



Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C.

Posgrado en Materiales Poliméricos

**ESTUDIO DE LOS CAMPOS DE DESPLAZAMIENTO EN LA
VECINDAD DE UNA GRIETA EN UN MATERIAL
COMPUESTO DE FIBRAS DE CARBONO MODIFICADAS
CON NANOHOJUELAS DE GRAFENO Y MATRIZ EPÓXICA**

Tesis que presenta

I.F. MIREYLY ESTEFANÍA PÉREZ HERNÁNDEZ

En opción al título de

MAESTRA EN CIENCIAS (MATERIALES POLIMÉRICOS)

Mérida, Yucatán, México

Marzo 2022

DECLARACIÓN DE PROPIEDAD

Declaro que la información contenida en la sección de Materiales y Métodos, los Resultados y Discusión de este documento proviene de las actividades de investigación realizadas durante el período que se me asignó para desarrollar mi trabajo de tesis, en las Unidades y Laboratorios del Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., y que a razón de lo anterior y en contraprestación de los servicios educativos o de apoyo que me fueron brindados, dicha información, en términos de la Ley Federal del Derecho de Autor y la Ley de la Propiedad Industrial, le pertenece patrimonialmente a dicho Centro de Investigación. Por otra parte, en virtud de lo ya manifestado, reconozco que de igual manera los productos intelectuales o desarrollos tecnológicos que deriven o pudieran derivar de lo correspondiente a dicha información, le pertenecen patrimonialmente al Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., y en el mismo tenor, reconozco que si derivaren de este trabajo productos intelectuales o desarrollos tecnológicos, en lo especial, estos se registrarán en todo caso por lo dispuesto por la Ley Federal del Derecho de Autor y la Ley de la Propiedad Industrial, en el tenor de lo expuesto en la presente Declaración.



Mireyly Estefanía Pérez Hernández

CENTRO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA DE YUCATÁN, A. C.

POSGRADO EN CIENCIAS MATERIALES POLIMÉRICOS



RECONOCIMIENTO

Por medio de la presente, hago constar que el trabajo de tesis de **Mireyly Estefanía Pérez Hernández** titulado “**Estudio de los campos de desplazamiento en la vecindad de una grieta en un material compuesto de fibras de carbono modificadas con nanohojuelas de grafeno y matriz epóxica**”, fue realizado en la Unidad de Materiales, línea de investigación de Materiales Compuestos y Nanomateriales, del Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. bajo la dirección del **Dr. Pedro Jesús Herrera Franco**, perteneciente al Programa de Posgrado en Ciencia de Materiales Poliméricos de este Centro.

Atentamente



Dra. Cecilia Hernández Zepeda
Directora de Docencia

Mérida, Yucatán, México, a 9 de marzo de 2022

AGRADECIMIENTOS

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca otorgada con número 673991.

Agradezco a mi asesor el Dr. Pedro Jesús Herrera Franco por su invaluable apoyo académico, dedicación y confianza durante mi estancia en el Centro de Investigación Científica de Yucatán (CICY).

Agradezco a los integrantes de mi comité tutorial, el Dr. Alex Valadez González y el Dr. Emilio Pérez Pacheco por sus aportaciones, sugerencias y comentarios que han contribuido a la realización y desarrollo de este trabajo. Al igual agradezco a mis revisores, el Dr. Carlos Rolando Ríos Soberanis y el Dr. Rubén Domínguez Maldonado por sus aportaciones y comentarios que han servido para la realización de este trabajo.

Un agradecimiento a los técnicos de laboratorio del CICY: Javier Cauich Cupul y María Verónica Moreno Chulim, por sus apoyos y asistencias técnicas en la realización de los experimentos este trabajo. También un agradecimiento a Abad Arcos Alomía, por su apoyo y sus aportes durante el desarrollo de este trabajo.

Un agradecimiento especial al Dr. Pierre Geovanny Mani González y al Departamento de Física y Matemáticas de la Universidad Autónoma de Ciudad Juárez por su disposición y apoyo en los experimentos de caracterización de este trabajo.

Un profundo agradecimiento a mi madre y a mi padre, por ser ellos mi ejemplo de superación, por brindarme su apoyo incondicional, motivación durante la realización de este posgrado y estar siempre pendientes de mí a la distancia. Agradezco también a mi hermana y hermanito por el apoyo moral que me han brindado.

Finalmente, quiero agradecer a Carlos Alonso Collí Villagrán por su cariño, ayuda, paciencia, motivación y apoyo moral durante la realización de este posgrado.

*Dedicado a mis padres y grandes amores, Bruno y Norma,
quienes, a su peculiar manera han sembrado en mí el gusto por la ciencia.*

CONTENIDO	Pág
LISTA DE TABLAS	iii
LISTA DE FIGURAS	iv
RESUMEN	vii
ABSTRACT	viii
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1. ANTECEDENTES	4
1.1 Marco teórico	5
1.1.1. Grafeno	5
1.1.2. Material compuesto	6
1.1.3. Materiales compuestos jerárquicos	8
1.1.4. Modo de fallas en un material laminado	9
1.1.5. Determinación del factor de intensidad de esfuerzos	13
1.1.6. Interferometría de luz láser (Moiré interferométrico)	14
1.2 HIPÓTESIS	21
1.3 OBJETIVO	21
1.3.1. Objetivo general	21
1.3.3. Objetivos particulares	21
CAPÍTULO 2. MATERIALES Y METODOLOGÍA	22
2.1 Materiales	23
2.2 Preparación del material	23
2.2.1. Corte del tejido de fibras de carbono	24
2.2.2. Proceso de oxidación de las fibras de carbono	24
2.2.3. Funcionalización del grafeno	26
2.2.4. Recubrimiento de las fibras de carbono	26
2.2.5. Caracterización espectroscópica y morfológica	28
2.2.6. Preparación del laminado	30
2.2.7. Preparación de la superficie del material y corte de las probetas	33
2.2.8. Incorporación de las rejillas de difracción a las probetas	35
2.3 Montaje experimental para interferometría	37
2.4 Factor de intensidad de esfuerzos	39

CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y DISCUSIONES	41
3.1 Caracterización espectroscópica y morfológica de la fibra de carbono y las nanohojuelas de grafeno	41
3.1.1. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier	41
3.1.2. Microscopía Electrónica de Barrido con Detector de Energía Dispersiva de rayos X	43
3.1.3. Espectrometría de Fotoelectrones inducidos por rayos X	46
3.1.4. Microscopía de Fuerza Atómica	51
3.2 Análisis de deformaciones y comportamiento de fractura	52
3.2.1. Medición del campo de desplazamiento en dirección x.....	52
3.2.2. Medición del campo de desplazamiento en dirección y	62
3.2.3. Análisis comparativo de los resultados de deformaciones en x y y.....	72
CONCLUSIONES	74
PERSPECTIVAS	76
REFERENCIAS	77

LISTA DE TABLAS	Pág
Tabla 2.1 Muestras de FC con diferentes recubrimientos	29
Tabla 2.2 Propiedades de los laminados preparados con diferentes tratamientos de FC.	40
Tabla 3.1 Elementos presentes en los diferentes tratamientos de las fibras de carbono...	45
Tabla 3.2 Valores obtenidos de XPS de los elementos presentes en los diferentes materiales	51
Tabla 3.3 Valores de ϵ_x en los tres tratamientos de las FC obtenidos en tres puntos iguales en cada caso	61
Tabla 3.4 Valores de K_I para los tres tratamientos de las FC en 3 puntos	62
Tabla 3.5 Valores de ϵ_y en los tres tratamientos de las FC obtenidos en tres puntos iguales en cada caso	71
Tabla 3.6 Valores de K_I para los tres tratamientos de las FC en 3 puntos	71

LISTA DE FIGURAS

	Pág
Figura 1 Diagrama esquemático de la zona de la interfase de un material compuesto jerárquico	2
Figura 1.1. Esquema del proceso de obtención del óxido de grafeno [24]	5
Figura 1.2. Proceso de síntesis de nPG-GPTMS [25]	6
Figura 1.3. Clasificación de materiales compuestos	7
Figura 1.4. Secuencia de laminación unidireccional y bidireccional	7
Figura 1.5. Ejemplo de un material compuesto jerárquico	9
Figura 1.6. Modos de desplazamiento de la superficie de la grieta. (a) modo I (apertura), (b) modo II (deslizamiento) y (c) modo III (desgarre)	10
Figura 1.7. Modelo de grieta para modo I	12
Figura 1.8. Especificaciones de la muestra siguiendo las indicaciones de ASTM E 1820 [33].	13
Figura 1.9. Montaje experimental [35]	15
Figura 1.10. Desplazamientos en una sola dirección [36]	16
Figura 1.11. Distribuciones de desplazamientos usando Moiré interferométrico (a) desplazamiento en x (b) desplazamiento en y	19
Figura 2.1. Esquema del proceso de estudio del material compuesto nanohojuelas de grafeno / FC / resina epóxica.	22
Figura 2.2. Corte de las Fibras de Carbono y b) Tejido de fibras colocado en las cribas para el proceso de oxidación	24
Figura 2.3. Procedimiento esquematizado de oxidación de las fibras de carbono	25
Figura 2.4. Procedimiento esquematizado de la funcionalización del grafeno	26
Figura 2.5. Proceso de funcionalización del grafeno	27
Figura 2.6. Esquema de orientación de las capas del laminado	30
Figura 2.7. Procedimiento de laminado del material compuesto. (a) Formación del laminado con secuencia geométrica, (b) técnica de bolsa de vacío y (c) material compuesto laminado	31
Figura 2.8. Procedimiento de bolsa de vacío para la elaboración del laminado	32
Figura 2.9. Procedimiento para la preparación de la superficie del material previa a la colocación de la rejilla	33

Figura 2.10. Esquema de la aplicación de la carga usando la nomenclatura del ASTM E 1820-01 Método de prueba estándar para medir la tenacidad a la fractura	34
Figura 2.11. Probetas de FC / resina epóxica	35
Figura 2.12. Rendijas (a) antes de la deposición de oro y (c) después de la deposición de oro	36
Figura 2.13. Incorporación de la rejilla de difracción a las probetas	37
Figura 2.14. Haces incidentes de la muestra	38
Figura 2.15. Montaje experimental	39
Figura 2.16. Esquema de la geometría del espécimen para carga en 3 puntos	39
Figura 3.1. Espectros FTIR de nanohojuelas de grafeno a) prístino y b) funcionalizado con agente silano z-6040	42
Figura 3.2. Espectro FTIR de FC con recubrimiento de resina epóxica DER331	42
Figura 3.3. FTIR de FC con nPG-GPTMS al a) 0.1% y b)0.25%	43
Figura 3.4. MEB de FC con a) recubrimiento de resina epóxica, b) recubrimiento de resina epóxica y nPG-GPTMS al 0.1% y b) recubrimiento de resina epóxica y nPG-GPTMS al 0.25%	43
Figura 3.5. EDX de las FC funcionalizadas con a) resina epóxica, b) resina epóxica y 0.1% de nPG-GPTMS y c) resina epóxica y 0.25% de nPG-GPTMS	44
Figura 3.6. XPS de los nPG y nPG-GPTMS en la señal C1s	46
Figura 3.7. XPS de las fibras de carbono con los tres tratamientos superficiales, solo resina, 0.1%nPG-GPTMS y 0.25% de nPG-GPTMS en la señal C1s	47
Figura 3.8. XPS de los nPG y nPG-GPTMS analizados en O1s	48
Figura 3.9. XPS de las fibras de carbono con los tres tratamientos superficiales, solo resina, 0.1%nPG-GPTMS y 0.25% de nPG-GPTMS en la señal O1s	49
Figura 3.10. XPS en la de S2p de los nPG. nPG-GPTMS, FC con tratamiento superficial de resina, FC con tratamiento superficial de 0.1% nPG-GPTMS y FC con tratamiento superficial de 0.25% nPG-GPTMS	50
Figura 3.11. Topografía de MFA de a) fibra recubierta con resina, b) 0.1% de nPG-GPTMS, c) 0.25% de nPG-GPTMS	51
Figura 3.12. Imágenes del patrón de Moiré sin carga a la izquierda y con carga a la derecha mostrando desplazamientos en la dirección x con una carga de 100.744 N para los diferentes tratamientos del material a) solo resina, b) resina con 0.1%nPG-GPTMS y c) resina con 0.25% nPG-GPTMS	54

Figura 3.13. Gráfica del orden de franjas para el tratamiento con solo resina, medido en la dirección x	55
Figura 3.14 Gráfica de desplazamientos en dirección x del material con tratamiento de solo resina	56
Figura 3.15. Gráfica de deformación ϵ_x en la muestra con tratamiento de solo resina	57
Figura 3.16. Gráfica de deformación en x en la probeta con tratamiento de resina y 0.1% de nPG-GPTMS	58
Figura 3.17. Gráfica de deformación en x para el tratamiento de FC con resina y con 0.25% de nPG-GPTMS	59
Figura 3.18. Imágenes del patrón de Moiré sin carga a la izquierda y con carga a la derecha mostrando desplazamientos en la dirección y con una carga de 100.744 N para los diferentes tratamientos del material a) solo resina, b) resina con 0.1%nPG-GPTMS y c) resina con 0.25% nPG-GPTMS	63
Figura 3.19. Gráfica del orden de franjas para el tratamiento con solo resina, medido en la dirección y	65
Figura 3.20 Gráfica de desplazamientos en dirección y del material con tratamiento de solo resina	66
Figura 3.21. Gráfica de deformación ϵ_y en la muestra con tratamiento de solo resina ..	67
Figura 3.22. Gráfica de deformación en y en la probeta con tratamiento de resina y 0.1% de nPG-GPTMS	68
Figura 3.23. Gráfica de deformación en y para el tratamiento de FC con resina y con 0.25% de nPG-GPTMS	69

RESUMEN

En este trabajo se estudió la incorporación de nano inclusiones en la zona interfacial entre la fibra y la matriz para mejorar las propiedades efectivas de materiales compuestos poliméricos. Diversos trabajos han reportado que la incorporación de estas nano inclusiones mejora las propiedades mecánicas del material, como es el caso de materiales compuestos de fibra de carbono modificados con nanohojuelas de grafeno embebidas en matriz epóxica. Sin embargo, se tiene poco conocimiento del comportamiento mecánico de este material en la vecindad de una grieta.

En este estudio, se analizó el efecto de la presencia de las nanohojuelas de grafeno funcionalizadas con silano en la zona de la interfase fibra de carbono/matriz epóxica. Se seleccionaron dos concentraciones de nanohojuelas de grafeno, 0.1% y 0.25% y se realizó la caracterización fisicoquímica de los materiales. Se preparó un material compuesto con 8 capas y una secuencia de laminación de $(0^\circ/90^\circ/+45^\circ/-45^\circ)_s$ y se cortaron las probetas siguiendo la geometría de la norma ASTM E1820, para pruebas de tenacidad a la fractura con cargas en tres puntos. Se empleó la técnica de Moiré interferométrico para estudiar el campo de deformación en la vecindad de la grieta y se obtuvieron de manera experimental los valores del factor de intensidad de esfuerzos en 6 puntos cercanos a la grieta. Para la elaboración del laminado, primeramente, se retiró el sizing comercial de las fibras de carbono y se depositaron las nanohojuelas de grafeno silanizadas en la superficie de la fibra mediante la técnica de “hand lay-up”. Posteriormente, se preparó el material compuesto laminado nanohojuelas de grafeno/FC/resina epóxica empleando la técnica de laminación húmeda en Bolsa de Vacío (Wet lay-up vacuum bagging). Se aplicaron cargas a la probeta en una configuración de flexión en tres puntos empleando una carga de 100.81 N (10.28 kgf), se determinaron las funciones del campo de deformación en x y y usando el método de Moiré interferométrico. Únicamente se tomaron en cuenta las deformaciones en tres puntos cercanos a la punta de la grieta, situados a 0.5 mm, 1 mm y 1.5mm. Los resultados de la deformación en x a 0.5 mm de la punta de la grieta indican una mejora en la deformación del 64% para la concentración de 0.1% y de 87% para 0.25%. Los valores de intensidad de esfuerzo en el mismo punto muestran un mejoramiento de 47% para concentración de 0.1% y 79% para la concentración de 0.25%. Los valores de intensidad de esfuerzo medidos en 0.5 mm se acercan más al valor teórico calculado. Los resultados de las mediciones con el método de Moiré interferométrico demostraron que, la presencia de las nanohojuelas de grafeno en la zona de la interface resulta en una mejora en la distribución de las deformaciones en x alrededor de la grieta.

ABSTRACT

The incorporation of nanofillers in the interphase zone between the fiber and matrix of nanocomposite materials has been studied to improve the effective properties of polymeric composite materials. Several works have reported that the incorporation of these nano-inclusions improves the mechanical properties of the material, as is the case of carbon fiber composite materials modified with graphene nanoplatelets embedded in an epoxy matrix. However, little is known about the mechanical behavior of this material in the vicinity of a crack.

