

Influencia de la uniformidad de las capas no tejidas intercaladas en la tenacidad a la fractura de los compuestos laminados de tejidos de carbono

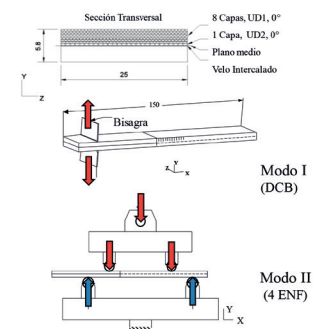
Influence of uniformity of interleaved veils on interlaminar fracture toughness in laminated composites of carbon fabrics

Victor-Alfonso Ramírez-Eliás¹ y Rhys Archer²

¹ Universidad de Guanajuato. Dpto. de Ingeniería. Campus Irapuato – 36885 Salamanca (Mexico).

² Universidad de Manchester. Dpto de Materiales. M13 9PL Manchester (Reino Unido). va.ramirez@ugto.mx

DOI: <http://dx.doi.org/10.6036/9368> | Recibido: 03/09/2019 • Inicio Evaluación: 03/09/2019 • Aceptado: 07/11/2019



ABSTRACT

- This study assesses the effect of fibre distribution of interleaved nonwovens veils on the mode I and mode II interlaminar fracture toughness (IFT) of reinforced laminated composites. Polyphenylene Sulfide (PPS) handsheet fibre samples with different fibre distributions were manufactured following the standard TAPPI T205 for manufacturing handsheet nonwoven samples. The key parameters of the process were iterated to obtain an empirical manufacturing procedure for achieving three main types of fibre distribution on handsheets, which were qualitatively defined as good, medium and bad fibre distribution. These handsheet samples were subsequently interleaved into carbon fibre-epoxy laminated composites and tested for mode I and mode II IFT according to standard ISO 15027 and the protocol for 4 End Notched Flexure (4ENF) respectively. The results show that there is no significant effect of fibre distribution on mode I IFT, whereas the mode II IFT showed a notable dependence on fibre distribution. A fractographic analysis shows the fibre bridging mechanism with no significant difference among the three types for the samples tested for mode I IFT, but a significant number of cusps, fibre clusters and ribbons in the samples tested for mode II IFT that contributed to the absorption of fracture energy according to their amount, size and distribution.
- Key words:** Interlaminar fracture toughness mode I, interlaminar fracture toughness mode II, nonwovens, fibre distribution, handsheets, wet-laid process, interleaved composites, composites.

RESUMEN

Este estudio evalúa el efecto de la distribución de fibras en telas no tejidas (velo) intercaladas en compuestos reforzados laminados sobre la tenacidad interlaminar a la fractura (IFT) en modo I y modo II. Muestras de velos de fibras de polisulfuro de fenileno (PPS) con distintas distribuciones fueron manufacturadas siguiendo el estándar TAPPI T205 para manufacturar muestras de telas no tejidas (velos) hechas a mano. Los parámetros de interés de este proceso fueron repetidos para obtener un proceso de manufactura empírico para lograr tres tipos de distribución de fibras en las telas, los cuales fueron definidos cualitativamente como bueno, medio y mala distribución de fibra. Estas muestras de telas hechas a mano fueron subsecuentemente intercaladas dentro de compuestos laminados de fibra de carbono/epoxi y probadas a tenacidad a la fractura en IFT modo I e IFT modo II acorde el estándar

ISO 15027 y el protocolo de 4 puntos (4ENF) respectivamente. Los resultados muestran que no existe un efecto significativo de la distribución de las fibras en modo I, mientras que para el modo II mostraron una notable dependencia en la distribución de fibras. Un análisis fractográfico muestra los mecanismos de puenteo de fibra sin diferencia entre los tipos de muestras probadas para IFT modo I, pero un número significativo de picos, agrupaciones de fibras y bandas de fibras probadas en IFT modo II las cuales contribuyen a la absorción de energía de la fractura acorde su cantidad, tamaño y distribución.

Palabras clave: Tenacidad a la fractura modo I, tenacidad a la fractura modo II, telas no tejidas, distribución de fibra, proceso wet-laid, compuestos intercalados, materiales compuestos.

1. INTRODUCCIÓN

Una desventaja de materiales compuestos laminados es su relativa baja resistencia a las delaminaciones, las cuales limitan su uso en estructuras ligeras a pesar de tener un alto desempeño mecánico como los materiales metálicos [1]. De aquí que varias técnicas de refuerzos interlaminares han sido propuestas a fin de reducir cualquier delaminación ya sea en modo I o modo II [2-5], las cuales, consecuentemente, resultan en un mejoramiento en la propiedad de tolerancia al daño [6]. En particular, el uso de velos intercalados para mejorar la tenacidad interlaminar a la fractura (TIF) han sido resaltados como técnicas prometedoras [7]. Así también por la costeable y relativamente fácil manufactura de velos, éstos tienen una alta capacidad de absorber energía de fractura interlaminar en compuestos laminados sin causar daño a través de la arquitectura de su preforma como afirmó Hogg *et al.* [2,8,9]. En la industria, esta técnica puede tener posibles aplicaciones como reforzar álabes de generadores de viento, fuselajes mas fuertes de aeronaves [10], cascos mas fuertes de botes o elementos estructurales como vigas I o T [11]. A través de pruebas varios velos en diferentes matrices y arquitecturas de preformas, Kuwata argumento que las fibras termoplásticas en un sistema de resina epóxica mostró la mejor absorción de energía de la fractura en ambos modos de fractura (modo I y modo II) [8,9]. Sin embargo, la necesidad de entender como las arquitecturas de los velos influencia la TFI de compuestos permanecía. Ramírez V.A. *et al.* investigó los parámetros clave de las arquitecturas de los

velos de un rango de densidades de áreas y por ende, también las coberturas. Como resultado, fue encontrado que como la densidad de área se incrementa también lo hace la TFI hasta alcanzar una constante, donde la variabilidad entonces aumentó. Mas adelante, se notó que la cobertura también es un parámetro importante con un efecto en TFI [7]. La cobertura es un parámetro que describe el número de fibras que cruza un cierto punto en una red fibrosa y esta dado como:

$$\bar{c} = \frac{\bar{\beta}\omega}{\delta} \quad (1)$$

Donde $\bar{\beta}$ (kg m^{-2}) es la densidad de área o peso del velo, ω (m) es el ancho y δ (kg m^{-1}) es la densidad lineal de las fibras [7, 12, 13]. Este parámetro es válido para redes fibrosas con fibras distribuidas aleatoriamente y asumiendo que la densidad de área es principalmente uniforme a través de la red. La uniformidad de la red medida en términos de variación en densidad óptica que muestras pequeñas $n \times n$ proyectan en imágenes escaneadas de escala de grises [14]. Los datos resultantes permiten la identificación de parámetros como una media local ($\bar{\beta}$) y varianza $\sigma(\bar{\beta})$ por medio de un histograma de frecuencia cuya razón define el coeficiente de variación (CV), y se calcula como sigue [14-16]:

$$CV(\bar{\beta}) = \frac{\sigma(\bar{\beta})}{\bar{\beta}} \times 100 \quad (2)$$

