}=14\text{J}$ que en la seca $E_{\text{seco}}=13,72\text{J}$, debido a la plastificación del material tras su inmersión en agua de mar. Estos valores corresponden al umbral de perforación.

En la Fig. 2 se observa como las probetas han sido perforadas tras el impacto a una energía de $E_0=20\text{J}$. Las superficies de rotura generadas presentan un comportamiento frágil en ambos casos, seco y húmedo, aunque posteriormente se observa al Microscopio Electrónico una ligera plastificación del material tras su inmersión en agua de mar.

Fig. 2. PROBETA SECA Y HÚMEDA DE BIOCOMPOSITE REFORZADO CON FIBRA DE CÁÑAMO MAT DESPUÉS DE UN IMPACTO A $E_0=20\text{J}$



Fuente: autores.

3.2. Ensayos de tracción

En la Tabla I se pueden observar los valores de: módulo elástico (E), tensión de rotura (σ_r) y deformación de rotura (ϵ_r), de las probetas ensayadas

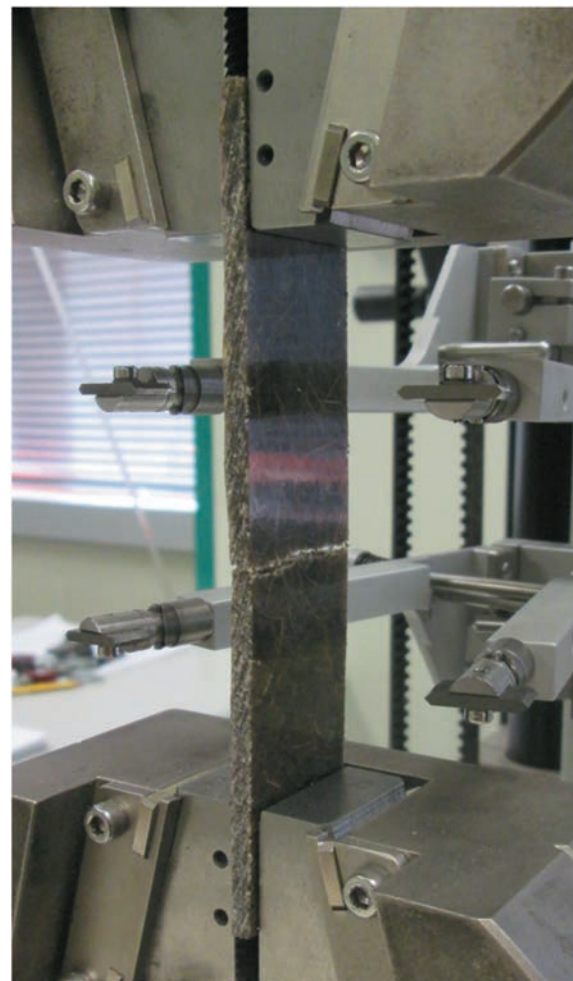
a tracción de biocomposite seco y tras inmersión en agua de mar.

La característica general del nuevo biocomposite es la permanencia en el régimen elástico-lineal hasta la rotura sin presentar deformación plástica. Es decir, es un material con comportamiento frágil, Fig. 3, típico de composites con matriz termoestable tipo epoxi [20].

TABLA I
 RESULTADOS DE LOS ENSAYOS A TRACCIÓN DEL BIOCOMPOSITE SECO Y TRAS INMERSIÓN EN AGUA DE MAR

Propiedad	Biocomposite seco	Biocomposite húmedo
E (MPa)	3336 ± 247,57	2199 ± 29,01
σ_r (MPa)	39,44± 1,78	33,75± 1,27
ϵ_r (%)	1,243 ± 0,025	1,626± 0,038

Fig. 3. ROTURA DE LA PROBETA TRAS EL ENSAYO DE TRACCIÓN



Fuente: autores.