In this study, the effect of the presence of silane-functionalized graphene nanoplatelets in the carbon fiber/epoxy matrix interface was analyzed. Two concentrations of graphene nanoplatelets, 0.1% and 0.25%, were selected and the physicochemical characterization of the materials was carried out. A composite material with 8 layers and a lamination sequence of $(0^\circ/90^\circ/+45^\circ/-45^\circ)_s$ was prepared and the specimens were cut following the geometry of the ASTM E1820 standard, for fracture toughness tests, with loads at three points. The interferometric Moiré technique was used to study the deformation field in the vicinity of the crack and the stress intensity factor values were obtained experimentally at 6 points near the crack. For the preparation of the laminate, first, the commercial sizing of the carbon fibers was removed and the silanized graphene nanoplatelets were deposited on the surface of the fiber using the “hand lay-up” technique. Subsequently, the graphene/FC/epoxy resin laminated composite material was prepared using the Wet lay-up vacuum bagging technique. Loads were applied to the specimen in a three-point bending configuration using a load of 100.81 N (10.28 kgf), and strain field functions in x and y were determined using the interferometric Moiré method. Only the deformations at three points near the tip of the crack, located at 0.5 mm, 1 mm and 1.5 mm, were taken into account. The results of the strain in x at 0.5 mm from the crack tip indicate a strain improvement of 64% for the 0.1% concentration and 87% for the 0.25% concentration. The stress intensity values at the same point show an improvement of 47% for the 0.1% concentration and 79% for the 0.25% concentration. The stress intensity values measured at 0.5 mm are closer to the calculated theoretical value. The results of the measurements with the interferometric Moiré method showed that the presence of the graphene nanoplatelets in the interface zone results in an improvement in the distribution of the deformations in x around the crack.

INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos jerárquicos con diferentes niveles de dimensionalidad han atraído el interés de varios investigadores en el campo de los materiales compuestos. Mejoras en las propiedades generales de los materiales compuestos jerárquicos han resultado en un fortalecimiento de los materiales compuestos y los han hecho comercialmente viables. Diferentes categorías de materiales compuestos jerárquicos han sido clasificados como 0D, 1D, 2D y 3D. Estudios recientes han revelado que la alta relación de aspecto, la baja densidad y características generales de nanotubos de carbono (NTC, 1D) y del grafeno (2D) hace a estos alótropos del carbono más prometedores que las buckyballs (0D) y el grafito 3D. La inestabilidad dimensional de los materiales compuestos jerárquicos puede abordarse mediante tratamientos superficiales como la funcionalización [1].

Los materiales compuestos laminados tales como los materiales compuestos de fibras de carbono/epoxi, se han utilizado ampliamente en una variedad de aplicaciones estructurales debido a sus cualidades mecánicas superiores, durabilidad y resistencia a la corrosión en comparación con materiales tradicionales como los metales. Se consideran sustitutos de metales ideales en una variedad de aplicaciones estructurales, como vehículos, aeroespaciales, terrestre y turbinas eólicas. El desempeño de los materiales compuestos de matriz polimérica se ve influenciados principalmente por las características mecánicas de los componentes individuales de los compuestos (fase de matriz y fase de refuerzo), la cantidad de carga de cada componente, la matriz y la unión interfacial de refuerzo, fibra alineaciones y otros factores [2,3,4].

Las estructuras de las aeronaves y vehículos terrestres contienen muchos agujeros y muescas debido a la presencia de ventanas, puertas, puntos de acceso y también para juntas atornilladas. Aunque es bien sabido que atornillado las juntas no son la mejor solución para los componentes compuestos, siguen siendo el medio principal de unir estructuras de aeronaves compuestas. El desarrollo de concentraciones de esfuerzo debido a la presencia de muescas en las estructuras hechas con materiales compuestas siempre ha sido una gran preocupación. Luego, esto ha dado lugar a la realización de muchos estudios para investigar la presencia de muescas en laminados reforzados con fibra [5]. En los últimos años el estudio y creación de nuevos materiales compuestos de matriz polimérica ha tomado mucha relevancia debido a las ventajas que tienen sobre los materiales convencionales como el concreto y el acero. Sin embargo, estos nuevos materiales avanzados están limitados por su tenacidad a la fractura especialmente cuando se tiene la presencia de una grieta [6], por lo que se busca mejorar esta propiedad con el

adicionamiento de nanorellenos o nano inclusiones en la matriz polimérica que es precisamente la zona débil del material. Toshiya Kamae y Lawrence T. Drzal (2012) han demostrado que la incorporación de NTC a la interfase fibra-matriz, mejora notoriamente las propiedades mecánicas efectivas del material cuando se somete a pruebas de compresión, tensión y de cortante en viga corta [7]. Sheyhan et al. [8], demostraron que la incorporación en un 0.3% en peso de nanotubos de carbono de pared múltiple en la zona de la matriz polimérica dio como resultado módulos elásticos más altos, incrementando la tenacidad a la fractura del material [8]. Para la incorporación de las nano inclusiones en la superficie de las fibras, estas se someten a procesos oxidativos que aumentan la rugosidad y mejoran la adherencia entre las nano inclusiones y con ello se mejora la adherencia interfacial entre la fibra tratada superficialmente y la matriz polimérica [9].

Para analizar el efecto de las nano inclusiones en un material jerárquico es de importancia estudiar y comprender el comportamiento de su microestructura. Para esto, es necesario utilizar técnicas lo suficientemente sensibles para detectar cambios en forma de desplazamientos en el material compuesto, que, por su alta rigidez, dichos desplazamientos pueden ser muy pequeños. Una alternativa muy atractiva la ofrecen los métodos ópticos de alta resolución, tales como la técnica de Moiré utilizando interferometría de luz láser. Se pueden medir deformaciones del material a partir de los desplazamientos que este sufre cuando se le aplica una carga. Savalia & H.V. Tippur (2006) han estudiado cómo se comporta el material cuando se incorporan nano inclusiones utilizando de interferometría de Moiré combinado con el método de elementos finitos [10,11].

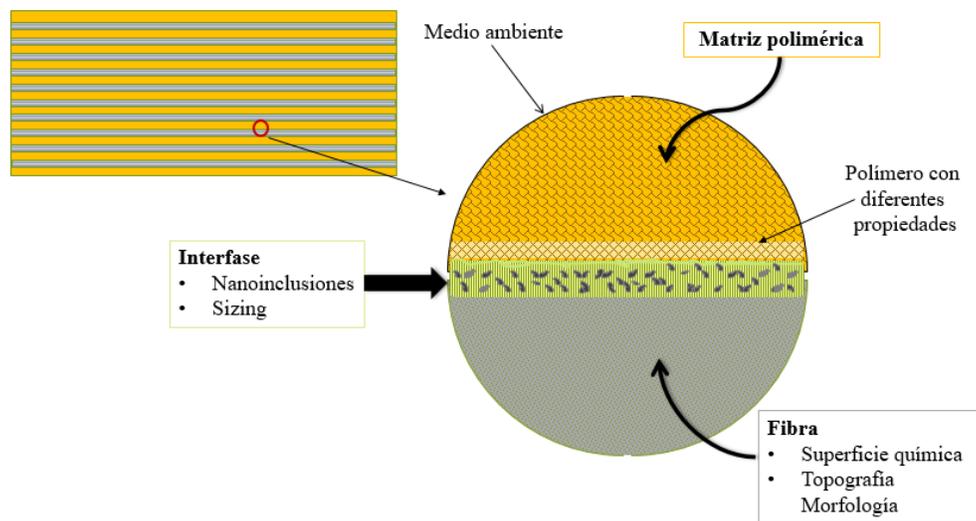


Figura 1. Diagrama esquemático de la zona de la interfase de un material compuesto jerárquico.

Sin embargo, existen muchos trabajos que reportan propiedades efectivas del material ante la

presencia de nanoinclusiones, pero para el caso particular del material que se estudia no se ha hecho un análisis de qué sucede con el campo de deformaciones en la vecindad de la grieta. Por ello, en este trabajo se aborda el análisis en condiciones estacionarias, de las propiedades mecánicas de un material compuesto reforzado con fibras continuas de carbón y cuya interfase fibra-matriz ha sido modificada con la adición de hojuelas de grafeno. Específicamente, se estudia el comportamiento mecánico en forma de laminado como elemento estructural conformado por fibras de carbono modificadas con nanohojuelas de grafeno con dos concentraciones de 0.1% y 0.25%, embebidas en resina epóxica. Se analizan probetas de estos materiales con carga en tres puntos ante la presencia de una grieta. Se hace un análisis del campo de deformación y para esto se emplearán métodos ópticos, específicamente el método de Moiré interferométrico. Para la medición de la intensidad del campo de esfuerzos en la punta de la grieta y cerca de ella, se calcula el factor de intensidad de esfuerzos en puntos en la vecindad de la grieta para determinar que el efecto que produce la concentración de nanohojuelas de grafeno ante la presencia de la grieta y si se produce una mejora de propiedades mecánicas del material. En este trabajo, se determina el efecto de la adherencia interfacial de un material compuesto fibra de carbono/resina epóxica en sus propiedades de fractura. Para tener un parámetro de referencia y saber si las propiedades de adherencia mejoran, se elaboraron muestras de tres tipos. La primera va a ser sin la adición de las nanohojuelas de grafeno en la superficie de la FC y las otras dos con la incorporación de las nanohojuelas de grafeno en la superficie de la FC a dos diferentes concentraciones, 0.1% y 0.25%, que se utilizan como referencia de las posibles mejoras. Las pruebas mecánicas y mediciones se hacen exactamente igual para los tres tipos de muestras.

CAPÍTULO 1

ANTECEDENTES

Debido a las excelentes propiedades mecánicas de estos materiales compuestos, se utilizan en algunos elementos estructurales, especialmente cuando se requiere de alta rigidez y resistencia, pero con un bajo peso. En ciertas aplicaciones en el ensamblaje de estructuras, es necesario utilizar sujetadores mecánicos y dado que los procesos de fabricación pueden llevar a la formación de grietas o microfisuras, en la vecindad de éstas resulta en un estado de esfuerzos complejo que puede conducir a una fractura prematura de la estructura. El estudio de la resistencia de los materiales compuestos y en sus uniones es importante en cualquier diseño [12,13]. En un material compuesto multiescala es necesario estudiar su comportamiento porque existen varios factores a considerar, como son: la eficiencia de la interfase especialmente cuando el material compuesto contiene fibras modificadas con nanohojuelas de grafeno [14,15].

La adhesión entre la fibra y la matriz afectan las propiedades mecánicas del nuevo material compuesto. Drzal et al. [16], mencionan que existe una región con estructura y composición química diferente cerca de la interfaz fibra/matriz, esta región es la interfase. A diferencia de la interfaz (región superficial, bidimensional), la interfase es una región tridimensional que existe entre la fibra y la matriz. Por lo que, resulta importante estudiar la adhesión interfacial fibra/matriz, ya que esta nos dará una idea de la calidad del material [17]. Generalmente se busca que el material compuesto tenga una buena adhesión interfacial, para así mejorar las propiedades de tenacidad a la fractura [18,19]

Las fibras de carbono se han convertido en uno de los materiales de refuerzo más importante en los últimos años debido a que poseen un alto módulo y resistencia a altas temperaturas. Las combinaciones más comunes para esta fibra son, fibra de carbono/resina epoxi y fibra de carbono/PEEK. De esas dos combinaciones, la más utilizada es la primera, esto debido a que la matriz de resina epoxi puede curarse con varias aminas, anhídridos y diferentes ácidos [20].

Como se ha mencionado, las propiedades mecánicas de un material compuesto dependen de las propiedades de los materiales que lo constituyen y de la adhesión de la fibra y la matriz. Además, en un material compuesto reforzado con fibra, las cargas aplicadas se transfieren de la matriz a la fibra a través de la interfase en forma de esfuerzos de cortante, por lo que la eficiencia de la transferencia de cargas definirá la eficiencia del material compuesto [21]. Muñoz-Vélez. et al, realizaron estudios donde comprobaron que al darle un tratamiento de modificación a la fibra

resulta en la formación de una región interfacial con propiedades diferentes a las de la fibra o de la matriz. Ellos también reportaron que hubo un aumento en la compatibilidad de la interfase con la matriz y la fibra. Se han realizado estudios que demuestran que los materiales compuestos reforzados con fibras de carbono y modificados con nanohojuelas de grafeno, un tratamiento previo a los nanotubos mejora la adherencia de éstos con la fibra de carbono y con la matriz. Por lo tanto, se puede decir que el pretratamiento a los nanotubos de carbono con agentes de acoplamiento adecuados puede resultar en la formación de enlaces covalentes, mejorando la calidad de la región interfacial entre fibra y matriz [21,22,23].

1.1. Marco teórico

En esta sección se describen los conceptos teóricos involucrados en el desarrollo de este trabajo.

1.1.1. Grafeno

El grafeno por naturaleza es un material bidimensional nanométrico que básicamente tiene una capa de átomos de carbono unidos por enlaces sp^2 y tienen una configuración atómica hexagonal y es la base de todas las formas conocidas del grafito. El óxido de grafeno (nPG) pertenece a la misma familia y en ocasiones es llamado solo grafeno, ha resultado de mucha relevancia en el estudio de materiales compuestos avanzados [24,25]. Sin embargo, hay una ligera, pero significativa diferencia entre el óxido de grafito y el óxido de grafeno y es el número de láminas apiladas que conforman la estructura que para el primero tiene varias y el segundo solo se compone de una lámina, consecuencia del proceso de exfoliación [24,26,27].



Figura 1.1 Esquema del proceso de obtención del óxido de grafeno [26].

Para su uso como nanorelleno en materiales jerárquicos, se realiza un proceso de funcionalización para el óxido de grafeno. Uno de ellos es mediante la silanización con 3-glicidiloxipropiltrimetoxisilano [27], del cual se obtienen nanohojuelas de grafeno silanizadas (nPG-GPTMS), que generan la formación de nuevos grupos funcionales que mejorarán la adherencia interfacial entre fibras de carbono y matriz polimérica [28,29,30].

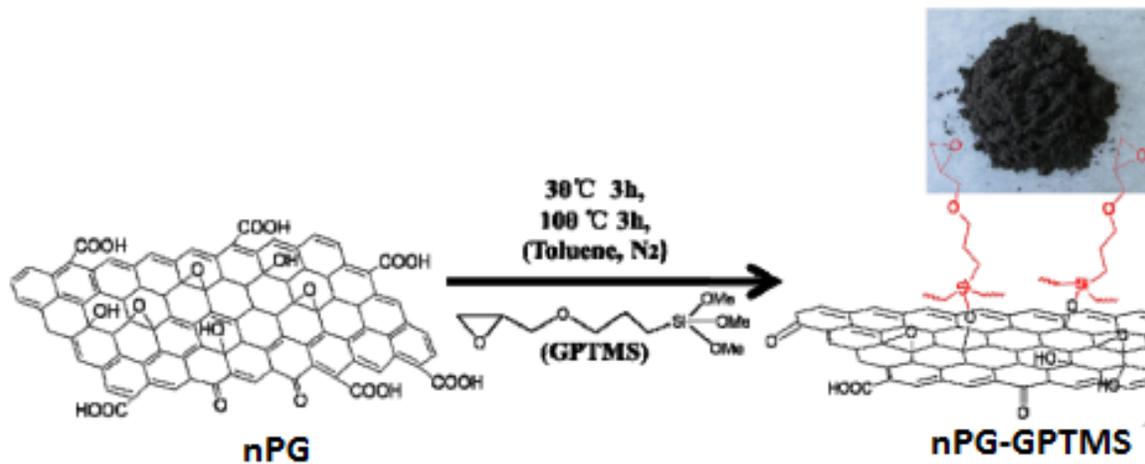


Figura 1.2. Proceso de síntesis de nPG-GPTMS [27].

1.1.2. Material compuesto

Los materiales compuestos están formados por la unión de al menos dos materiales con propiedades físicas y químicas diferentes. Al combinar las propiedades de los materiales, se obtiene un material especializado que va a tener propiedades distintas. Este nuevo material tendrá propiedades que los materiales que lo componen no poseen por sí solos [31].

Los materiales compuestos se dividen en tres tipos: los particulados, los laminados y los fibrorreforzados; los últimos utilizan como material de refuerzo fibras como el carbono, el vidrio, etc. Los materiales compuestos reforzados, están constituidos por tres elementos, la matriz, el refuerzo y la interfase. La matriz según el material del que esté elaborado puede ser, matriz cerámica, matriz metálica o matriz polimérica. Los materiales compuestos a base de matriz polimérica tienen diversas aplicaciones y han sustituido en aplicaciones a los materiales estructurales metálicos, esto debido a su bajo peso y por sus propiedades mecánicas.



Figura 1.3. Clasificación de materiales compuestos [32].

Laminados

Los materiales compuestos laminados están formados por láminas apiladas unidas por un medio que es la matriz, la secuencia de laminación puede ser unidireccional (láminas), bidireccional o multidireccional (laminados) [14,31,32], como se observa en la Figura 1.4.

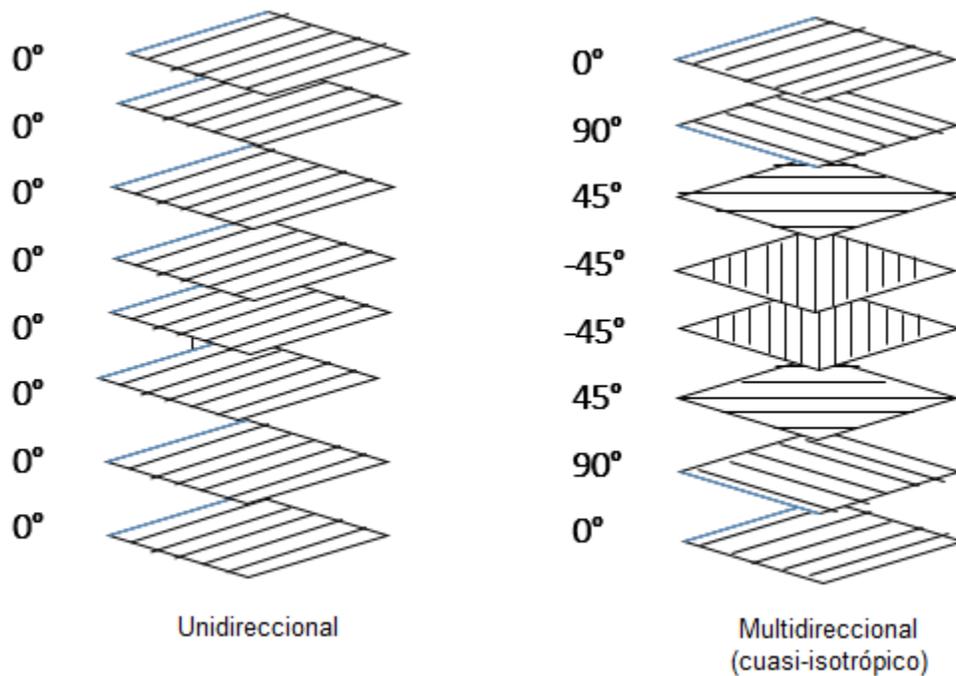


Figura 1.4. Secuencia de laminación unidireccional y bidireccional.