Note que el CV es un parámetro dimensional y describe cuan grueso es un material fibroso. En términos prácticos, el CV puede ser variado cambiando la varianza local $\sigma(\bar{\beta})$. Esto es alcanzado por una pobre defloculación de fibras o abriendo canales cara a cara cuando el fluido es removido o drenado. De aquí que cuando las "handsheets" de fibra de vidrio fueron manufacturados por Yousfani *et al.* [17] el drenado y el agente defloculante fueron señalados como parámetros principales para una buena distribución de fibras en la red. Subsecuentemente, cuando estos materiales fibrosos son usados en compuestos laminados como refuerzos para TFI, los poros son llenados de resina por lo que el complemento del coeficiente de variación CV de fibras describe la distribución de

áreas ricas en resina a lo largo de los velos. La variación del porcentaje proporcional de no-fibras, es decir porcentaje de resina, tiene un efecto recíproco en la TFI en ambos modos de fractura [7]. Sin embargo, el efecto de distribución de los velos en TFI no ha sido reportado aun incluso siendo este es un parámetro principal para alcanzar la calidad deseada en "handsheets" y velos comerciales [18].

Como una extensión del estudio hecho por Ramírez *et al.* donde el efecto de los diferentes parámetros de los velos de TFI de compuestos laminados fueron descritos, aquí se presenta un estudio experimental para investigar el efecto de la distribución de fibras de velos intercalados en modo I y modo II de compuestos laminados.

2. MATERIALES

Similarmente en un estudio previo hecho por Ramírez *et al.*, [24] el trabajo experimental consistió en la manufactura de un panel laminado simétrico con dos tipos de telas unidireccionales de fibra de carbono embebido en un sistema con Epoxy Araldite® LY 564 con endurecedor XB 3486 de Huntsman, ver Figura 1. La estructura principal esta hecha con tela unidireccional de fibra de carbono T300, UD1 provisto por FORMAX con densidad de área 340 g m^{-2} y un espesor de 0.25 mm. Dado que la tela exhibe alto rizado no es adecuada para estar en contacto con los velos, por ende, fue usada sólo para ajustar el espesor del panel. Otro textil de fibra de carbono unidireccional más suave y con cero rizado estuvo siempre en contacto con las muestras de velos. La tela UD2 es de fibra de carbono T300 con una densidad de área de 300 g m^{-2} y un espesor de 0.30 mm y fue provista por Sigmatex.

El estudio experimental también involucre la manufactura de velos "handsheets" hecho de fibras cortados de sulfato de polisulfuro de fenilo (PPS) con una densidad lineal de 1 dtex ($1 \times 10^{-4} \text{ g m}^{-1}$), ver Tabla 1, y fibras aglutinantes cortadas de PVOH (alcohol de polivinilo) provisto por Technical Fibre Products Ltd, Cumbria, UK (TFP). Adicionalmente, velos comerciales de PPS también provisto por TFP® con 20 g m^{-2} y fibra de 1 dtex ($1 \times 10^{-4} \text{ g m}^{-1}$) fueron usados como referencia o control para comparación de los datos resultantes.

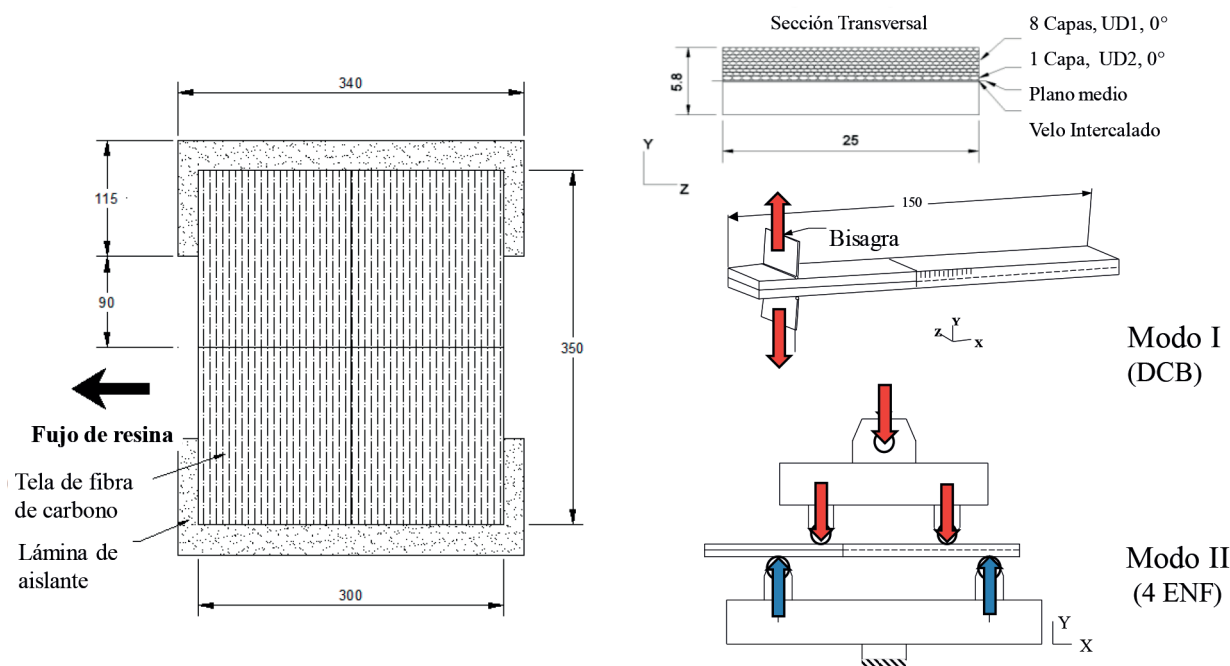


Figura 1: Panel, arreglo de láminas y modos de fractura, mm [7, 19]

	Polímero en masa ^a			Fibras		
	Resistencia a tensión ^a MPa	Módulo de elasticidad a tensión ^a MPa	Densidad de polímero, ρ_{polymer} (g cm ⁻³)	Densidad linear, δ 1x10 ⁻⁴ (g m ⁻¹)	Diámetro del fila- mento, ω (μm)	Longitud nominal, λ (mm)
PPS	15.9	2200	1.3	1.0	10.0	6.0

^aDatos obtenidos de la literatura (James E. Mark 1999).