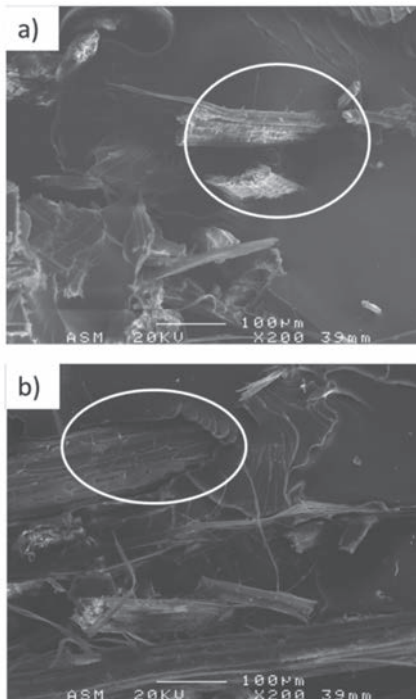
La rigidez del material seco, en otras palabras, el módulo elástico o de Young, es significativamente superior en el biocomposite seco $E_{\text{seco}}=3336$ MPa frente al material húmedo $E_{\text{húmedo}}=2199$ MPa.

Por otro lado, en las propiedades a rotura se observa una mayor tensión de rotura en el material seco $\sigma_{\text{seco}}=39,44$ MPa, frente al biocomposite sumergido en agua de mar $\sigma_{\text{húmedo}}=33,75$ MPa. Sin embargo, el material húmedo presenta una mayor deformación a rotura $\varepsilon_{\text{húmedo}}=1,6\%$ frente al seco $\varepsilon_{\text{seco}}=1,24\%$ causada por el efecto de absorción de humedad durante su inmersión en agua de mar. Este hecho corrobora lo sucedido en el ensayo de impacto biaxial de baja energía anteriormente descrito.

3.3. Microscopía electrónica de barrido

En la Fig. 4a se aprecia la micrografía de SEM con una resolución de $100\ \mu\text{m}$ para el biocomposite seco tras el proceso de rotura a tracción. Se puede observar el tamaño de la fibra dentro de este y una intercara fibra-matriz que presenta una fractura frágil sin elongación apreciable, corroborando los resultados obtenidos en los ensayos de tracción.

Fig. 4: MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE LOS BICOMPOSITOS REFORZADOS CON FIBRAS DE CÁÑAMO MAT. A) CÁÑAMO SECO; B) CÁÑAMO DESPUÉS DE INMERSIÓN EN AGUA DE MAR



Fuente: autores.

En el caso del biocomposite húmedo, en la Fig. 4b se observa, con la misma resolución de la imagen anterior, una débil adhesión entre la matriz y la fibra. Debido a las características hidrofílicas de la fibra, la absorción de agua de mar ha dado lugar a un proceso de plastificación y, por ello, a una pérdida de adhesión fibra-matriz como se señala en la figura.

4. CONCLUSIONES

Se fabricaron laminados de un nuevo biocomposite de resina natural reforzados con fibras naturales de cáñamo tipo mat y se caracterizaron a impacto biaxial y tracción antes y después de su inmersión en agua de mar. El objetivo principal consistía en estudiar la viabilidad de su aplicación en la construcción de embarcaciones marinas las cuales están sometidas habitualmente a impactos de baja energía con objetos flotantes. Posteriormente, se observaron en un microscopio electrónico de barrido las superficies de rotura de las probetas ensayadas a tracción. Las conclusiones que se han obtenido son las siguientes:

- Como resultado de los ensayos de impacto se obtuvieron valores característicos del material como: umbral de delaminación (inicio del daño) y el umbral de penetración en el material seco y tras inmersión en agua de mar.
- Se observa una mayor disipación de energía en el biocomposite sumergido en agua de mar que se atribuye a una plastificación del material.
- El biocomposite húmedo pierde rigidez, esto se debe por la degradación de la matriz. Sin embargo, aumenta ligeramente su elongación a rotura.
- En el microscopio electrónico se observa que el biocomposite húmedo presenta una débil adhesión entre la matriz y la fibra, causada por la absorción de humedad tras el periodo de inmersión en agua de mar.
- Para evitar la degradación del nuevo biocomposite en agua de mar, sería necesario añadir a la bioresina un protector ultravioleta y una capa de “gelcoat” “antifouling” al laminado final.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece a la Estación Marina de Biología y Biotecnología Experimentales de Plentzia (Plentziako Itsas-Estazioa – PIE) por la disposición de sus instalaciones para la realización del presente trabajo de investigación.