En los materiales compuestos de fibras continuas (unidimensionales) existe una mejora en la resistencia en la dirección de la carga mientras que, en esta dirección 0° se tiene una mayor rigidez en el material mientras que a 90° el material puede considerarse débil con respecto a la dirección 0° . Sin embargo, para lograr homogeneidad en la transferencia de cargas de la matriz a las fibras se requieren laminas en diferentes direcciones, un ejemplo de secuencia de laminación son 0° , $+45^\circ$, 90° y -45° , donde existan la misma cantidad de capas en cada dirección y esto nos lleva a obtener un laminado cuasi-isotrópico [68, 61]. En los laminados se ha intentado mejorar sus propiedades depositando nanorellenos en la matriz y en la superficie de la fibra y se ha demostrado que la presencia de estos nanorellenos aumenta la resistencia a la flexión y a la fractura [14,15]. La combinación de materiales compuestos laminados con nanopartículas da como resultado, materiales compuestos jerárquicos.

1.1.3 Materiales compuestos jerárquicos.

Los materiales compuestos jerárquicos (MCJ), también llamados multiescala, son aquellos materiales compuestos que adicionalmente en alguna de sus fases poseen un material cuya escala dimensional es menor a la de la matriz y el refuerzo. Por lo tanto, un MCJ posee tres o más escalas dimensionales entre sus materiales precursores, es decir, es la unión de un material compuesto con un nanomaterial (Figura 1.5). El nanomaterial puede estar inmerso ya sea en la matriz o en la superficie de la fibra, en el primer caso las nanopartículas (o nanorellenos) se incorporan en la matriz polimérica y posteriormente la resina se incorpora a las fibras, en el segundo caso se realiza una suspensión con las nanopartículas (puede ser en acetona, etanol, etc.) y esta se incorpora a la superficie de la fibra con algún método como aerografía o “hand lay-up”.

Los MCJ poseen mejores propiedades que los materiales compuestos convencionales ya que las nanopartículas le dan a los MCJ un refuerzo intralaminares o interlaminares. La incorporación de las nanopartículas en la superficie de la fibra mejora las propiedades en la zona interfacial (un mejor anclaje químico) que es precisamente donde se transfieren los esfuerzos de la matriz a la fibra [24,31].

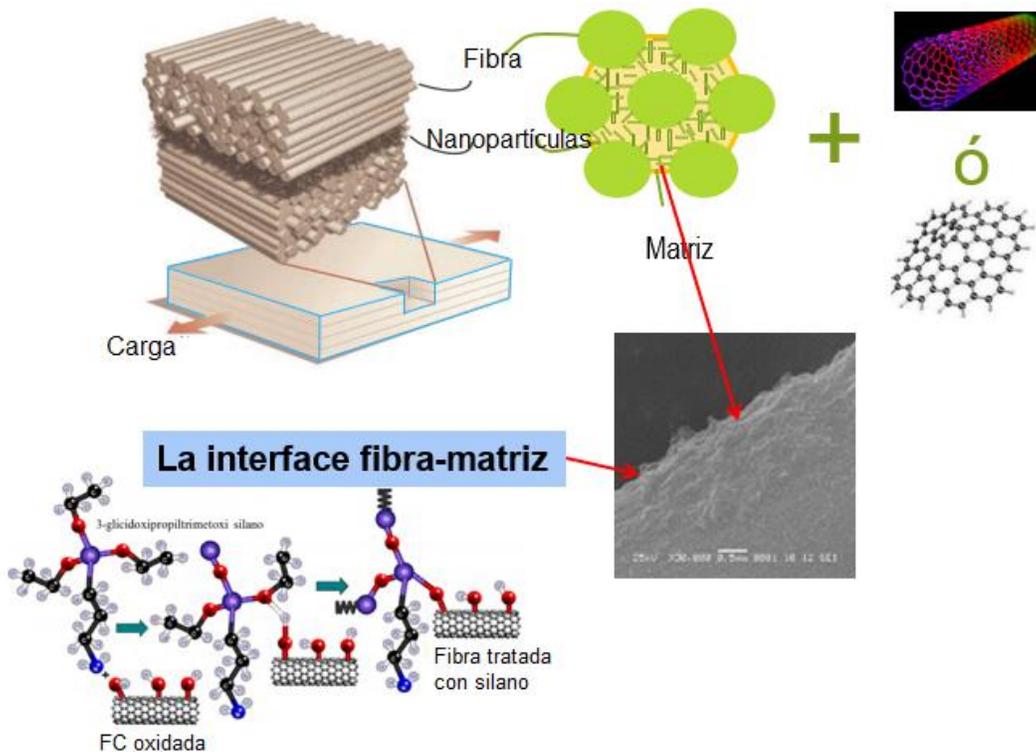


Figura 1.5. Ejemplo de un material compuesto jerárquico [23].

1.1.4. Modo de fallas en un material laminado

El objeto del análisis mecánico de fracturas es la predicción del inicio del crecimiento de grietas para un cuerpo que contiene una falla de un tamaño determinado. Se ha encontrado que la mecánica de fractura elástica lineal es útil para ciertos tipos de grietas en materiales compuestos como, por ejemplo, las grietas interlaminares.

El equilibrio de una grieta existente puede juzgarse por la intensidad del esfuerzo elástico alrededor de la punta de la grieta. Las soluciones del campo de esfuerzo elástico en materiales isotrópicos y ortotrópicos homogéneos muestran que las singularidades del esfuerzo son del tipo $r^{-1/2}$, donde r es la distancia desde la punta de la grieta. Los factores de intensidad de esfuerzo pueden determinarse para problemas de grietas en los que el plano de las grietas se encuentra en cualquiera de los planos de simetría de material. Es posible dividir la carga de la punta de la grieta en los tres modos básicos de desplazamiento de la superficie de la grieta que se muestran en la Figura 1.6. El modo I se refiere a la apertura de las superficies de grietas, el modo II se refiere al deslizamiento y el modo III se refiere al desgarre [33].

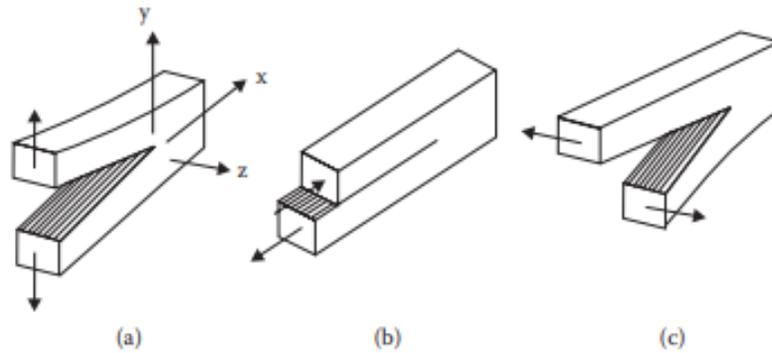


Figura 1.6. Modos de desplazamiento de la superficie de la grieta. (a) modo I (apertura), (b) modo II (deslizamiento) y (c) modo III (desgarre) [33].

Tenacidad a la fractura

El estado de esfuerzo presente en una junta mecánica está ampliamente relacionado con las propiedades mecánicas del material jerárquico, esto incluye la composición multiescala del material y por consecuencia la adherencia interfacial entre los materiales precursores. Para estudiarlos, se requiere el análisis de propiedades como el módulo elástico (E), el módulo de corte (G) y la razón de Poisson (ν) [34].

En la mecánica de fractura se estudian materiales que poseen una grieta o una discontinuidad geométrica y se analizan los mecanismos de propagación de grieta. Cuando el material compuesto es sometido a esfuerzo ante la presencia de una grieta este puede fallar debido a la propagación de la grieta que está asociada a la configuración de la carga aplicada denominadas: modo I, modo II y modo III como se observa en la Figura 1.6. Para llevar a cabo las predicciones de cómo se va a comportar el material ante dicha grieta, se calculan diversos parámetros, uno de ellos es el factor de intensidad de esfuerzos. El factor de intensidad de esfuerzos K_I , mide la intensificación del campo de esfuerzos alrededor de la punta de la grieta [35,36,37]. Asimismo, cada uno de los modos de falla tiene un valor específico del valor de intensidad de esfuerzo K .

$$K_I = (\sigma_{yy})_L (a\pi)^{1/2} \quad (1)$$

$$K_{II} = (\sigma_{xy})_L (a\pi)^{1/2} \quad (2)$$

$$K_{III} = (\sigma_{zy})_L (a\pi)^{1/2} \quad (3)$$

Donde σ_{ij} es el esfuerzo nominal aplicado y a es la longitud de la grieta. En este trabajo, se hace un análisis considerando el modo I y en cuyo caso particular se tiene la condición que para fallas en modo I: $K_I \geq K_{Ic}$ y esto representa un criterio de fractura, donde K_{Ic} es el valor crítico de la intensidad del esfuerzo de fractura para el crecimiento de la grieta en el material durante el modo I y que además es una propiedad del material [34,38]. A K_{Ic} se le denomina tenacidad a la fractura y refleja la intensidad del campo de esfuerzo antes de una grieta provocada por una falla en modo I. Lo relevante de esto, es que K_I también puede definirse de la siguiente manera:

$$K_I = Y\sigma (2\pi a)^{1/2} \quad (4)$$

Donde Y es una función que depende específicamente de la forma concreta del elemento de estudio y la geometría de la fisura que contiene. Para el caso particular del Modo I de fallas, se considera una grieta cuya longitud en la placa infinita de la figura 1.7. De acuerdo con diversos análisis de esfuerzos, se ha demostrado que el campo de esfuerzo sobre un elemento en la vecindad de la punta de la grieta está dado por [39],

$$\begin{aligned} \sigma_x &= \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \sigma_y &= \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \tau_{xy} &= \sigma \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \end{aligned} \quad (5)$$

Ahora bien, se tiene que el esfuerzo cerca de la punta de la grieta, es decir $\theta = 0$, es

$$\sigma_y|_{\theta=0} = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \quad (6)$$

Se puede reescribir la ecuación anterior de la siguiente forma $\sigma_y|_{\theta=0} \sqrt{2r} = \sigma \sqrt{a}$ y este término es constante cuando $r \rightarrow 0$. Partiendo de aquí se define K , que es el factor de intensidad de esfuerzos

$$K = \sigma \sqrt{\pi a} \quad (7)$$

Donde las unidades de K son $MPa\sqrt{m}$, ahora bien, al estar analizando el caso del Modo I, la ecuación queda de la siguiente manera

$$K_I = \sigma\sqrt{\pi a} \quad (8)$$

Por lo que las ecuaciones (5), se pueden expresar como sigue:

$$\sigma_x = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \quad (9)$$

$$\sigma_y = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \quad (10)$$

$$\tau_{xy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \quad (11)$$

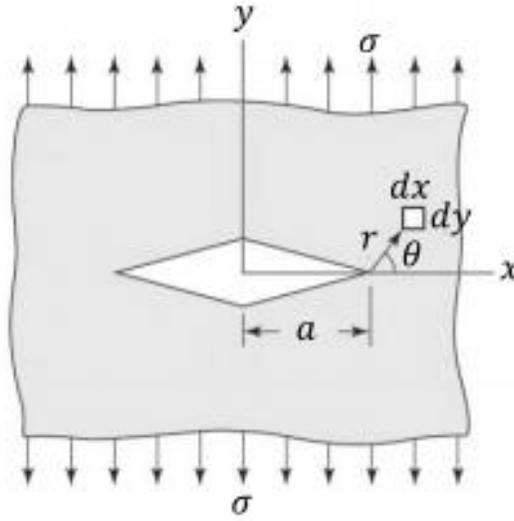


Figura 1.7. Modelo de grieta para el Modo I [39].

Las deformaciones elásticas correspondientes para el caso de tensión plana son:

$$\epsilon_{xx} = \frac{K_I}{E\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[(1 - \nu) - (1 + \nu) \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right] \quad (12)$$

$$\epsilon_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[(1 - \nu) + (1 + \nu) \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right] \quad (13)$$

$$\epsilon_{xy} = \frac{2(1 + \nu)K_I}{E\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \quad (14)$$

Entonces podemos obtener el valor de K_I de manera experimental. Sin embargo, existe una manera de hacer el cálculo de K_I de manera teórica utilizando únicamente los parámetros geométricos del material. En este trabajo se utiliza la configuración de carga en tres puntos

siguiendo la nomenclatura de la norma ASTM E-1820. En la sección 1.1.5 se explica el caso particular para el cálculo de K_I siguiendo la norma mencionada.

1.1.5. Determinación del factor de intensidad de esfuerzos

Las pruebas ASTM E1820 generalmente se utilizan en metales para determinar la tenacidad a la utilizando los parámetros de K (factor de intensidad de esfuerzos), J y Desplazamiento de apertura de la punta de la grieta [40]. Para ello, se agrega una grieta al material y se somete a pruebas mecánicas, para observar cómo empieza a fallar el material en el modo I. Algunas consideraciones de esta prueba son las siguientes:

- Se carga el material en flexión de tres puntos con un tramo de soporte, S, nominalmente igual a cuatro veces el ancho, W.
- Las proporciones generales de la configuración de la muestra se muestran en la Figura 10.
- Las muestras alternativas pueden tener $1 \leq W/B \leq 4$. Estas muestras también deben tener un tramo de soporte nominal igual a 4W.
- Todas las muestras se deben estar previamente agrietadas antes de ser sometida a prueba mecánica [41].

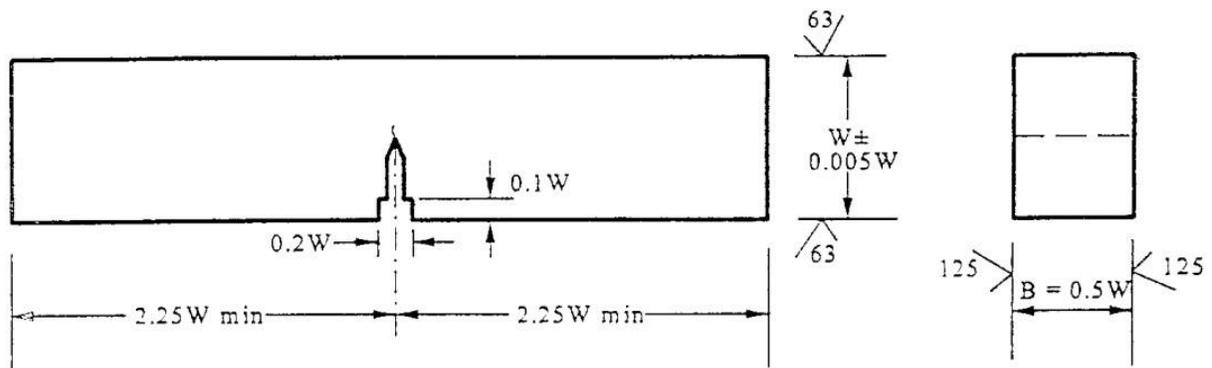


Figura 1.8. Especificaciones de la muestra siguiendo las indicaciones de ASTM E 1820 [42].

Para el caso particular de carga en 3 puntos con la configuración como se muestra en la Figura 1.8, el cálculo teórico para K_I es como sigue:

$$K_I = \left[\frac{P_i S}{B W^{\frac{3}{2}}} \right] f(a/W) \quad (15)$$

Donde B es el espesor del material y $f(a/W)$ es una función que depende de la geometría del material y es adimensional,

$$f(a/W) = 3(a/W)^{1/2} \frac{[1.99 - (a/W)(1 - a/W)(2.15 - 3.93(a/W) + 2.7(a/W)^2)]}{2(1 + 2a/W)(a/W)(1 - a/W)^{3/2}} \quad (16)$$

De las mediciones experimentales, podemos calcular igualmente K_I . Tomando en cuenta las ecuaciones 12, 13 y 14 de deformación, se puede despejar K_I y obtener el valor de intensidad de esfuerzos a diferentes distancias r partiendo de la punta de la grieta.

$$K_{I_{xx}} = \frac{E\epsilon_{xx}\sqrt{2\pi r}}{\cos\frac{\theta}{2} [(1 - \nu) + (1 + \nu)\sin\frac{\theta}{2}\sin\frac{3\theta}{2}]} \quad (17)$$

$$K_{I_{yy}} = \frac{E\epsilon_{xx}\sqrt{2\pi r}}{\cos\frac{\theta}{2} [(1 - \nu) - (1 + \nu)\sin\frac{\theta}{2}\sin\frac{3\theta}{2}]} \quad (18)$$

$$K_{I_{xy}} = \frac{E\epsilon_{xx}\sqrt{2\pi r}}{2(1 + \nu)\sin\frac{\theta}{2}\cos\frac{\theta}{2}\cos\frac{3\theta}{2}} \quad (19)$$

1.1.6. Interferometría de luz láser (Moiré interferométrico)

La interferometría de Moiré es una técnica experimental que permite obtener información sobre el campo de desplazamiento originado a partir de las imágenes de interferencia que se generan como consecuencia de un desfase existente entre los rayos que emergen de una rejilla de difracción formada en la probeta [43]. En el proceso de medición de la técnica de Moiré, las líneas de la rejilla formada en el espécimen deben ser iluminadas y observadas desde ángulos conocidos.