Tabla 1: Características de fibras cortadas

3. PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Muestras de compuestos fueron preparados para modo I y II de un solo panel para asegurar las mismas características como es mostrado en Figura 1. Este panel de secuencia de apilamiento denotado por $[0_8^{UD1}, 0^{UD2}, \bar{V}]_S$, fue una lamina de dos tipos de fibras de carbono intercalados en un plano medio por una muestra de velo y dos bandas de películas aislantes en los extremos. La tela UD1 fue usada para incrementar el espesor de los especímenes, mientras una tela con cero rizado UD2 fue usada adyacente a un pliego de velo. Una vez el arreglo fue terminado, el panel fue sellado y sujeto a un vacío (-1 atm). Mientras tanto, el sistema de resina fue preparado por una mezcla de resina y endurecedor (34% w/w en resina) y subsecuentemente degasificada por cerca de 50 minutos a -1.0 atm. El panel seco fue impregnado con el sistema y curado para ser elevado a 80°C de temperatura ambiente (23°C) por cerca de 1 hr y mantenida por 8 hrs antes de ser enfriado otra vez a temperatura ambiente. Finalmente, el panel curado fue cortado a dimensiones (25 x 150 mm) acorde lo establecido los estándares (ISO 15027:27:2001) [20].

Cada muestra de velo para intercalado de paneles consistió en muestras "handsheets" (50 x 50 mm), los cuales fueron manufacturados acorde el estándar TAPPI T205 para materiales fibrosos anisotrópicos [18]. La técnica consistió en mezclar fibras cortadas en una solución de alta densidad (lechada) en una cámara cilíndrica en un ambiente controlado. Después de ser drenada, la lechada se asienta en una red húmeda de fibras en una malla de alambres como se muestra en la Figura 2. La red es luego planchada y secada para ser consolidada. Las muestras "handsheets" fueron manufacturadas para este trabajo con densidad de área, $\bar{\beta}$ de 20 g m⁻² con diferentes distribuciones de fibras PPS. Los pesos de las fibras cortadas W_f ($W_f = 0.26$) y fibras aglutinantes W_b ($W_b = 0.06$) las cuales juntas constituyen el peso total de la red ($W_t = W_f + W_b$) fueron calculados por la siguiente expresión:

$$W_f = \frac{\pi \bar{\beta} D_{ch}^2 Q}{4 R}$$

(3)

Donde se asume que una proporción $Q = (1 - \%W_t) / 100$ de fibras cortadas aglutinantes de POVH, la cual fue establecida en 20% como es sugerido por TFP [21] para velos comerciales y una estimación proporcional $R = (1 - \%W_f) / 100$ debido a perdidas de fibras durante el proceso de manufactura que fue estimada en 20% como fue calculada previamente midiendo los pesos de los especímenes finales y los pesos de las fibras iniciales como el diámetro de la cámara D_{ch} fue alrededor 159 mm.

La mezcla de las fibras fue mezclada en un litro de agua con un agente defloculante (5-15% Surfactante catiónico) resultando en una lechada.

La cámara de la maquina como formadora de la red (Messmer Instrument Ltd) fue llenada con la lechada, la cual fue mezcla-

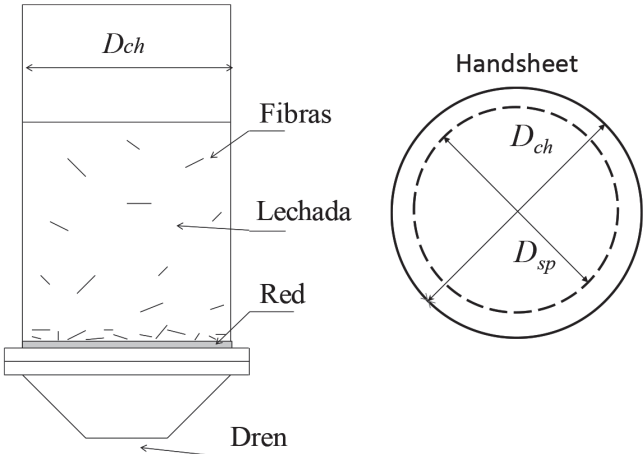


Figura 2: Esquema de manufactura de especímenes "handsheet", ($D_{ch} > D_{sp}$) [19]

da con burbujas de aire para alcanzar una distribución de fibras homogéneamente. Una vez la lechada fue agitada y drenada las fibras fueron asentadas en una malla de nylon (120 m g⁻²), formando una red húmeda con un diámetro D_{ch} establecida por la cámara. La red fue entonces removida de la mezcla de nylon y envuelta con películas de teflón para que la red sea protegida cuando sea mecánicamente consolidada con rodillos. Entonces la red fue planchada por ambas caras a una temperatura de 110 °C para terminar de drenar y secar las fibras aglutinantes. Debido a que estas fibras de PVOH se contraen cuando se calientan el diámetro D_{sp} de la muestra de red seca fue reducida ($D_{sp} \approx 90\% D_{ch}$), vea Figura 2, por ende, su densidad de área se transforma en una densidad de área final nominal, $\bar{\beta}_{sp}$, la cual asumiendo perdidas mínimas es dado por:

$$\bar{\beta}_{sp} = \left(\frac{D_{ch}}{D_{sp}} \right)^2 \frac{\bar{\beta}}{R}$$

(4)

4. CARACTERIZACIÓN DE VELOS

Acorde con la literatura consultada [14,17,22,23] y observaciones experimentales, tres parámetros principales, *tiempo de sedimentación*, *defloculante* y *volumen de solución*, fueron determinados con sensible efecto en la floculación de fibras dentro de la lechada y consecutivamente con un efecto notable en la distribución de fibras a lo largo de las muestras de velos como es mostrada en la Tabla 2.