REFERENCIAS

- [1] F.M. AL-Oqla and S.M. Sapuan, "Natural fiber reinforced polymer composites in industrial applications: Feasibility of date palm fibers for sustainable automotive industry," *J.Clean.Prod.*, vol. 66, no. 0, pp. 347-354, Mar. 2014.
- [2] A.D. Kelkar, J.S. Tate and P. Chaphalkar, "Performance evaluation of VARTM manufactured textile composites for the aerospace and defense applications," *Materials Science and Engineering: B*, vol. 132, no. 1-2, pp. 126-128, Jul. 2006.
- [3] J.M. Corum, R.L. Battiste and M.B. Ruggles-Wrenn, "Low-energy impact effects on candidate automotive structural composites," *Composites Sci.Technol.*, vol. 63, no. 6, pp. 755-769, Jun. 2003.
- [4] M.J. John and S. Thomas, "Biofibres and biocomposites," *Carbohydr.Polym.*, vol. 71, no. 3, pp. 343-364, Ago. 2008.
- [5] L. Marrot, A. Bourmaud, P. Bono and C. Baley, "Multi-scale study of the adhesion between flax fibers and biobased thermoset matrices," *Mater Des*, vol. 62, no. 0, pp. 47-56, Oct. 2014.
- [6] H.N. Dhakal, V. Arumugam, A. Aswinraj, C. Santulli, Z.Y. Zhang and A. Lopez-Arraiza, "Influence of temperature and impact velocity on the impact response of jute/UP composites," *Polym.Test.*, vol. 35, no. 0, pp. 10-19, May. 2014.
- [7] S. Corradi, T. Isidori, M. Corradi, F. Soleri and L. Olivari, "Composite boat hulls with bamboo natural fibres," *International Journal of Materials & Product Technology*, vol. 36, no. 1-4, pp. 73-89, Ago. 2009.
- [8] S.V. Joshi, L.T. Drzal, A.K. Mohanty and S. Arora, "Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?" *Composites part A: applied science and manufacturing*, vol. 35, no. 3, pp. 371-376, Mar. 2004.
- [9] L. Yan, N. Chouh and K. Jayaraman, "Flax fibre and its composites – A review," *Composites Part B: Engineering*, vol. 56, no. 0, pp. 296-317, Ene. 2014.
- [10] A. Shalwan and B.F. Yousif, "In state of art: Mechanical and tribological behaviour of polymeric composites based on natural fibres," *Mater Des*, vol. 48, no. 0, pp. 14-24, Jun. 2013.
- [11] M. Jacob, S. Thomas and K.T. Varughese, "Mechanical properties of sisal/oil palm hybrid fiber reinforced natural rubber composites," *Composites Sci.Technol.*, vol. 64, no. 7-8, pp. 955-965, Jun. 2004.
- [12] D.B. Dittenber and H.V.S. GangaRao, "Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, no. 8, pp. 1419-1429, Ago. 2012.
- [13] G. Koronis, A. Silva and M. Fontul, "Green composites: A review of adequate materials for automotive applications," *Composites Part B: Engineering*, vol. 44, no. 1, pp. 120-127, Ene. 2013.
- [14] F.P. La Mantia and M. Morreale, "Green composites: A brief review," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, no. 6, pp. 579-588, Jun. 2011.
- [15] M.P.M. Dicker, P.F. Duckworth, A.B. Baker, G. Francois, M.K. Hazzard and P.M. Weaver, "Green composites: A review of material attributes and complementary applications," *Composites part A: applied science and manufacturing*, vol. 56, no. 0, pp. 280-289, Ene. 2014.
- [16] D.D.R. Cartié and P.E. Irving, "Effect of resin and fibre properties on impact and compression after impact performance of CFRP," *Composites part A: applied science and manufacturing*, vol. 33, no. 4, pp. 483-493, Abr. 2002.
- [17] E.V. González, P. Maimí, P.P. Camanho, C.S. Lopes and N. Blanco, "Effects of ply clustering in laminated composite plates under low-velocity impact loading," *Composites Sci.Technol.*, vol. 71, no. 6, pp. 805-817, Dic. 2011.
- [18] A. Agirregomezkorta, A.B. Martínez, M. Sánchez-Soto, G. Aretxaga, M. Sarrionandia and J. Aurrekoetxea, "Impact behaviour of carbon fibre reinforced epoxy and non-isothermal cyclic butylene terephthalate composites manufactured by vacuum infusion," *Composites Part B: Engineering*, vol. 43, no. 5, pp. 2249-2256, Jul. 2012.
- [19] V. Fombuena, L. Bernardi, O. Fenollar, T. Boronat and R. Balart, "Characterization of green composites from biobased epoxy matrices and bio-fillers derived from seashell wastes," *Mater Des*, vol. 57, no. 0, pp. 168-174, Jun. 2014.