La calidad y afinidad de las mediciones experimentales realizadas por Moiré dependen principalmente de la formación de líneas de la rejilla en la superficie de la muestra. Otro factor influyente al momento de utilizar este método es la profundidad de los surcos de la rejilla en el material, esto se puede solucionar haciendo una adecuada deposición de recubrimiento, en este

caso oro, sobre la rejilla maestra. Adicionalmente, es necesario conocer las frecuencias espaciales de las rejillas empleadas en la interferometría Moiré que normalmente tienen un rango de cientos y miles de líneas por pulgada.

El montaje experimental para la medición de un mapa de desplazamientos mediante interferometría de Moiré en la Figura 1.9 se muestra una de las diversas configuraciones típicas utilizadas.

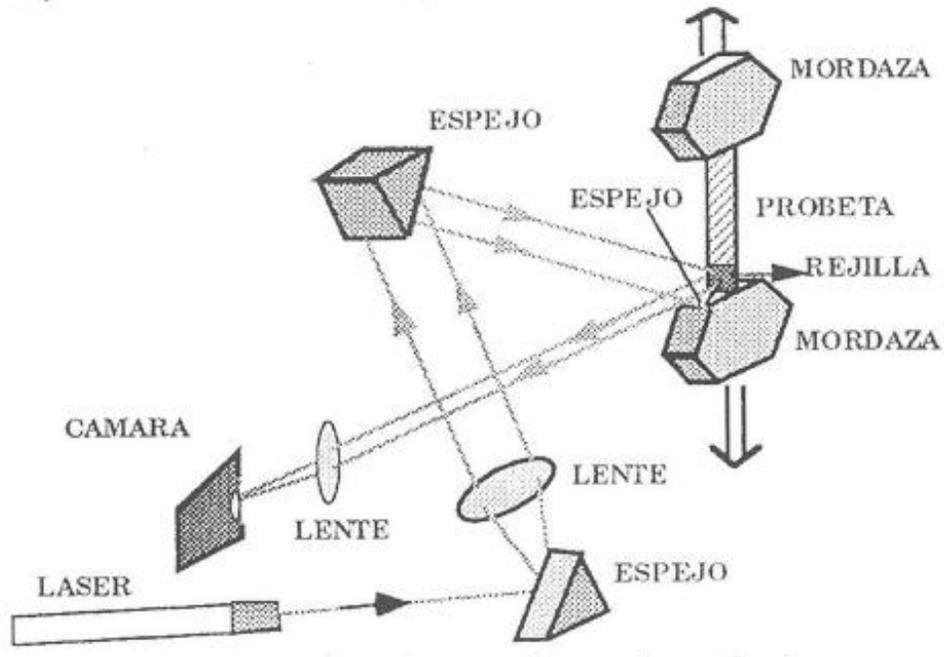


Figura 1.9. Montaje experimental [44]

La técnica de Moiré se basa en el principio de la difracción de dos haces de luz que emergen de la rejilla de difracción que son obligados a entrar en interferencia. Básicamente consiste en la interferencia de dos frentes de onda de luz que han sido “moduladas” por la deformación en todos los puntos de la rejilla de difracción. Esto quiere decir que los cambios geométricos puntuales de la rejilla de difracción afectan al haz de luz y al producirse la interferencia equivale a una sustracción de la deformación producida en la rejilla [44,45]. Posteriormente, al hacerlas interferir, aparecerá un patrón de franjas de Moiré. Para obtener los desplazamientos ocurridos en el plano, se compara un patrón de referencia con un patrón de franjas producido a la probeta, siendo esta técnica conocida como Moiré geométrico.

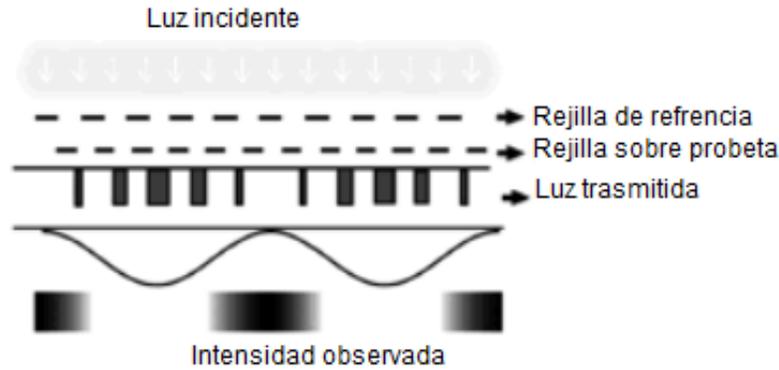


Figura 1.10. Desplazamientos en una sola dirección [46].

Para llevar a cabo la medición del campo de desplazamientos, es necesario tener en cuenta la geometría que se debe cumplir para lograr el patrón de interferencia de Moiré y este obedece a la ecuación de la rendija,

$$\sin \beta_m = \sin \alpha + m\lambda f \quad (20)$$

Donde β es el ángulo del haz emergente de la muestra, m es el orden del haz emergente, α es el ángulo del haz incidente, λ es la longitud de onda del láser y f es la frecuencia de la rejilla. Los ángulos se miden respecto a un eje normal a la superficie de la rejilla. Básicamente, para formar el patrón de interferencia inicial en “cero” se tiene que cumplir que el ángulo α tenga una magnitud tal que el ángulo β sea igual a cero, es decir, que el haz de luz $m = 1$, emerja perpendicular a la muestra y por ello la ecuación 8 se reduce a la ecuación 21.

$$\sin \alpha = m\lambda f = \frac{m\lambda}{d} = \frac{\lambda}{d} \quad (21)$$

Otra condición que se debe cumplir es que se requieren dos haces emergentes para que exista el concepto de interferencia. Para generar el siguiente haz emergente, se pueden usar diversos arreglos ópticos como hacer incidir sobre la muestra dos haces de luz láser ambos de la misma longitud de onda o bien, hacer un arreglo con un espejo de manera que este quede completamente perpendicular a la muestra logrando así formar una imagen virtual de la rejilla de difracción [45,47]. En cualquiera de los 2 casos, se observará en la pantalla una superposición de imágenes de la rejilla proveniente de la muestra y de la rejilla virtual (ver Figura 1 .11) y la superposición de ambas darán como resultados el patrón de franjas de Moiré.

A partir del patrón de franjas de Moiré es posible medir los desplazamientos. Se tiene entonces que el desplazamiento denotando por U en el plano medido, n al orden de franja de Moiré y p al paso de la rejilla, se obtiene la siguiente ecuación,

$$U = np \quad (22)$$

De la teoría de elasticidad básica, la deformación unitaria se define como la derivada del desplazamiento con respecto a posición:

$$\varepsilon_x = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (23)$$

Siendo ε_x la deformación unitaria, u es el desplazamiento y x la longitud inicial. Conociendo la relación entre n y p , obtenemos,

$$\varepsilon_x = \frac{\partial u}{\partial x} = \frac{\partial(np)}{\partial x} = p \frac{\partial n}{\partial x} \quad (24)$$

La ecuación (4), permite calcular la deformación unitaria y, a partir de ésta, el esfuerzo, a lo largo del eje perpendicular a las líneas de la rejilla. También se pueden conocer los desplazamientos fuera del plano, en este caso, la configuración de la rejilla de referencia cambia, ya que ésta no estará unida a la probeta, estará proyectada [48].

La técnica de Moiré interferométrico es conocida como interferometría láser de Moiré o Moiré de alta sensibilidad porque permite medir de manera experimental desplazamientos pequeños (normalmente en μm) [49]. Es utilizada para analizar propiedades en materiales compuestos, pues se ha utilizado para medir deformaciones en ensayos de cortante [50], esfuerzos térmicos, determinar efectos de bordes en laminados [51] y para analizar la propagación de grietas en diversos materiales [49, 52,53]. La información de estas mediciones se obtiene de los patrones de franjas obtenidos cuando se someten las muestras a una carga [54].

Para el caso particular de este trabajo, la técnica de Moiré que se utiliza es interferometría de luz láser. Con esta técnica se miden los desplazamientos en el plano y para ello se forma una rejilla de difracción sobre la superficie plana de la muestra. Para lograr el patrón de interferencia se hacen incidir dos haces de luz sobre la superficie de la muestra a fin de lograr 2 haces emergentes. Como se mencionó anteriormente, los haces de luz difractados o emergentes son perpendiculares a la superficie de la probeta, y entre sí. Como resultado de la aplicación de las cargas a la muestra, la rejilla de difracción es deformada junto con la muestra y Esto provoca que los haces de luz emergentes pierdan paralelismo y utilizando un lente, se le obliga a interferir. Se

obtienen franjas de la interferencia entre dos haces de luz que son la resultante de la deformación sufrida por la muestra y la rejilla de difracción. Este patrón de franjas es utilizado en la medición de desplazamientos muy pequeñas entre dos puntos [55]. En interferometría de Moiré las rejillas de referencia regulares empleadas para las mediciones, poseen una frecuencia de 1000-1500 líneas/mm [56].

En la práctica experimental, es difícil obtener un patrón de franjas nulo, es decir, sin franjas debido a pequeños errores en el ajuste de fracciones de los ángulos de incidencia de la luz y en la planitud de los espejos utilizados, por lo que se registra un patrón inicial antes de carga y otro después de carga y el primero debe ser sustraído del segundo. Entonces, la medición de los desplazamientos se obtiene cuando en un primer paso, se hacen incidir dos haces de luz de la muestra (frente de onda plano) y este es difractado, entonces esta imagen de patrón de franjas se considera el patrón de franjas base. En un siguiente paso, hacen incidir dos haces de luz sobre la superficie de la muestra cuando está ya fue deformada, y como consecuencia la rejilla en su superficie también se deforma cambiando su frecuencia y dirección sistemáticamente de punto a punto [57]. Como resultado de la deformación de la rejilla, el haz de luz que incide en la muestra es difractado y ligeramente deformado por lo que ya no se considera un frente de onda plano. Se obtiene entonces, el patrón de franjas de interferencia formado por los dos frentes de onda deformados y difractados obteniendo el patrón de franjas de datos. Debido a que la desviación angular de la luz difractada es una medida de la frecuencia espacial de la rejilla, el mapa de contorno puede ser visto como el mapa de distorsión de la rejilla de la muestra. En la Figura 1.11a y 1.11b se muestra la explicación de la obtención de los desplazamientos en x y y [58,59].

Análogamente, podemos obtener la deformación en y y con los valores de deformación en x y y , podemos obtener la deformación teórica de cortante. Por lo que las ecuaciones de deformación son las siguientes [60,61],

$$\varepsilon_x = \frac{\partial U_x}{\partial x} = \frac{1}{f} \left[\frac{\partial N_x}{\partial x} \right] \quad (25)$$

$$\varepsilon_y = \frac{\partial U_y}{\partial y} = \frac{1}{f} \left[\frac{\partial N_y}{\partial y} \right] \quad (26)$$

$$\gamma_{xy} = \frac{\partial U_y}{\partial x} + \frac{\partial U_x}{\partial y} = \frac{1}{f} \left[\frac{\partial N_y}{\partial x} + \frac{\partial N_x}{\partial y} \right] \quad (27)$$

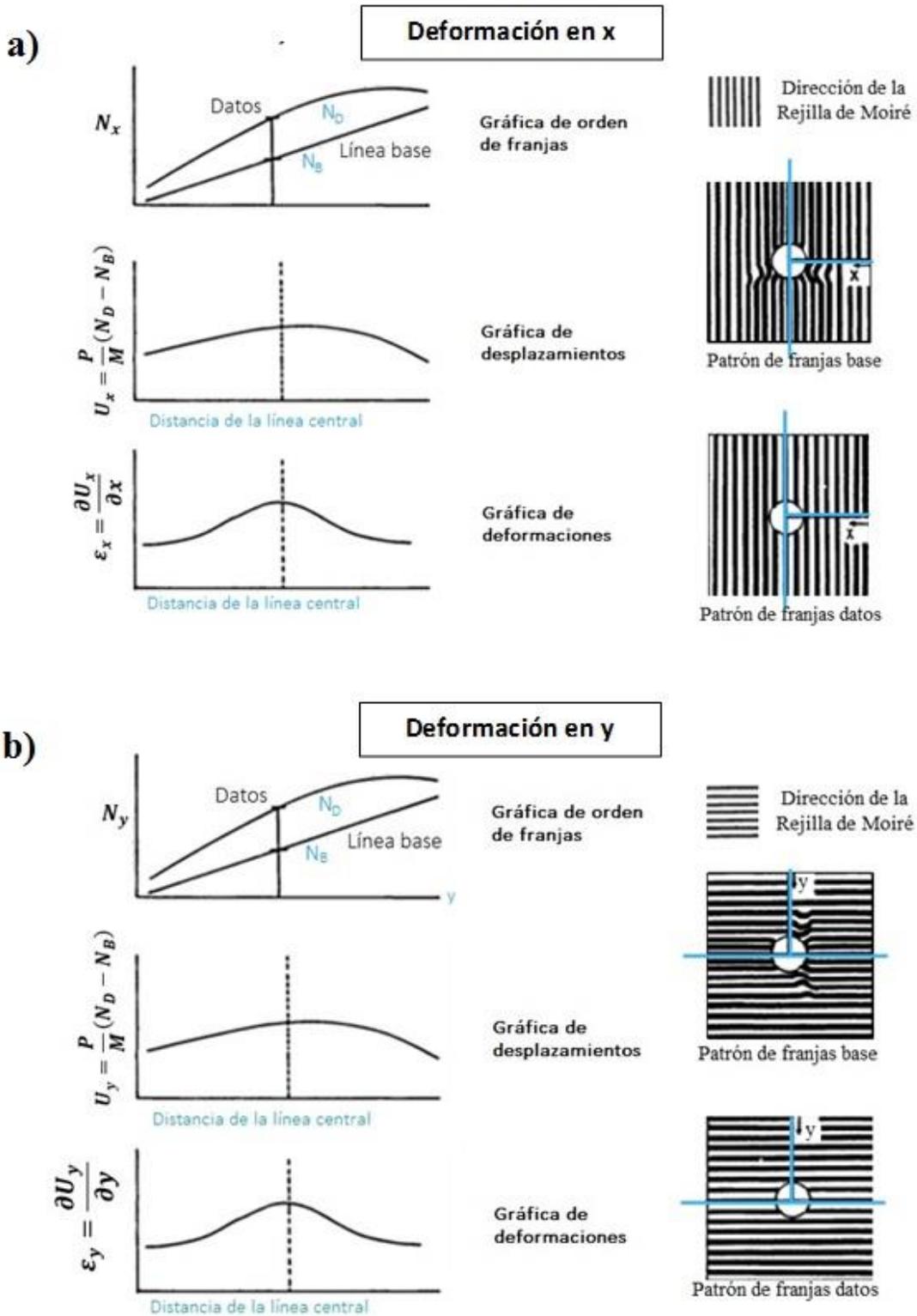

Deformación en y

Figura 1.11. Distribuciones de desplazamientos usando Moiré interferométrico (a) desplazamiento en x (b) desplazamiento en y.

La técnica de Moiré interferométrico, además de ser una técnica no invasiva para la muestra y tener la capacidad de medir desplazamientos micrométricos de forma experimental, tiene muchas ventajas que la hacen ser una opción eficiente [62]:

- Es una técnica de campo completo, esto permite hacer una medición total o parcial en la muestra.
- Posee una alta sensibilidad a los desplazamientos y estos pueden medirse en diferentes direcciones según la configuración de la rejilla de difracción empleada en el plano U_x en la dirección x y U_y en la dirección y , típicamente $0.417 \mu m$ por orden de franja, sino que se extendió a $17 nm$ gracias a la franja de contorno por interferometría de Moiré microscópica.
- Con esta técnica se puede obtener alta resolución espacial, por lo tanto, se pueden hacer mediciones en zonas pequeñas de la muestra, lo que significa que las mediciones se pueden hacer en pequeñas zonas.
- Las mediciones se hacen en tiempo real lo que permite observar las modificaciones de los campos de desplazamientos que sufre la muestra cuando se somete a una carga [62,63]

1.2. HIPÓTESIS

El tratamiento superficial de la fibra de carbono con la adición de nanohojuelas de grafeno silanizadas como modificador de la interfase para el material compuesto multiescala con matriz epóxica, aumentará la resistencia mecánica del material compuesto, mejorando sus propiedades de fractura ante la presencia de grietas.

1.3. OBJETIVO

1.3.1 Objetivo general

Estudiar el estado de esfuerzos para estimar el factor de intensidad de esfuerzo en un material compuesto a base de fibras de carbono modificadas superficialmente con nanohojuelas de grafeno y una matriz a base de resina epóxica, cuando se somete a cargas en la vecindad de un concentrador de esfuerzos (grieta) utilizando el método de interferometría de luz láser.

1.3.2. Objetivos particulares

- Caracterizar física y químicamente las nanohojuelas de óxido de grafeno y la fibras de carbono con los diferentes tratamientos superficiales.
- Determinar el campo de desplazamientos para calcular los valores de deformaciones en la superficie del material compuesto jerárquico.
- Determinar los valores de los factores de intensidad de esfuerzos en el material compuesto jerárquico.
- Comparar los valores del factor de intensidad de esfuerzos obtenidos en el numeral anterior para analizar el efecto de la presencia de las nanohojuelas de grafeno en el material compuesto jerárquico.

CAPÍTULO 2

MATERIALES Y METODOLOGÍA

En este capítulo se describe el procedimiento para la elaboración del material compuesto jerárquico y la obtención de las propiedades efectivas del material a partir del estudio del campo de desplazamientos medidos por métodos ópticos.