Con el fin de caracterizar la distribución de las fibras, el método de escaneo óptico, mencionado previamente fue usado en el espécimen (50x50 mm) para medir el coeficiente de variación (CV) de áreas grises en un histograma de frecuencia y usando Eq. (2), el cual representa conglomerado de fibras a través de un área limitada n x n. Muestras de "handsheets" fueron manufacturadas con

Calidad de distribución de fibras	Tiempo de asentamiento de fibras (min)	Defloculante (g)	Volumen de solución, nivel de cámara (%)	Coefficiente de variación (CV)
Comercial (TFP ³)	---	---	---	0.165
Bueno	0	15	100	0.171
Medio	1	5	50	0.174
Pobre	2	2	50	0.182

³TFP: Technical Fibre Products Ltd., Cumbria, UK.

Tabla 2. Características de nonwoven “handsheets”

variaciones en los tres parámetros principales, donde el promedio CV fueron cualitativamente clasificados como: bueno, medio y pobre. Note que mientras se tenga el menor coeficiente de variación, mejor será la distribución de fibras. Para fines comparativos, las muestras comerciales fueron además sujetos a caracterizado mediante escaneo óptico con la menor CV como la Tabla 2 muestra.

Las pruebas de tenacidad a la fractura interlaminar (TFI) para modo I y modo II fueron descritos en detalle en un trabajo previo [24]. Ambas pruebas fueron desarrolladas usando una maquina universal Instron 5969 con una celda de carga de 10 kN. Por lo menos siete iteraciones fueron llevadas a cabo por muestra.

Acorde con el estándar ISO 15024:2001, la prueba para TFI de modo I fue desarrollada a 3 mm min⁻¹. Los datos fueron capturados registrando las coordenadas de carga y desplazamientos de cada 1 mm que recorre la punta de grieta a través del extremo del espécimen (25 x 150 mm). Con los datos, la razón de energía elástica liberada fue calculada por la teoría corregida de vigas como sigue:

$$G_I = \frac{3Px}{2b(a + |\Delta|)}$$

(5)

Donde *P* es la carga aplicada (N), *x* es el desplazamiento de cabezal de la máquina (m), *b* es el espesor de el espécimen (m), *a* es la longitud de la delaminación (m) y Δ es el factor de corrección (m) dado la intercepción de la regresión lineal de *C*^{1/3} contra *a*, cuando *C* = 0. Note que *C* es la “Compliance” y es determinado como *C* = *x*/*P*.

Para TFI modo II, un protocolo de 4 puntos (4 ENF) a una razón de 1 mm min⁻¹ fue desarrollado [9,24]. Similar al modo I, los datos fueron capturados cada 1 mm que corre la punta de grieta a través de un extremo de el espécimen. Subsecuentemente, la razón de liberación de energía elástica fue calculada usando el método de calibración de “compliance” por la ecuación (6).

$$G_{II} = \frac{P^2m}{2b}$$

(6)

Donde *m* es la pendiente de la regresión lineal entre la “compliance”, *C* y la longitud de la delaminación, *a*.

Siguiendo estos métodos, además de las razones de liberación de energía iniciales (*G*_{ic}, *G*_{ilc}), la subsecuente propagación de grieta (*G*_{ilc}, *G*_{ilprop}), fueron además factibles calcular. Dada la inevitable variabilidad mostrada en los especímenes de cada muestra, para claridad sólo algunos ejemplos representativos de comportamientos típicos son presentados en las Figura 3 y Figura 4. A través de un punto promedio y barras de error representando un intervalo de confianza al 95% (95% CI).

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados TFI de modo I son mostrados en la Figura 3. Estos resultados fueron obtenidos siguiendo el estándar ISO 15024:2001 y tratando los datos duros como lo describe la Eq. (5). La reducción de los datos muestra valores intermitentes *G*_{ic} de velos con diferentes calidades que muestran una dependencia de *G*_{ic} en la longitud de delaminación. En contraste, la muestra no intercalada muestra un incremento suave de valores *G*_{ic} mientras la longitud de la delaminación incrementa con valores regulares *G*_{ic}. La Figura 3b muestra una dependencia no significativa de razón de liberación de energía elástica *G*_{ic} en el coeficiente de variación (CV) de muestras de velos. Dado la diferencia dada por la muestra comercial en la propagación de energía liberada *G*_{ilprop} se puede asumir no dependencia significativa de TFI modo I en el coeficiente de variación. Acorde con Ramirez V.A. *et al* [24] el *G*_{ic} decrece mientras las áreas ricas en resina incrementa, no obstante, aparentemente la cantidad de áreas ricas de resina en el umbral de CV de las muestras estudiadas no son muy significantes para causar cualquier efecto sensible en *G*_{ic} por lo tanto, el efecto de los refuerzos

parece ser mas relacionado a la cantidad de fibras de puenteo por unidad de área que su distribución.

La Figura 4 muestra los resultados de la tenacidad a la fractura interlaminar en modo II. Los resultados fueron obtenidos acorde el protocolo para flexión con muesca en el extremo con 4 puntos (4 ENF) [9] y los cálculos de los datos duros fueron llevados a cabo como es descrito en Eq. (6). La R-Curva mostrada

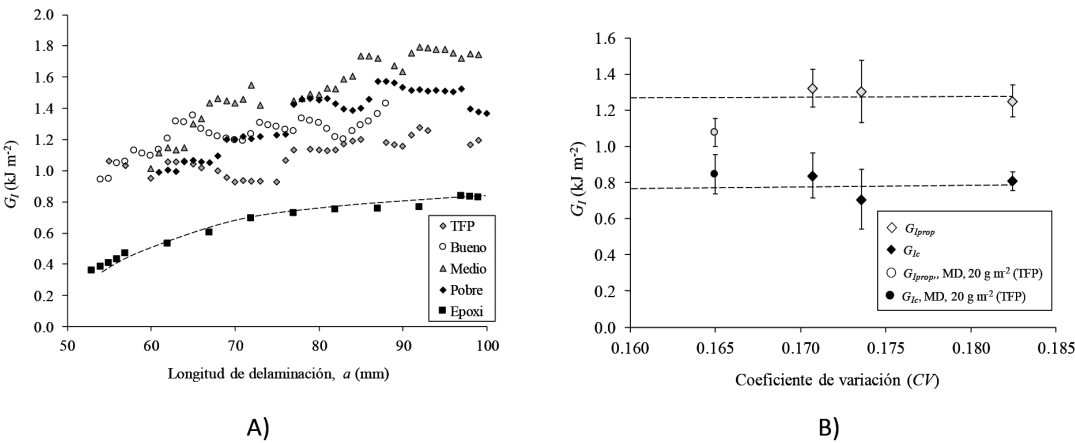


Figura 3: Ejemplos de modo I A) R-Curvas, B) *G_I* versus coeficiente de variación, PPS 1 dtex 20 g m⁻² “handsheets”

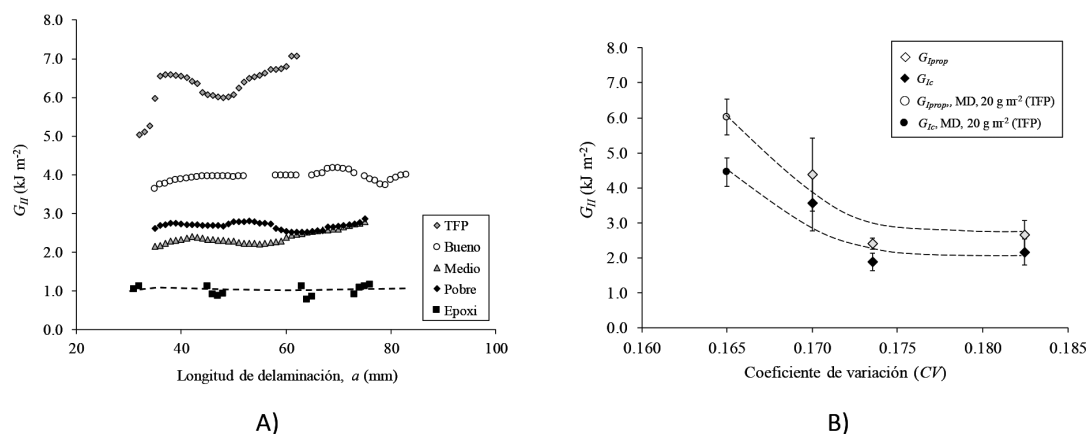


Figura 4: Ejemplos de Modo II A) R-Curvas, B) Energía de fractura G_{II} versus coeficiente de variación, PPS 1 dtex 20 g m⁻² "handsheets"

en la Figura 4 a) no revela dependencia de la energía de la fractura en la longitud de delaminación para las muestras "handsheets", por esta razón los respectivos valores G_{IIc} iniciales y la energía de propagación G_{IIprop} son similares. En contraste la muestra comercial (TFP) muestra una dependencia inicial de energía de fractura en la longitud de la delaminación, pero una constante subsecuente mientras la delaminación corre, apoya que la energía necesaria para causar una grieta G_{IIc} es menor que la energía necesaria para la propagación de delaminación G_{IIprop} el cual es el efecto esperado de refuerzo que esta técnica de velos debería proveer. Note que las muestras intercaladas muestran una distribución muy consistente de datos atribuibles a una regular absorción de energía debido a

absorción de la energía de la fractura para modo II puede ser dado por muchos otros parámetros tales como la fricción de áreas liberadas [25].

Es notable que el refuerzo adicional de la muestra comercial TFP es alrededor de 450% respecto a muestras no intercaladas seguidas por la muestra con buena calidad de distribución de fibras, alrededor 300% respecto a la muestra no intercalada. A pesar de que las muestras con medio y pobre distribución ceden alrededor de 130% de refuerzo respecto a la muestra de control; estas muestras muestran diferencias no significantes entre ellas y sus R-Curvas aparecen sobrepuestas. La Figura 4 b) despliega una gráfica comparativa de energía de la fractura inicial y propagación

en modo II de diferentes calidades de "handsheets". Es notable la dependencia de absorción de energía de fractura mientras el coeficiente de variación crece para valores de CV de 0.165 a 0.175, mientras no hay variación significativa se observa mas allá de estos valores mencionados previamente. La caída de muestras comerciales TFP con la mejor calidad posible de distribución de fibras de buen y mediana calidad de muestras, incluso cuando la muestra con buena distribución no muestra alta variabilidad.

Similar que la TFI en modo I, también Ramirez V.A. et al. [24] observar una fuerte caída de G_{IIc} mientras las áreas ricas en resina se incrementa. Esta dependencia es suficiente dentro de un umbral de valores CV de las muestras estudiadas para causar una sensible caída de G_{IIc} . En contraste, la cantidad de áreas ricas en resina parecen ser insuficientes para resultar en un efecto significativo de G_{IIc} para muestras de pobre y media calidad de distribución, aquí presumiblemente el mecanismo de absorción de energía de la fractura puede corresponder más a la cantidad de fibras de velos por unidad de área que por la distribución de fibras. Note que los valores de energía de fractura para grieta ini-