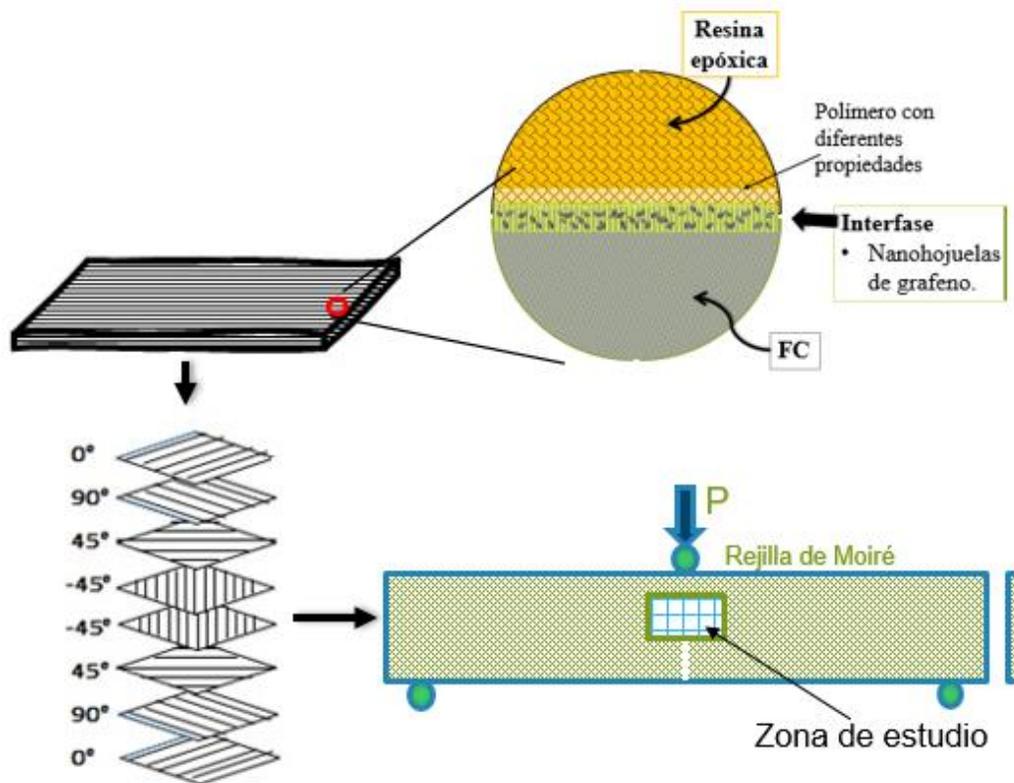


Figura 2.1. Esquema del proceso de estudio del material compuesto nanohojuelas de grafeno/FC/resina epóxica.

En la Figura 2.1 se muestra la composición del material compuesto cuya matriz estará compuesta por resina epóxica (DER331) y como refuerzo se utilizará la FC previamente tratadas con nanohojuelas de grafeno. Se elabora un material cuasi isotrópico formado por 8 capas con una secuencia de laminación de 0°, 90°, 45° y - 45° y las restantes son un espejo geométrico de las ya mencionadas. El material compuesto se sometió a cargas de flexión en tres puntos siguiendo la nomenclatura de la Norma ASTM E-1820.

2.1. Materiales

Como matriz se utilizó la resina epóxica DER331 a base de bisfenol A/epiclorhidrina de la compañía Dow Chemical Company con un peso equivalente epoxi de 182-192 gr/eq (ASTM D1652), con una viscosidad de 11000-14000 mPa·s (ASTM D-445, @ 25°C) y una densidad de 1.16 gr/ml (ASTM D-4052, @ 25°C). Como agente de entrecruzamiento se utilizó etilendiamina de la compañía Sigma-Aldrich Chemical con una densidad de 0.899 ml/gr. Las capas del laminado se hicieron a base de un tejido de FC unidireccional de la compañía Suiza Sika AG con un peso de 320 gr/m² y un espesor del tejido de 0.166 mm. Las nanohojuelas de óxido de grafeno, o grafeno prístino, que se emplearon pertenecen a la compañía americana XG Sciences Inc. fabricados por métodos no oxidantes con un área superficial de 500 m²/gr y con una densidad de 0.10-0.14 gr/cm³ con un intervalo de espesor de 1 a 20 nanómetros. Finalmente, se utilizó como agente de acoplamiento el silano Z6040 (3-glicidoxipropiltrimetoxi-silano) de la compañía Sigma-Aldrich Chemical.

Adicionalmente, para la oxidación de la FC se utilizó ácido sulfúrico de la compañía J.T: Baker con una pureza del 96 %, ácido nítrico de la compañía Fermont con una pureza del 69.1%. Para la funcionalización y elaboración del laminado se utilizó acetona de 99% de pureza de la compañía Sigma Aldrich.

2.2. Preparación del material

El material compuesto laminado, se fabricó a base de un polímero termofijo reforzado con fibras de carbono que se modificaron superficialmente con nanohojuelas de óxido de grafeno previamente funcionalizadas. El procedimiento que se siguió es el siguiente:

1. Preparación de las muestras.
2. Formación de pregrieta.
3. Medición de los desplazamientos utilizando Moiré interferométrico.

2.2.1. Corte del tejido de fibras de carbono

El tejido de FC unidireccional se cortó en cuadrados de 24 x 24 cm, para lograr la secuencia de laminado deseada, estos cuadrados fueron cortados con las 4 orientaciones necesarias. Ya obtenidas los 8 cortes de las capas, se colocaron sobre una criba de acero inoxidable (Figura 2.2a) para realizar el proceso de oxidación, como se muestra en la Figura 2.2b.



Figura 2.2. a) Corte de las Fibras de Carbono y b) Tejido de fibras colocado en las cribas para el proceso de oxidación.

2.2.2. Proceso de oxidación de las fibras de carbono.

Se hacen los cortes de las láminas, teniendo pares de láminas en cada orientación. Se apilan y se colocan a manera de sándwich en dos mallas de acero para facilitar la oxidación de las fibras como se muestra en la Figura 2.3.

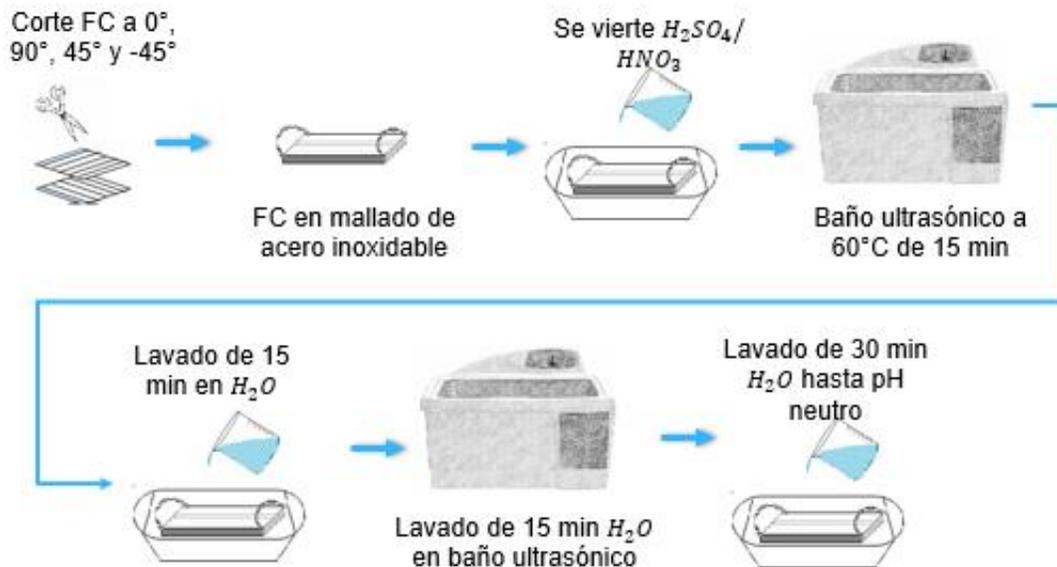


Figura 2.3. Procedimiento esquematizado de oxidación de las fibras de carbono.

Se consideraron las siguientes indicaciones.

- El tejido de fibras de carbono es tratado para su oxidación empleando una mezcla de H_2SO_4/HNO_3 en una proporción de 3:1 (v/v), con sonicación a 60 °C. En una reacción típica, se añaden los tejidos de FC en un litro de solución en un recipiente de vidrio de forma rectangular.
- El recipiente rectangular se colocó en un baño de agua ultrasónico (Branson Emerson Industrial Automation), que opera a 152W y 40 kHz y se mantuvo a 60°C durante 15 minutos.
- A continuación, los tejidos se retiran del baño ultrasónico y se coloca en un recipiente rectangular y se lava dos veces en agua destilada. Si el pH del agua de lavado no es neutro, se lavará de nuevo durante 15 min, con sonicación; esto se repite, sin sonicación, hasta que el pH neutro es alcanzado, en lavados de 30 min.
- Se procedió a secar las fibras a 120°C durante 1 hora [22,64,65].

2.2.3. Funcionalización del grafeno

Para la funcionalización del óxido de grafeno (nPG) se sigue el procedimiento de la Figura 2.4.

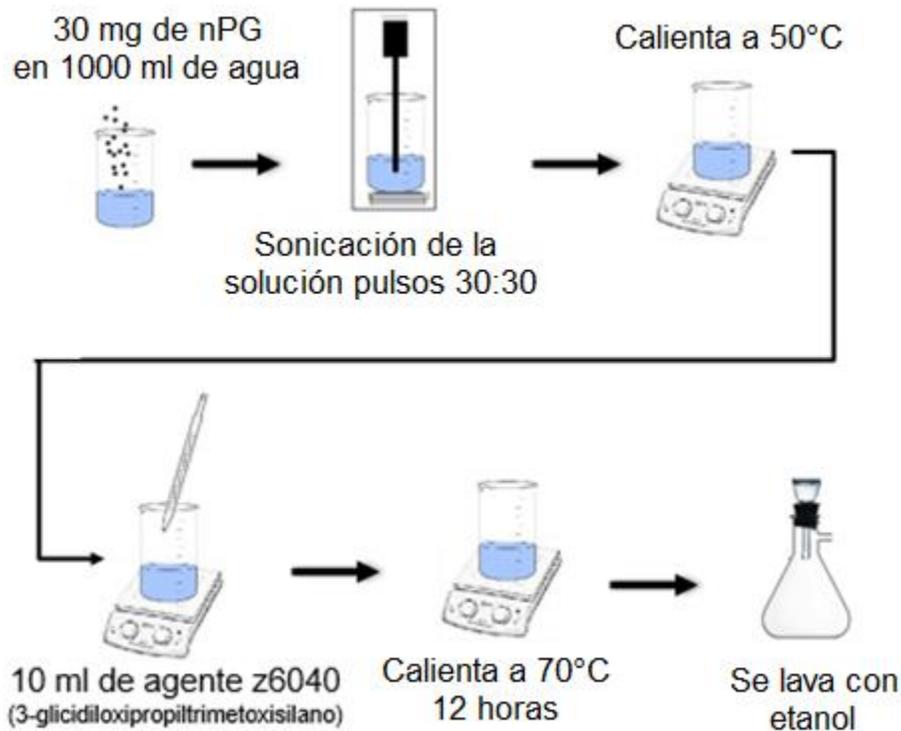


Figura 2.4. Procedimiento esquematizado de la funcionalización del grafeno.

Para la funcionalización del óxido de grafeno se realizó el siguiente procedimiento:

1. Se pesa 350 mg de nPG y se dispersan en 1 L de agua destilada usando la punta ultrasónica a 60W, con una relación de pulsos 30:30 que se refiere a la intermitencia de 30 segundos de trabajo por 30 segundos de descanso del sonicador durante 30 minutos (Figura 2.5a).
2. La suspensión obtenida se pone a calentar a 50 °C sobre una placa de calentamiento y se agita con una barra magnética. A esta temperatura se agregan lentamente 10 ml de 3-glicidiloxipropiltrimetoxisilano (Z6040) (Figura 2.5b) y una vez agregados se deja en agitación y calentamiento hasta que se eleva la temperatura a 70 °C y se deja en agitación durante 12 horas a temperatura constante (Figura 2.5c).
3. La mezcla de reacción se aísla filtrando la solución vertiéndola en un vaso sinterizado unido a un kitasato conectado a una bomba de vacío (Figura 2.5d).

4. Se obtiene una pasta que puede ser lavada. La pasta obtenida del filtrado se lava con 10 ml de etanol en un filtro de vidrio sinterizado y se seca a 100 °C durante una hora.
5. Se retira el material sólido del filtro y se almacena para su uso [40, 66,67,68].



Figura 2.5. Proceso de funcionalización del grafeno

2.2.4 Recubrimiento de las fibras de carbono

Para el análisis del material se tienen 3 casos.

1. FC embebidas en resina epóxica.
2. FC con tratamiento superficial con nPG al 0.1% embebidas en resina epóxica.
3. FC con tratamiento superficial con nPG al 0.25% embebidas en resina epóxica.

FC/ resina epóxica

El caso base a analizar, se prepara solo el recubrimiento de los tejidos de FC. Se sigue el siguiente procedimiento:

- Se pesaron las 8 capas de tejido de FC obteniendo un peso de 200 g. Se consideró la misma cantidad de FC para la acetona, por lo que se utilizaron 200 g de acetona y se agrega 4% de resina epóxica, siendo el equivalente 8 g
- La suspensión obtenida se agita con una barra magnética. Después de homogenizar la solución, partiendo de los 200 g de FC, se agrega 6.8% del catalizador etilendiamina y una vez agregados se deja en agitación durante 5 min.
- Se impregna la fibra con solución utilizando la técnica de “hand lay-up”.
- Se secan las FC a 100°C durante 150 s.

FC/ resina epóxica con nPG-GPTMS.

Se pesan los tejidos de fibra para el laminado para referencia de la solución. Se tienen dos casos de material con el tratamiento de nPG al 0.1% y 0.25%. En ambos casos se sigue el mismo procedimiento, cambiando únicamente el porcentaje de nPG-GPTMS. Se prepara una solución de acetona (equivalente a la masa de las 8 láminas de tejidos de FC), se utilizando la siguiente metodología.

- Se pesaron las 8 capas de tejido de FC obteniendo un peso de 200 g. Se pesan 200 g de acetona y se agrega 0.1% (y 0.25% en el otro caso) de nPG-GPTMS equivalente a 200 mg (y 500 mg en el otro caso) los cuales se dispersan en acetona usando la punta ultrasónica a 30W, con una relación de pulsos 10:05 que se refiere a la intermitencia de 10 segundos de trabajo por 5 segundos de descanso del sonicador durante 40 minutos.
- Se pesa la resina epóxica, siendo el 4% equivalente a 8 g. Se agrega a la suspensión de acetona con nPG.
- La suspensión obtenida se agita con una barra magnética. Después de homogenizar la solución, de acuerdo a la cantidad de resina (8 g), se agrega 6.8% del catalizador etilendiamina y una vez agregados se deja en agitación durante 5 min.
- Se impregna la fibra con solución utilizando la técnica de “hand lay-up”.
- Se secan las FC a una temperatura de 100°C durante 150 s [66,69,70].

2.2.5. Caracterización por espectroscopía.

A continuación, se describen las especificaciones técnicas utilizadas para cada una de las técnicas de espectroscopía utilizadas para la caracterización de los materiales. Se analizaron 5

muestras con distinta composición, en la tabla 2.1 se muestra la composición de las muestras M3, M4 y M5 correspondiente a las FC.

- **M1:** Nanohojuelas de grafeno
- **M2:** Nanohojuelas de grafeno silanizado (nPG-GPTMS).
- FC con 3 tipos de recubrimiento como se describe en la Tabla 2.1

Tabla 2.1. Muestras de FC con diferentes recubrimientos.

Fibra de carbono	RECUBRIMIENTO	
	DER331	nPG-GPTMS
M3: FC	4%	-
M4: FC	4%	0.1%
M5: FC	4%	0.25%

Para la caracterización fisicoquímica de los materiales se realizaron 4 técnicas de caracterización: espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), Microscopía electrónica de barrido (MEB), Espectrometría de Fotoelectrones Inducidos por Rayos X (XPS) y Microscopía de Fuerza Atómica (MFA) [71,72].

Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier

Se realizó espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas en inglés), de las 5 muestras (M1, M2, M3, M4 y M5). Las muestras M3, M4 y M5 se corrieron en la celda fotoacústica. Las muestras M1 y M2 se analizaron con el método de pastillas de Kbr en modo de transmisión. Las especificaciones técnicas fueron: condiciones Scan 60, resolución 8 cm⁻¹ y flujo de Helio de ultra alta pureza y se llevaron a cabo en el equipo ThermoScientific® 912AOE43.

Microscopía Electrónica de Barrido

Las imágenes morfológicas y los espectros EDS fueron obtenidos por microscopía electrónica de barrido (MEB) y por fluorescencia de rayos X por energía dispersiva (EDXRF) en un equipo JEOL 7000-F.

Espectrometría de Fotoelectrones inducidos por rayos X

El análisis de los espectros de fotoelectrones inducidos por rayos X (EFX) se realizaron con un espectrómetro ESCALAB 250Xi Thermo Scientific con un ánodo monocromático AlK α (1486.7 eV) con una resolución de 0.45 eV.

Microscopía de Fuerza Atómica

El análisis de MFA de las fibras de carbón con resina y grafeno se realizaron en el modo de altura. Se realizó en el equipo Bruker Atomic Force Microscope (AFM), model INNOVA SPM. Usando el método de tapping mode

2.2.6. Preparación del laminado

Se realiza el proceso de laminado de 8 capas siguiendo la orientación de la Figura 2.6. De manera que se obtiene un material compuesto cuasi isotrópico.