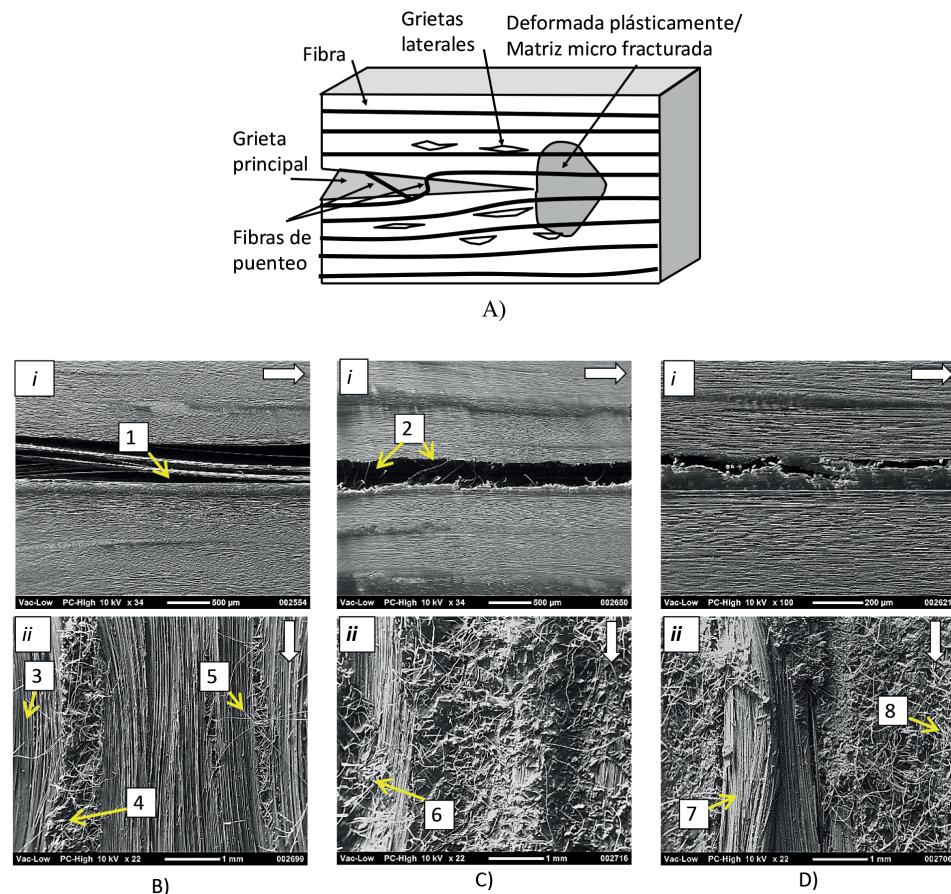


Figura 5: Micrografías de compuestos intercalados, muestra de PPS 1 dtex 20 g m⁻² probada para tenacidad a la fractura interlaminar; i- Perfil de sección transversal, ii- plano medio, A) Esquema de fractura típica de modo I, B) Velo comercial (TFP), C) Velo de buena calidad, D) Velo pobre calidad. 1- Camino de grieta, 2- Mecanismo de puenteo de fibras, 3- Zona epóxica, 4- "Cusps" de resina, 5- Fibras liberadas, 6- Clústers de fibras, 7- Meseta de zona epoxica, 8- Acumulación de fibras de velos/epoxi

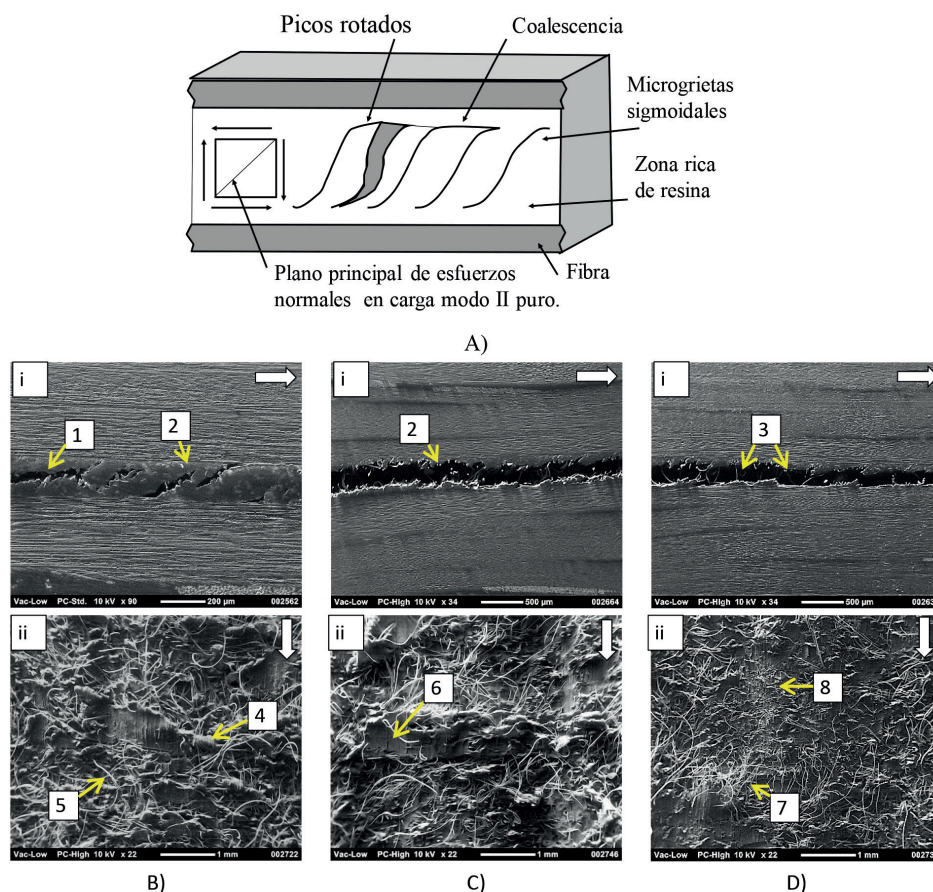


Figure 6: Micrografías de compuestos intercaladas, muestras de PPS 1 dtex 20 g m⁻² probadas para tenacidad a la fractura interlaminar en modo II: i- Perfil de sección transversal, ii- Plano medio, A) Esquema de fractura típica en modo II, B) Velo comercial (TFP), C) Velo buena calidad, D) velo pobre calidad. 1- Camino de grieta, 2- Microgrietas sigmoidales, 3- Mecanismo de micro puenteo de fibras, 4 Resina "cusps", 5. Fibras liberadas, 6- meseta de zona epóxica, 7- Clúster fibras de velo, 8- Micro "cusps"

cial G_{IIC} y la propagación de delaminación G_{IIprop} permanece similar para muestras "handsheet"; esto es consistente con plano y regular R-Curvas como se muestran en Figura 4 a).

6. FRACTOGRAFÍA

Un análisis fractográfico fue llevado a cabo para ilustrar el mecanismo involucrado en la absorción de energía de fractura cuando los compuestos intercalados están sujetos a cargas en modo I y modo II. El mecanismo de absorción de energía resulta de la interacción de los componentes constitutivos de los velos con diferentes calidades de distribuciones de fibras con resina interlaminar y fibra de carbono. Después de los especímenes fueron limpiados, cortados y pulidos (12, 240, 400, 600 y 1200 grit SiC) acorde con el estándar (ASTM E3). El microscopio electrónico (SEM) fue manejado con presión negativa media dado que los especímenes no son conductores, entonces las imágenes SEM fueron obtenidas para análisis.

La Figura 5 muestra la sección transversal y el plano medio de micro graficas de muestras de calidades comerciales, bueno y pobre, donde el crecimiento de grieta es indicado con una flecha en la parte superior de las imágenes. Como es observado en las micrográficas del perfil de la sección transversal (Figura 5-i), la grieta corre principalmente a través del velo en el plano medio con desviaciones intermitentes a ya sea por encima o debajo de la frontera del velo con las fibras de carbono, donde la respectiva interfaz cede la mayoría de las uniones, como es esperado para los velos de PPS intercalados de 20 g m⁻¹ [7]. Esta trayectoria irregular de crecimiento de grieta es consistente con las R-Curvas

irregulares mostradas en la Figura 3 b). Las fibras liberadas y unidas son fácilmente observadas en estas micrográficas, estas fibras fueron parte del denominado mecanismo fibras de puenteo localizado en el plano medio. Las fibras de puenteo absorben energía elástica cuando son sujetas a tensión y, por lo tanto, absorben además energía de la fractura mientras la delaminación crece acorde de Ye Lin *et al.* [26]. Las micrográficas del plano medio revelan diferencias evidentes entre la distribución de zonas de resina epoxi, microgrietas y fibras liberadas. En este trabajo estas microgrietas son llamadas picos. Las micrográficas del plano medio de velos comerciales muestra cintas de zonas de resina epoxi y picos a lo largo del crecimiento de grieta. Las muestras de buena calidad muestran un área de refuerzo mas largo reveladas por fibras liberadas y picos, sin embargo, las zonas con acumulación de fibras y zonas carentes de fibras son evidentes, donde es asumido diferencias dramáticas de densidades de áreas, por lo tanto, coberturas, en los "handsheets". Se observa una marcada diferencia de densidad de fibra en el plano medio en las micrográficas de las muestras de pobre calidad. Aquí son mostradas

acumulaciones de fibras, fibras liberadas y zonas de epoxi planas y profundas, donde se asume que la punta de grieta no encontró resistencia de fractura de las fibras de los velos, pero sólo de la resina epóxica interlaminar y la interfaz fibra de carbono-epoxi. Sin embargo, esta micrografía de velo de pobre calidad también muestra una acumulación de fibra de velos-epoxi que revela clústeres de fibras de velos que cedieron la mayoría de la resistencia a la fractura. Recordando que el refuerzo de fractura modo I es dado por las fibras de puenteo [26], entonces esta acumulación de fibras de velos-epoxi y las fibras de velos liberadas son asumidas como el refuerzo principal cuando los compuestos laminados sufrieron carga en modo I.

La Figura 6 muestra un perfil de sección transversal y micrografías "in-plane" de muestras de velo de calidad comercial, bueno y malo, mostrando el camino de grieta con una flecha blanco sobre las imágenes. Estas imágenes SEM revelan que la grieta principal corrió principalmente a través del plano medio en la mayoría de las muestras. Por ejemplo, el camino de grieta de la muestra comercial es irregular y típicamente dentado. Este tipo de trayectoria dentada corresponde con la coalescencia de microgrietas sigmoidales a lo largo de los planos de esfuerzos principales en 45°, como es visto en la Figura 6, la cual emerge al frente de la punta de grieta cuando un material es puramente cargado en modo II, como la Figura 6 a)-i muestra [7,27]. En muestras no intercaladas, los picos son huellas de la absorción de energía de la fractura. Sin embargo, en las presentes muestras intercaladas los picos interactúan con las fibras de velos por el mecanismo de puenteo de fibras [28] como es fácilmente observado en las muestras con buenas y malas calidades en Figura 6 i-b), c) sin diferencia significativa entre ellos.

Los picos son bastante más evidentes en la Figura 6-ii-a),b),c) en la micrografía "in-plane". La muestra comercial muestra picos uniformemente distribuidos y fibras liberadas porque el frente de grieta crece principalmente dentro del plano medio. Los picos se vuelven menos planos ya sea en dimensiones o distribución mientras la distribución de fibras decrece, con algunas mesetas de zonas epoxi aparecieron entre clústeres de picos y las fibras liberadas muestra ligeros clústeres entre los picos. Estas diferencias pueden ser atribuibles a cambios intermitentes de la trayectoria del frente de grieta a través de las superficies "in-plane", donde la interfaz de fibra de carbono-velo falló en vez de una falla, por lo tanto, absorción de energía a través del velo. No obstante, diferencias significantes pueden ser observados en una muestra distribución pobre, donde clústeres de picos planos y bien definidos de fibras liberadas son fácilmente apreciadas. Esto puede ser evidente cuando el frente de grieta principalmente ya sea sobre o debajo del plano medio, resultando picos poco profundos o microgrietas sigmoidales que absorben poca energía de fractura.

7. CONCLUSIONES

Este trabajo presenta una breve descripción del proceso usado para manufacturar muestras "handsheets" de textiles no tejidos de fibras de PPS acorde a la técnica "wet-laid" para hacer hojas de papel. Se observó que los parámetros tal como la cantidad de agente defloculante, tiempo de asentamiento de fibra y el volumen de solución mostró un efecto significativo en la distribución de fibras a lo largo de la red. Adicionalmente, parámetros tal como tiempo de drenado (con filtro de nylon-tela de teflón como retardante) y velocidad de sacudido mostró un efecto secundario en la calidad de las redes.

Acorde con los datos presentados, se observó que no hubo efecto significativo de distribución de fibra de redes en "handsheets" en modo TFI en modo I. Esto puede sugerir que la energía de la fractura es absorbida mas por la cantidad de fibras y resina por unidad de área en vez de la distribución de fibras. Imágenes mostraron el mecanismo de puenteo de fibras para todas las fibras. No obstante, estas imágenes apoyan las diferencias notables de fracturas a través del perfil de área transversal o el plano medio entre especímenes intercalados con diferentes calidades de "handsheets". Por el contrario, se observe una fuerte influencia en la absorción de energía de fractura mientras la calidad decrece para TFI en modo II, la cual implica que la energía de fractura depende principalmente en la distribución de fibras y áreas ricas en epoxi que sólo la cantidad de estos constituyentes. Las imágenes fractográficas mostraron claramente el mecanismo micro-puenteo entre grietas sigmoidales en frente del frente de grieta a través del perfil del área transversal. Sin embargo, fuertes diferencias son encontradas en imágenes de medio plano, donde es evidente en el tamaño y distribución de picos, así como en la acumulación de fibras de "handsheet" cuyas características son atribuibles a la cantidad de energía de fractura absorbida.