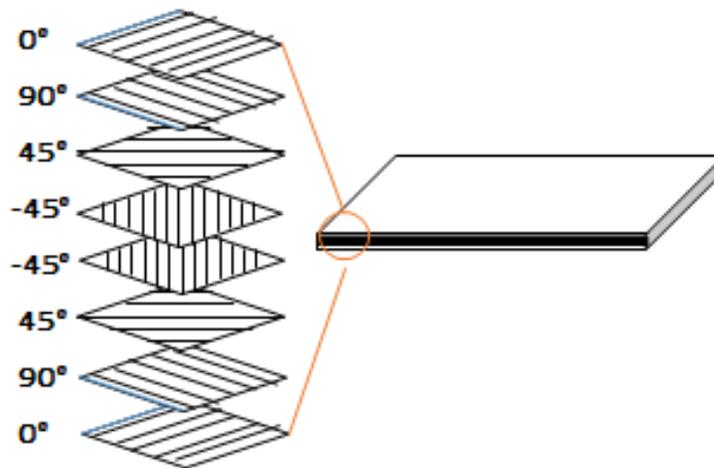


Figura 2.6. Esquema de orientación de las capas del laminado.

Para la formación del laminado se sigue la secuencia de la Figura 2.7, seguidamente se procede a compactar el material utilizando la técnica laminación Húmeda en Bolsa de Vacío

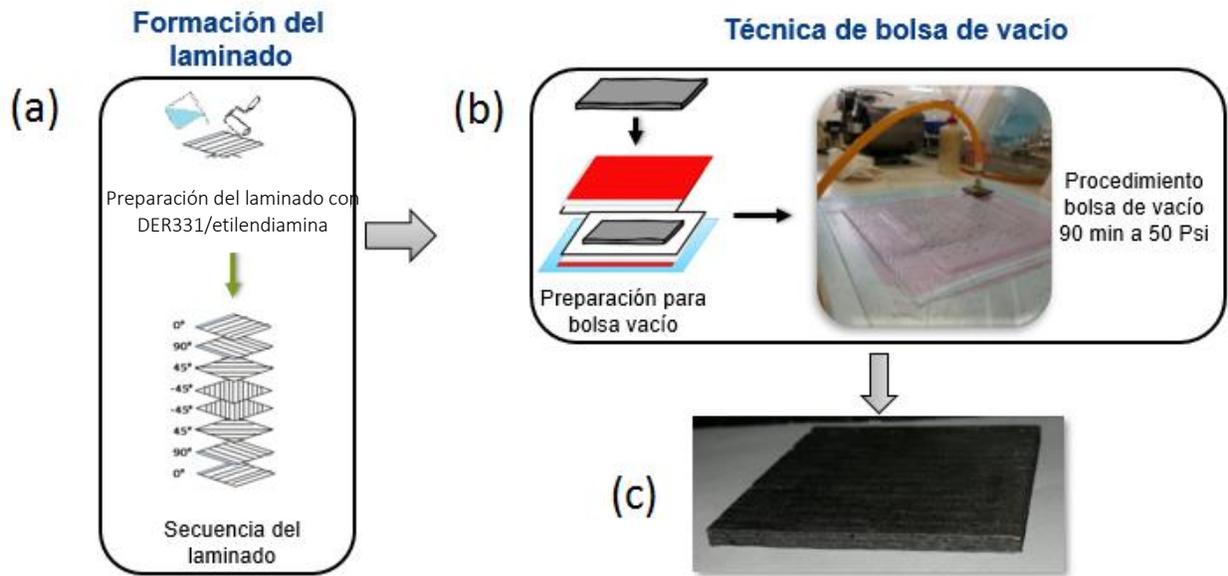


Figura 2.7. Procedimiento de laminado del material compuesto. (a) Formación del laminado con secuencia geométrica, (b) técnica de bolsa de vacío y (c) material compuesto laminado.

Preparación del laminado por el método de “hand lay-up”

Para la formación del material se embeben las fibras en una mezcla de matriz epóxica previamente preparada con catalizador etilendiamina al 13.8% de la resina. Se emplea el siguiente procedimiento:

- Se cortan 3 pares de capas de materiales, y se hace una estructura a manera de sándwich donde las tapas del material compuesto son las 3 capas de estos materiales. Se colocan siguiendo el orden; primero irá el material que va en contacto directo en el laminado, siguiendo de un material antiadherente y finalmente un material absorbente donde se recuperará el exceso de la resina.
- Se colocan las capas sobre una superficie lisa (puede ser una placa de vidrio).
- Se pesan 100 g de resina epóxica y se le agrega 13.8% de etilendiamina, se mezcla uniformemente para embeber las fibras y formar el laminado.
- Sobre la tela blanca, se coloca resina y con ayuda de un rodillo (evitar la creación de burbujas) se dispersa en la superficie, después se coloca la primera capa de FC. Sobre la fibra se coloca resina y con ayuda del rodillo se dispersa en la superficie. Se repite el proceso colocando los siguientes tejidos siguiendo la secuencia de laminado (Figura 2.6).

- Al terminar se colocan las capas de material que serán las tapas y se prepara para el procedimiento de bolsa de vacío [64,73].

Laminación Húmeda en Bolsa de Vacío

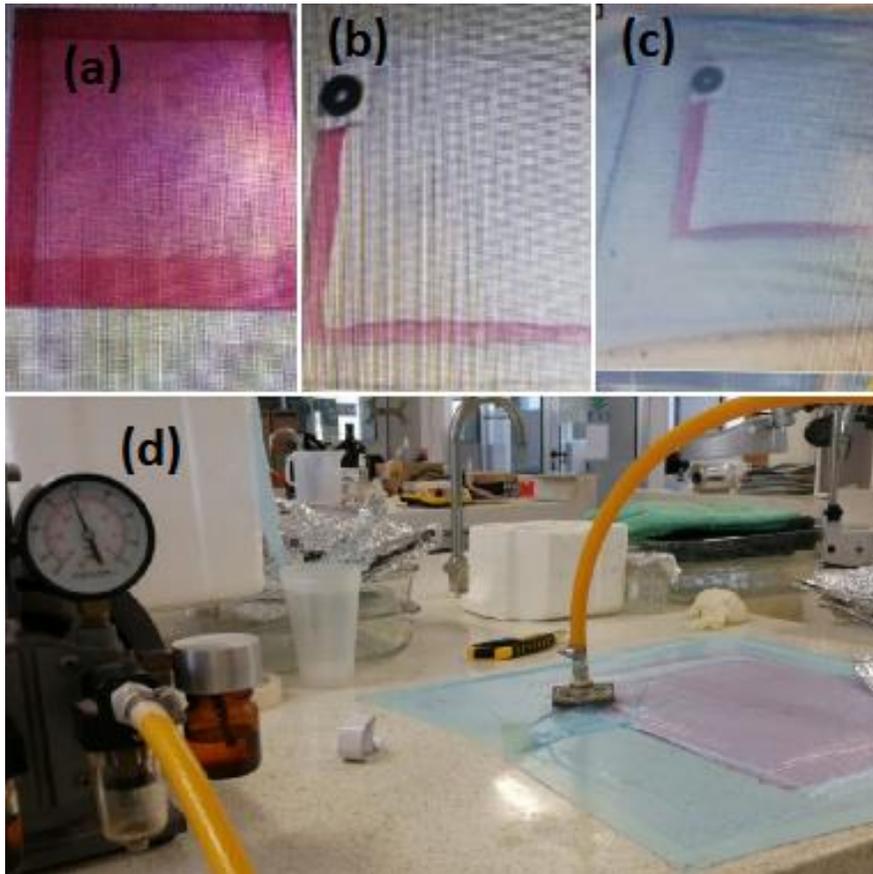


Figura 2.8. Procedimiento de bolsa de vacío para la elaboración del laminado.

Para este proceso, se requiere una bomba de vacío, una manguera, cinta de montaje, válvula y el material de la bolsa de vacío. La metodología empleada se describe como sigue [74]:

- Sobre el laminado previamente preparado, se coloca un imán como se muestra en la Figura 2.8a. Sobre el material que se usará como bolsa, se coloca en el contorno cinta de montaje.
- Con la bolsa, se cubre el material con las capas y el imán. Se adhiere perfectamente a la superficie para evitar despresurizaciones por fugas.

- Se hace un pequeño orificio sobre el imán y se coloca la válvula que se conecta a la manguera hacia la bomba como se observa en la Figura 2.8b.
- Se enciende la bomba y se monitorea durante 15 minutos la presencia de fugas. Se deja generar vacío durante 90 minutos.
- Al terminar, el material estará compacto y se retiran los filtros que se colocaron. El material está listo para realizar el corte de las probetas.

2.2.7. Preparación de la superficie del material y corte de las probetas

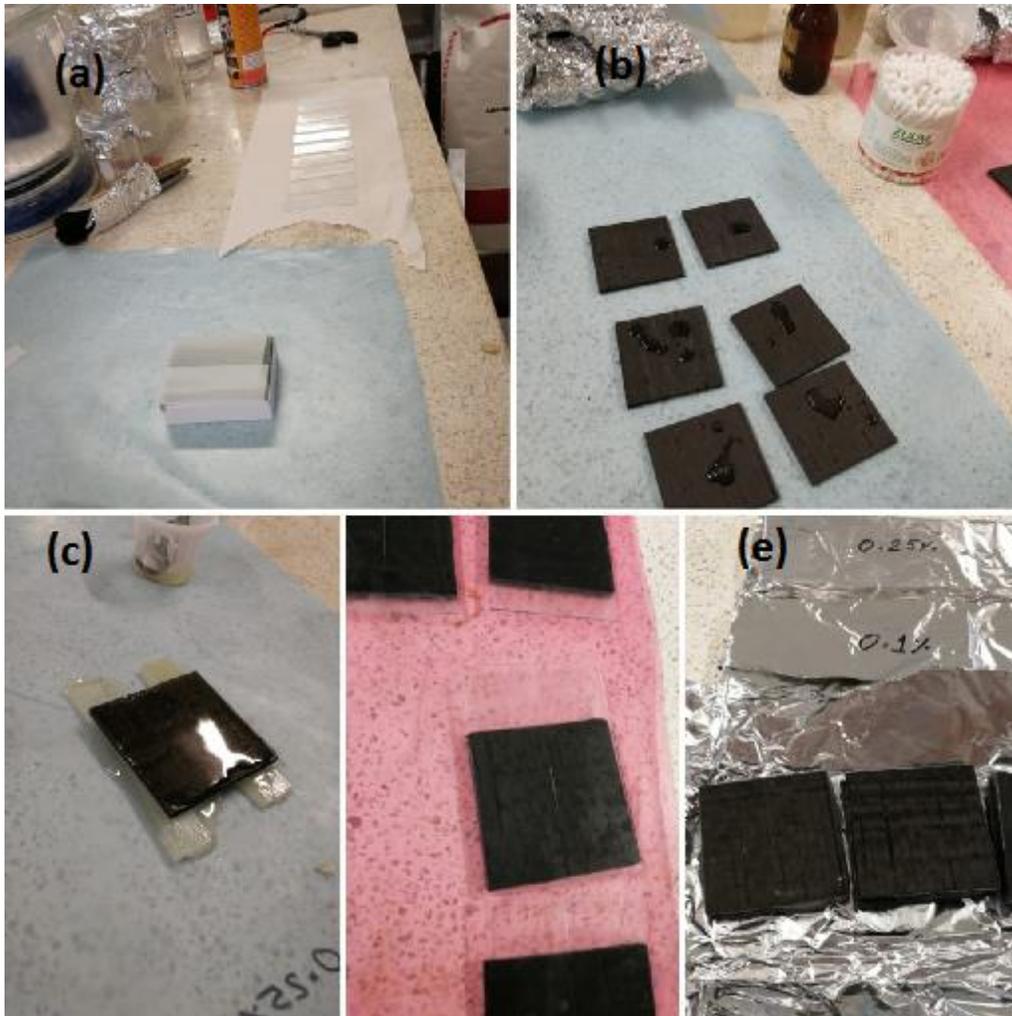


Figura 2.9. Procedimiento para la preparación de la superficie del material previa a la colocación de la rejilla.

Para este proceso, se requieren los siguientes materiales; porta objetos de cristal, alcohol isopropílico, acondicionador especial para retirar las impurezas de la superficie del material compuesto. Se limpia la superficie con alcohol isopropílico con ayuda de un cotonete, después se hace el mismo procedimiento con el acondicionador (Figura 2.9b). Después de limpiar la superficie, se coloca una capa de resina epóxica adicionada con etilendiamina al 13.8% (Figura 2.9c). Se coloca el portaobjetos encima de la resina (Figura 2.9d) y se deja curar durante 20 h para después ser retirado y obtener una superficie lisa (Figura 2.9e) del material y cumplir las condiciones de interferometría de Moiré [73,74].

Preparación de las probetas de acuerdo con la Norma ASTM E-1820

Para las pruebas de flexión, se usa un aditamento de pruebas para tenacidad a la fractura con carga en tres puntos, de acuerdo con las indicaciones de la Norma ASTM E-1820. Las probetas deberán cumplir las relaciones geométricas establecidas, para este trabajo, las dimensiones de las probetas son de 5 cm × 1.1 cm, como se muestra en la Figura 2.10.

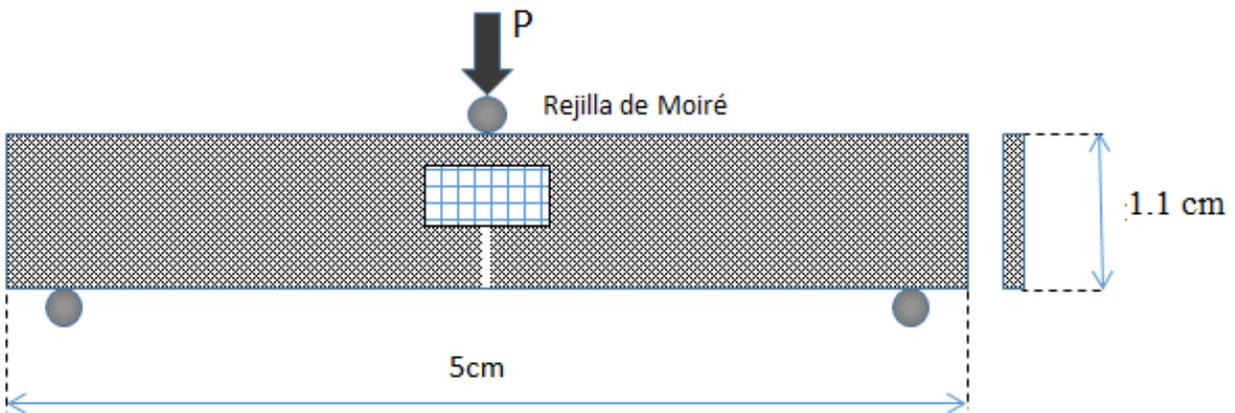


Figura 2.10. Esquema de la aplicación de la carga usando la nomenclatura del ASTM E 1820-01, Método de prueba estándar para medir la tenacidad a la fractura.

La grieta estará centrada en el material como se observa en la Figura 2.10, la profundidad de la grieta seguirá una relación de $0.25w$, es decir, un valor numérico de 3 mm.

Considerando esto, se procede a cortar las probetas, se utiliza un equipo de corte de disco diamante que cuenta con un contenedor para colocar liquido refrigerante que, en este caso, se utilizó agua destilada. Se ajustó la medida en el equipo ya que los cortes deben ser precisos.



Figura 2.11. Probetas de FC / resina epóxica.

2.2.8. Incorporación de las rejillas de difracción a las probetas

Para la elaboración de las rendijas se utilizó silicón TRV6154, catalizador 664B, molde de acrílico y molde de la rendija con una relación de 1000 franjas por pulgada. Se realizó siguiendo la metodología.

- Se preparan 6.5 g de silicón TRV6154 y se añade 664B al 10% con valor numérico de 650 mg. Se mezclan uniformemente para ser depositadas en el molde.
- Dentro del molde de acrílico se coloca el molde para hacer las franjas de las rendijas, se hace cuidadosamente sin hacer contacto con la película de la rendija molde.
- Se agrega el silicón y se deja curar durante 12 h. Posteriormente se retira cuidadosamente para no dañar las franjas en la película de la rendija molde. Repetimos el proceso hasta obtener las rejillas necesarias para los análisis ópticos (Figura 2.12a).

- Se da tratamiento a las rendijas con deposición de oro con una exposición de 20 s (Figura 2.12b).
- Se conservan las rendijas cuidadosamente sin hacer contacto con la superficie que contiene las franjas de difracción que ya están listas para ser utilizadas (Figura 2.12c).