REFERENCIAS

- [1] Garg A. C., "Delamination—a damage mode in composite structures," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 29, no. 5, pp. 557-584, 1988.
- [2] Hogg P.J., "Strategies for Improving the Damage Tolerance of Future Composite Materials," presented at the RISO International Symposium on: Composite materials for structural performance: towards higher limits, RISO Technical University of Denmark, 5-9 September 2011, 2011.
- [3] Hogg P. J., "Toughening of thermosetting composites with thermoplastic fibres," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 412, no. 1-2, pp. 97-103, 2005.

- [4] Potluri P., Hogg P., Arshad M., Jetavat D., and Jamshidi P., "Influence of Fibre Architecture on Impact Damage Tolerance in 3D Woven Composites," (in English), *Applied Composite Materials*, vol. 19, no. 5, pp. 799-812, 2012/10/01 2012.
- [5] Khondker O. A., Leong K. H., Herszberg I., and Hamada H., "Impact and compression-after-impact performance of weft-knitted glass textile composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 36, no. 5, pp. 638-648, 2005.
- [6] Cantwell W. J. and Morton J., "The impact resistance of composite materials -- a review," *Composites*, vol. 22, no. 5, pp. 347-362, 1991.
- [7] Ramirez V. A., Sampson W. W., and Hogg P. J., "The influence of the nonwoven veil architectures on interlaminar fracture toughness of interleaved composites," *Composites Science and Technology*, 2015.
- [8] Kuwata M. and Hogg P. J., "Interlaminar toughness of interleaved CFRP using non-woven veils: Part 1. Mode-I testing," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, no. 10, pp. 1551-1559, 2011.
- [9] Kuwata M. and Hogg P. J., "Interlaminar toughness of interleaved CFRP using non-woven veils: Part 2. Mode-II testing," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, no. 10, pp. 1560-1570, 2011.
- [10] Ramirez-Elias V.A., Ledesma Orozco E.R., Hernandez-Moreno H., Vargas-Rojas E., Puente-Medellin L.F., Celaya-Garcia L.D., , "Structural effect of stepped reinforcements of composites into a firewall of an aircraft," *DYNA*, vol. 94, p. 486, 2019.
- [11] Moreno-Fernandez M.E., Pinilla J., Mayo-Corrochano C., "Methodology of identification of materials for intervention of architectural heritage," *DYNA*, vol. 92, pp. 163-167, 2017.
- [12] Sampson W. W., *Modelling Stochastic Fibrous Materials with Mathematica®*. Springer, 2008.
- [13] Sampson W. W., "Cellular Materials - Stochastic Fibrous Networks," ed. University of Manchester 2012, p. 29.
- [14] Dodson C. T. J., Y.Oba, and W. W. Sampson, "On the distribution of mass, thickness and density in paper," 2000.
- [15] Mao N. and Russell S. J., "Chapter 13 - Fibre to Fabric: Nonwoven Fabrics A2 - Sinclair, Rose," in *Textiles and Fashion*: Woodhead Publishing, 2015, pp. 307-335.
- [16] Sampson W.W., "Cellular Materials-Stochastic Fibrous Networks," ed, 2012, p. 29.
- [17] Yousfani, R. H. Gong, and I. Porat, "Manufacturing of fibreglass nonwoven webs using a paper making method and study of fibre orientation in these webs," *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, pp. 61-67, 2012.
- [18] T 205 sp-02 Forming handsheets for physical tests of pulp, 2002.
- [19] Ramirez-Elias V., "Effect of nonwoven architectures on interlaminar fracture toughness of interleaved composites," PhD, Department of Materials, University of Manchester, United Kingdom, 1, 2015.
- [20] ISO 15024:2001, 2001.
- [21] TFPGlobal. (2014). Technical Fibre Products Ltd. Available: <http://www.tfpglobal.com/>
- [22] Kerekes R. and Schell C., "Characterization of fibre flocculation regimes by a crowding factor," *Journal of Pulp and Paper Science*, vol. 18, no. 1, pp. J32-J38, 1992.
- [23] Beghella L., *The tendency of fibers to build flocs*. Åbo Akademi University, Finland, 1998.
- [24] Ramirez V., P. Hogg, and W. Sampson, "The influence of nonwoven veil structure on Mode I and Mode II interlaminar fracture toughness," *Composites Science and Technology*, 2014 2014.
- [25] Struecker, B.D., "Effect of Friction on the Perceived Mode II Delamination Toughness from Three- and Four-Point Bend End-Notched Flexure Tests," *Composite Structures: Theory and Practice*, ASTM STP 1383, P. Grant and C.Q. Rousseau, vol. American Society for Testing and Materials, pp. 334-344, 2000.
- [26] Ye L. and Friedrich K., "Fibre bridging in double cantilever beam specimens and its effect on mode I interlaminar fracture toughness," (in English), *Journal of Materials Science Letters*, vol. 11, no. 22, pp. 1537-1539, 1992/01/01 1992.
- [27] Hibbs and Bradley W. L., "Correlations between micromechanical failure process and the delamination toughness of graphite/epoxy systems," presented at the *Fractography of modern engineering materials: Composites and Metals*, Nashville Tenn. USA, 1987, 1987.
- [28] de Moraes A. B. and Pereira A. B., "Application of the effective crack method to mode I and mode II interlaminar fracture of carbon/epoxy unidirectional laminates," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, no. 3, pp. 785-794, 2007.

AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer al personal de NCEF en la Universidad de Manchester por su asesoría invaluable, a Technical Fibre Products Ltd, Cumbria UK por su proveeduría de materia prima para manufactura de "handsheets" y por su apoyo económico durante los estudios doctorales de V.A. Ramirez por parte de CONACyT, México.