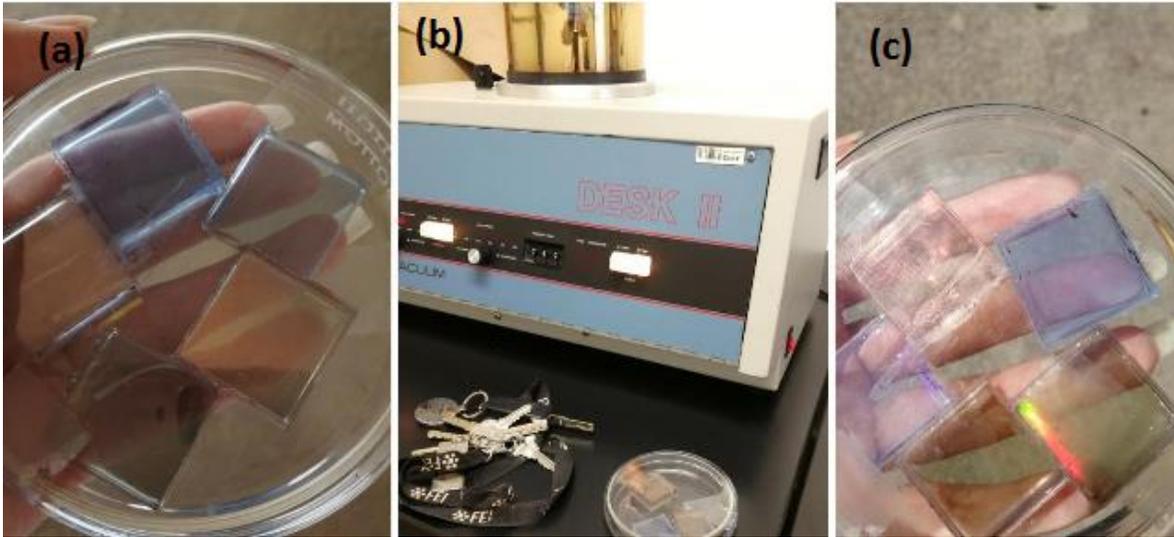


Figura 2.12. Rendijas (a) antes de la deposición de oro y (c) después de la deposición de oro.

Incorporación de las rejillas de difracción a las probetas

Se limpia previamente la superficie de la probeta, para ello se sigue un procedimiento similar al de la sección 2.2.7. Se limpia la superficie con un detergente especial con ayuda de un isopo. Seguidamente, se coloca acondicionador y finalmente se limpia el resto de grasa que pudiera contener con alcohol isopropílico con ayuda de un cotonete. Una vez limpia la superficie se prepara la mezcla se resina epóxica con etilendiamina al 13.8% y se procede a incorporar la rejilla.

- Se coloca un poco de mezcla de resina epóxica sobre la superficie lisa del material (Figura 2.13a).
- Se incorpora la rejilla de difracción con la orientación que se va a medir, puede ser en la dirección x o y . Se coloca cuidando que quede bien alineada (Figura 2.13c).
- Se deja impregnada durante al menos 24 hrs para finalmente retirarse la rejilla maestra (Figura 12.13e).

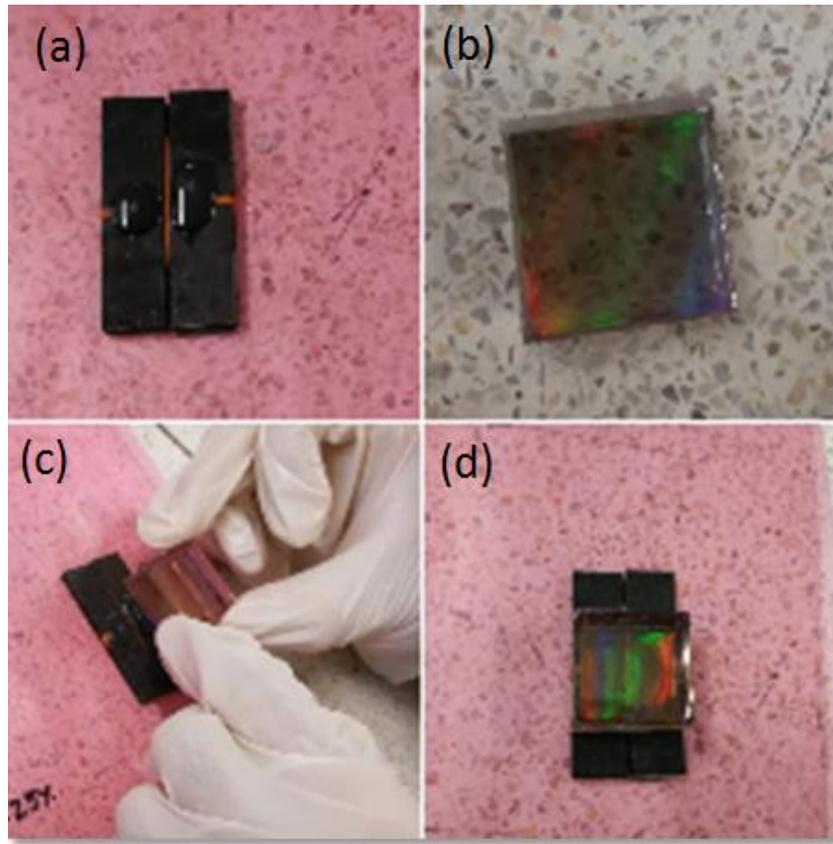


Figura 2.13. Incorporación de la rejilla de difracción a las probetas.

2.3. Montaje experimental para interferometría

Se sigue el principio de interferometría de luz láser, para ello se considera un arreglo experimental como se muestra en la Figura 2.14. De manera que se cumpla la ecuación de la rejilla,

$$\sin \beta_m = \sin \alpha + m\lambda f$$

Cuya condición para que el haz emergente salga a paralelo a la muestra, es decir a 90° , se logra cuando

$$m = 1 \rightarrow \sin \alpha = \frac{\lambda f}{2}$$

Por lo tanto, se ajusta el ángulo del haz incidente α , teniendo los valores conocidos de λ y f , sabiendo que podemos definir $f = 1/d$. Obteniendo un valor para α de 30.05° .

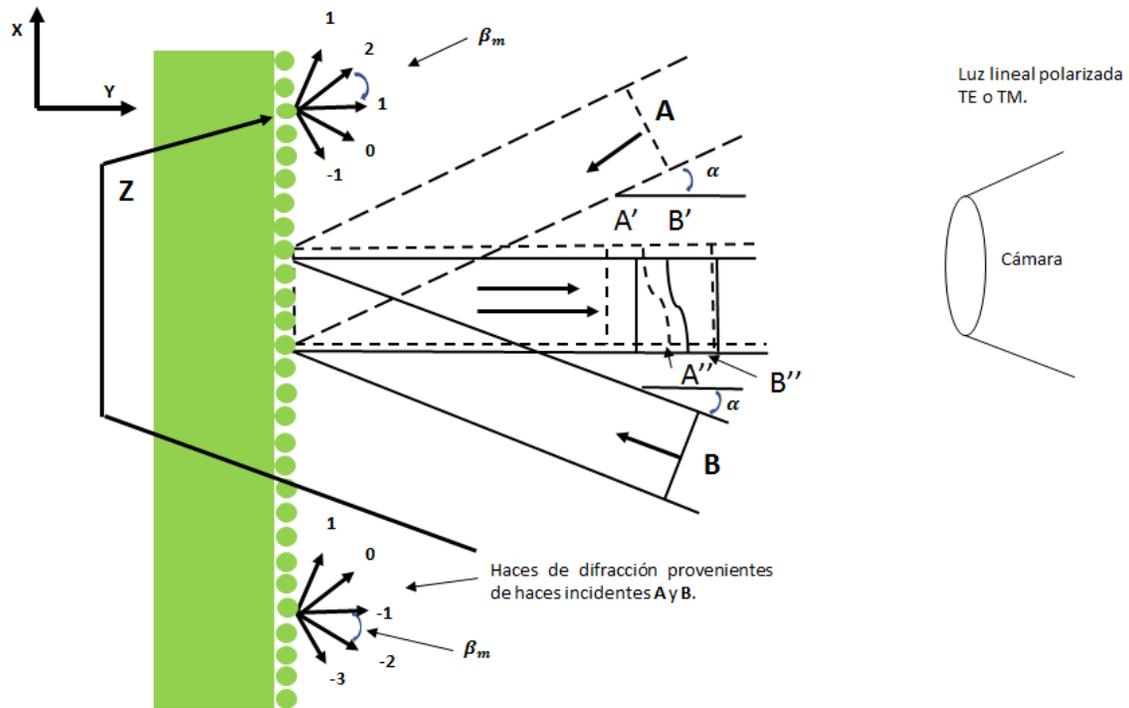


Figura 2.14. Haces incidentes de la muestra.

Al hacer el arreglo colocando el espejo paralelo a la muestra, se tiene entonces dos haces incidentes en la probeta que forman un ángulo 2α y como consecuencia se forma además una rejilla virtual (resultado de la proyección del espejo) que muestra un patrón de interferencia con un número de franjas similar al del número de líneas en la rejilla de difracción de la muestra, logrando así el fenómeno de interferencia [74]. Este patrón de interferencia obtenido es el patrón de líneas de Moiré y es el que se utiliza para hacer las mediciones de deformación, como se explica en la Figura 1.11.

El montaje experimental de Moiré interferométrico, utilizando un aditamento para la aplicación de cargas en modo de flexión en tres puntos, se observa en la Figura 2.15.

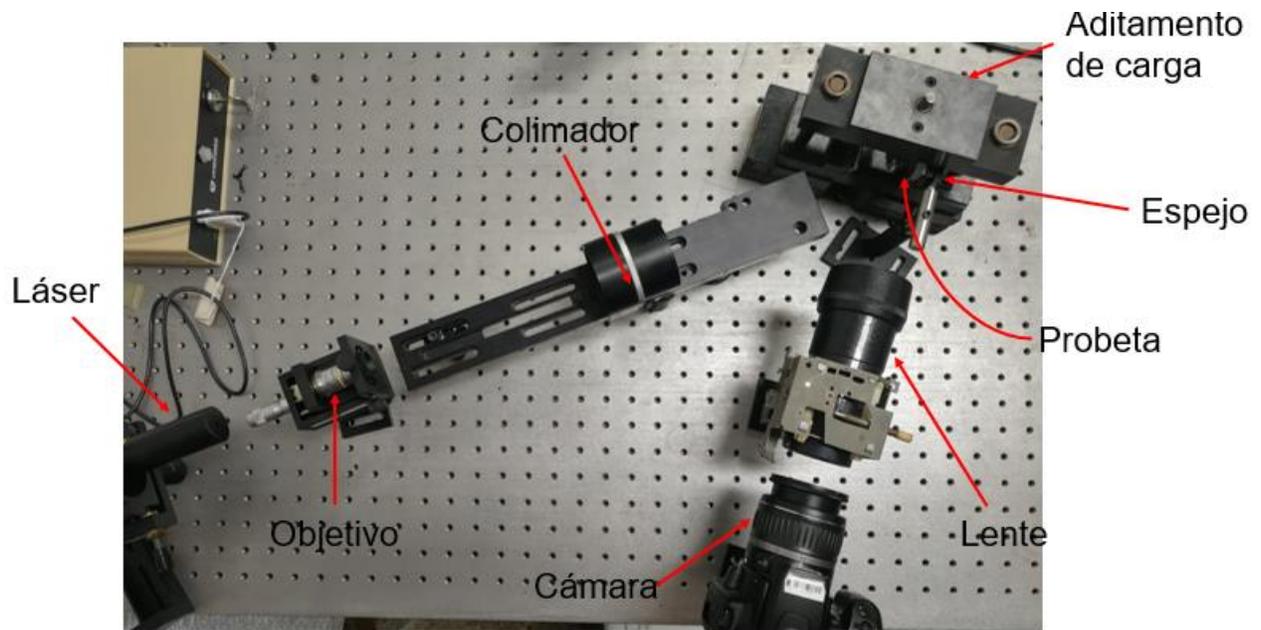


Figura 2.15. Montaje experimental para pruebas mecánicas.

2.4 Factor de intensidad de esfuerzos

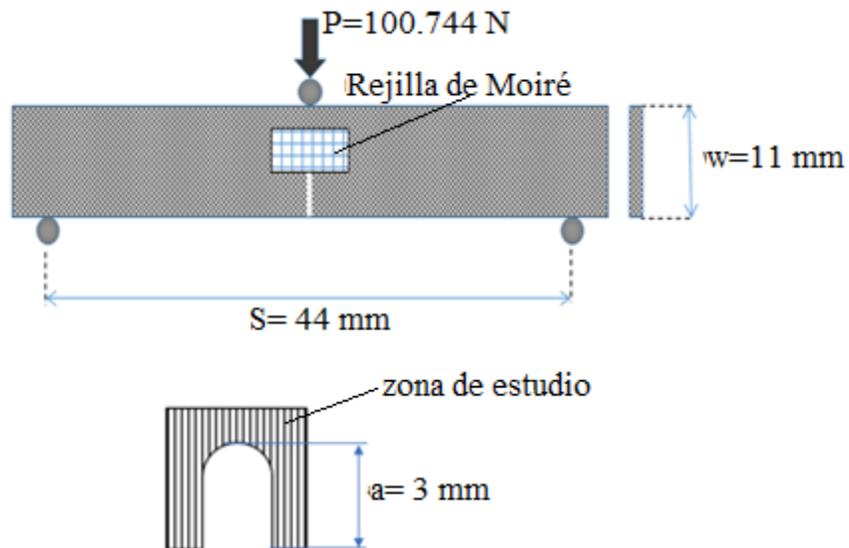


Figura 2.16. Esquema de la geometría del espécimen para carga en 3 puntos.

Para el caso particular de carga en 3 puntos con la configuración como se muestra en la Figura 1.8, el cálculo teórico para K_I se consideran las ecuaciones 17, 18 y 19 mostradas en la sección 1.1.5 de este trabajo.

Para los cálculos de K_I con los datos obtenidos del análisis usando Moiré Interferométrico, se usaron los siguientes valores de las propiedades mecánicas mostradas en la Tabla 2.2.

Tabla 2.2 Propiedades de los laminados preparados con diferentes tratamientos de FC.

Tratamiento de la FC	Módulo Elástico (GPa)	Relación de Poisson
<i>Sin grafeno</i>	41 ± 0.60	0.237
<i>0.1% nPG-GPTMS</i>	43.6 ± 3.4	0.278
<i>0.25% nPG-GPTMS</i>	45.2 ± 2.4	0.302

Los valores de las propiedades mecánicas mostradas en Tabla 2.2 fueron reportadas en un trabajo previo del grupo de investigación [73].

CAPÍTULO 3

RESULTADOS Y DISCUSIONES

Se presentan los resultados en dos secciones, en una primera parte se muestran los resultados de la caracterización espectroscópica y morfológica de los materiales como resultado de la modificación superficial de las fibras de carbono utilizando nanohojuelas de grafeno. La otra parte consta de los resultados obtenidos de la determinación de los valores y distribución de los campos de deformación unitaria en el extremo de la grieta utilizando la técnica de Moiré interferométrico y en forma teórica y el cálculo de los factores de intensidad de esfuerzos para las distintas formulaciones.

3.1 Caracterización espectroscópica y morfológica de la fibra de carbono y de las nanohojuelas de grafeno

En esta sección se muestran los resultados obtenidos por distintos métodos de caracterización y el análisis de cada uno: Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), Microscopía Electrónica de Barrido con Detector de Energía Dispersiva de rayos X (MEB-EDX) y Espectrometría de Fotoelectrones inducidos por rayos X (XPS).

3.3.1 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier

En la Figura 3.1 se presenta el espectro de las nanohojuelas de grafeno en su forma prístina (nPG) y en la Figura 3.2 se muestra el espectro de las nanohojuelas de grafeno funcionalizadas con Silano Z-6040 (nPG-GPTMS).

En la Figura 3.1a, se observa pico en $\sim 1760 \text{ cm}^{-1}$, que demuestra la presencia del grupo $C = O$ con movimiento de estiramiento. La presencia de la banda $\sim 2950 \text{ cm}^{-1}$, denota la aparición del enlace $-OH$ con movimiento de estiramiento, y finalmente el pico en la banda 1240 cm^{-1} indica estiramiento en $C - O$ [79].

Diversos autores han reportado valores para las bandas para nPG y nPG-GSTM, el caso de la Figura 3.1b, se presentan las siguientes bandas: $\sim 2940 \text{ cm}^{-1}$ y $\sim 2874 \text{ cm}^{-1}$ indican la presencia de CH y $SiOCH_3$, el pico en la banda $\sim 775 \text{ cm}^{-1}$ representa Si-O- [75,76]C. Las bandas $\sim 1740 \text{ cm}^{-1}$, es señal del grupo carbonilo que indican su presencia con el estiramiento de $C = O$ y, finalmente la banda 1136 cm^{-1} muestra la presencia del grupo SiO [64,73, 75].

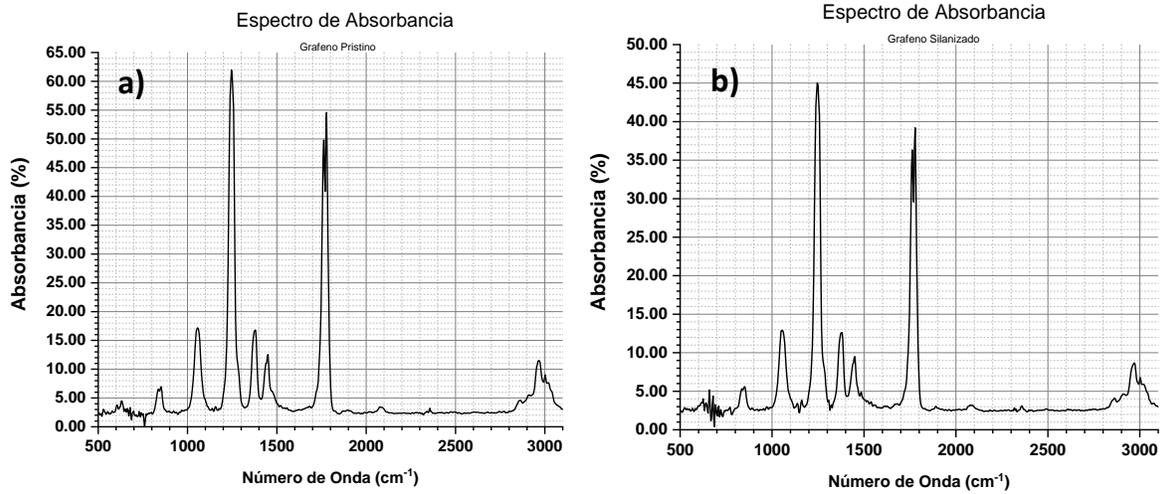


Figura 3.1 Espectros FTIR de nanohojuelas de grafeno a) prístino y b) funcionalizado con agente silano z-6040.

Para las FC, se analizaron los 3 casos de funcionalización. En la Figura 3.2 se muestra el caso de la fibra tratada superficialmente con un recubrimiento de resina epóxica.

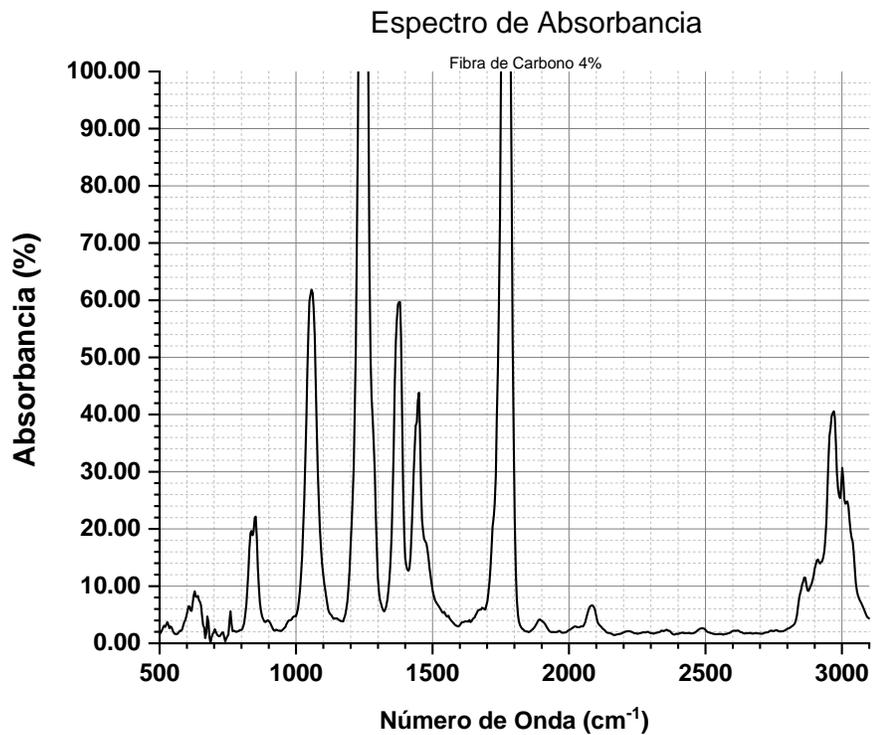


Figura 3.2 Espectro FTIR de FC con recubrimiento de resina epóxica DER-331.

En la Figura 3.2 se observan las siguientes bandas: 1240 cm^{-1} que demuestra estiramiento de C-O; $\sim 1430\text{ cm}^{-1}$ flexión C-O-H en el plano; 1740 cm^{-1} representa estiramiento en C=O y [77,78]; finalmente la banda $\sim 2980\text{ cm}^{-1}$ que representa estiramiento en O-H [75, 76].

En la Figura 3.3 se observa la presencia de los grupos funcionales para las FC con 0.1% de nPG-GPTMS (Figura 3.3a) y para las FC con 0.25% de nPG-GPTMS (Figura 3.3b). En ambos casos, se muestran los picos en las mismas bandas y esto se debe a que están compuestas por los mismos materiales variando solo el porcentaje de la presencia de nPG-GPTMS.

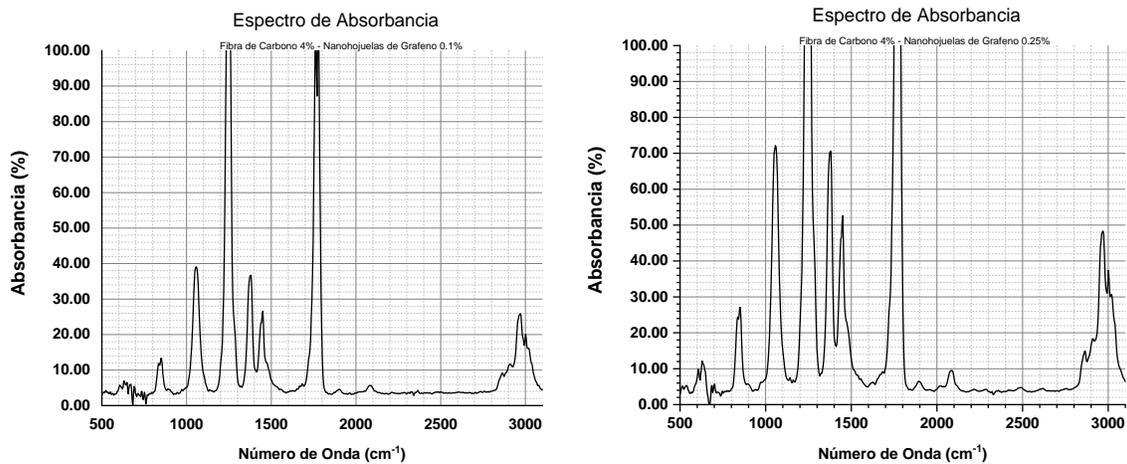


Figura 3.3. FTIR de FC con nPG-GPTMS al a) 0.1% y b) 0.25%

3.1.2 Microscopía Electrónica de Barrido con Detector de Energía Dispersiva de rayos X

Se hace MEB a las fibras con sus diferentes funcionalizaciones, en ellas se observa la rugosidad de las fibras (Figura 3.4) [73].

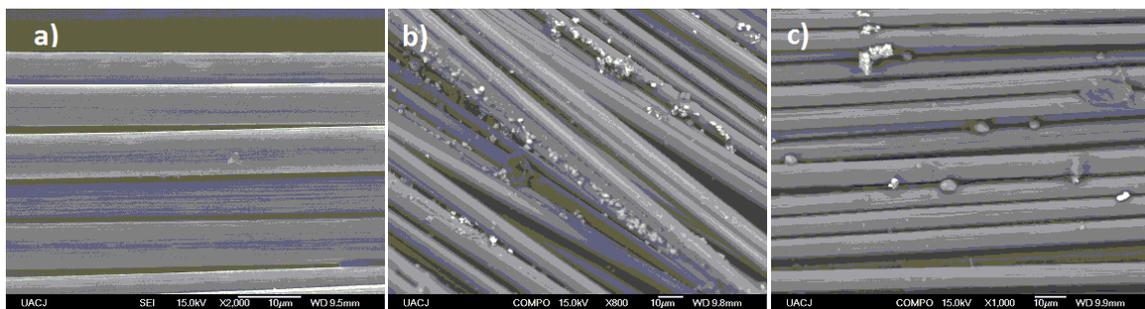


Figura 3.4. MEB de FC con a) recubrimiento de resina epóxica, b) recubrimiento de resina epóxica y nPG-GPTMS al 0.1% y c) recubrimiento de resina epóxica y nPG-GPTMS al 0.25%.

En la Figura 3.4a se observa la superficie de las FC funcionalizadas solo con resina epóxica DER-331, se puede notar una superficie lisa. En la Figura 3.4b se observa la presencia del nPG-GPTSM y lo mismo sucede en la Figura 3.4c. También se hizo un análisis SEM-EDX, para puntualizar la presencia del silano en las fibras tratadas superficialmente con nPG-GPTMS (Figura 3.5).

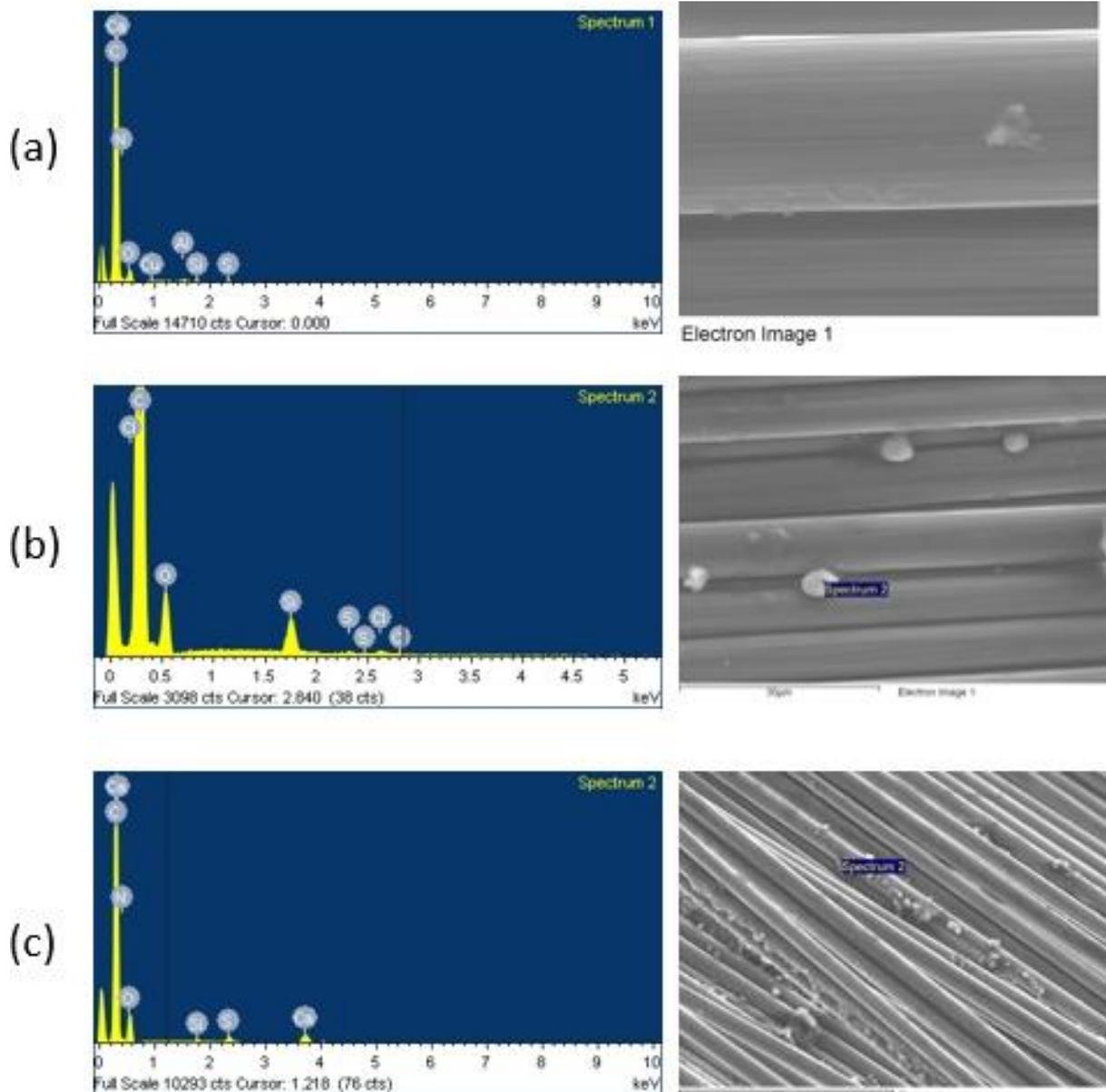


Figura 3.5. EDX de las FC funcionalizadas con a) resina epóxica, b) resina epóxica y 0.1% de nPG-GPTSM y c) resina epóxica y 0.25% de nPG-GPTSM.

En la Tabla 3.1 se muestran los porcentajes de los elementos presentes en cada tratamiento de las fibras de carbono

Tabla 3.1. Elementos presentes en los diferentes tratamientos de las fibras de carbono.

Elemento	FC Sin nPG-GPTMS	FC 0.1% nPG-GPTMS	FC 0.25% nPG-GPTMS
C (%)	79.02	56.19	84.51
N (%)	6.75	22.28	---
O (%)	12.91	17.70	13.78
Si (%)	---	0.32	1.43

Los datos de la Tabla 3.1 fueron extraídos de las pruebas de EDS que se realizaron a las diferentes concentraciones de nanohojuelas de grafeno presentes en las FC. Se observa que para el caso particular de las FC que solo fueron recubiertas con resina no se encuentra presente el silano y esto demuestra la ausencia de los nPG-GPTMS en esas FC. En las FC tratadas a 0.1% se muestra la presencia del Si en un 0.32%, aunque está presente muestra un mayor porcentaje del incorporado y esto puede deberse a que al momento de impregnar las FC con los nPG-GPTMS estos no se distribuyeron de manera uniforme a lo largo de la superficie de la FC. En las FC con concentración de 0.25% nPG-GPTMS se observa un porcentaje mayor en la presencia de Si y esto concuerda con el hecho de que contiene mayor porcentaje de nanohojuelas de grafeno silanizadas [64,73].

Los valores mostrados en la Tabla 3.1, muestran como elemento más abundante al carbono en las tres FC con los diferentes tratamientos, esto se esperaba ya que tanto las FC contienen este elemento como los nPG-GPTMS. Sin embargo, en el caso de las FC modificada superficialmente al 0.1% de nPG-GPTMS muestran un porcentaje menor de C que las FC tratadas únicamente con resina, esto puede deberse a bajas concentraciones de nPG-GPTMS en la zona donde se hizo el análisis EDS.

Se puede observar un alto porcentaje de contenido de oxígeno en las tres muestras de FC, esto se debe principalmente al tratamiento químico que se les dio a las FC para retirar el sizing comercial. Las fibras fueron previamente oxidadas en una solución 3:1 de H_2SO_4/HNO_3 lo que genero un aumento en la concentración de oxígeno de las FC.

3.1.3 Espectrometría de Fotoelectrones inducidos por rayos X

En esta sección se presenta los resultados de los XPS para las cinco muestras descritas en la sección 2.2.5 y en la tabla 2.1.

Las Figuras 3.6 y 3.7 muestran los XPS obtenidos de la señal de C_{1s} . En la Figura 3.6 se muestran los resultados del XPS para los nPG y los nPG-GPTMS, la señal para el Oxígeno se encuentra en el intervalo 293.33 eV y termina en 281 eV. En los nPG y los nPG-GPTMS se mostraron picos en la banda **284.79 eV** que corresponden a las señales C-O, C=O y C-C. Se observa una disminución en la intensidad en el pico 284.79 y esto se puede deber a los carbono-silicio presentes.

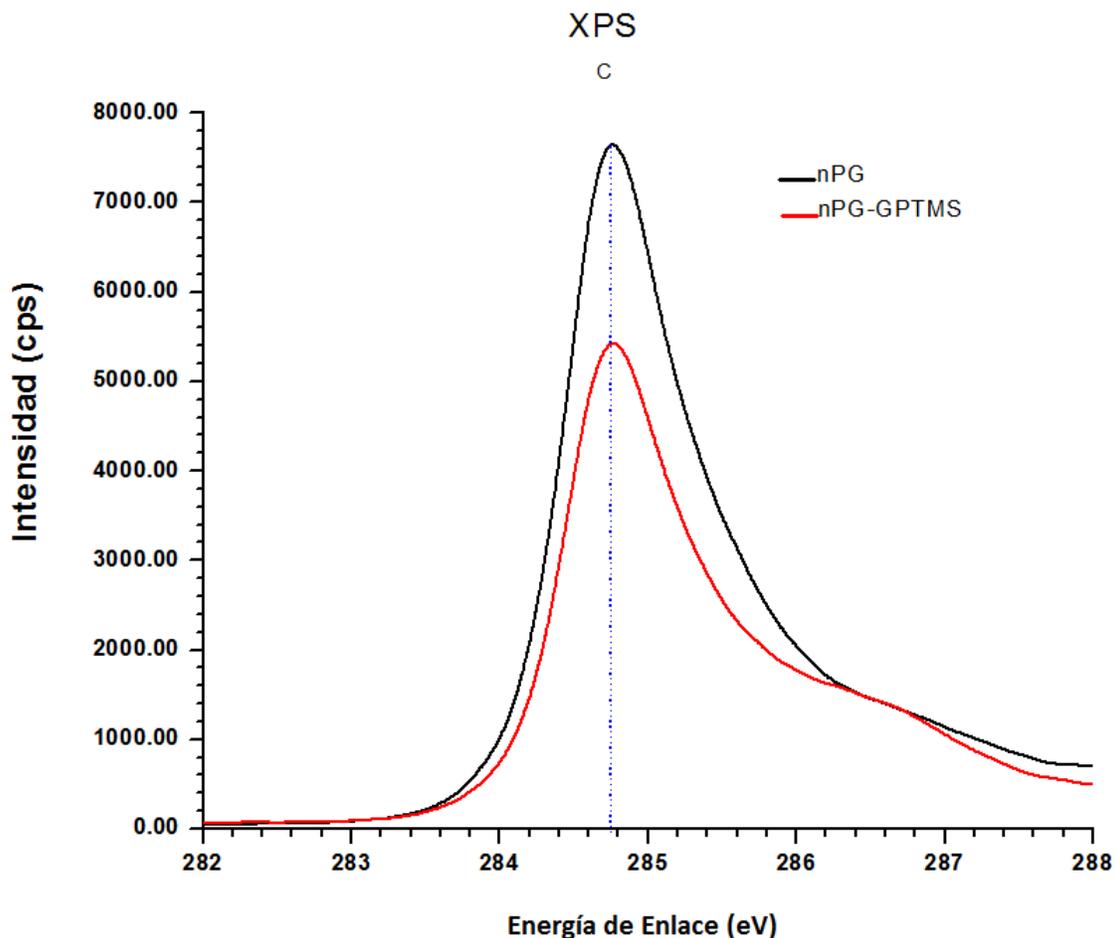


Figura 3.6. XPS de los nPG y nPG-GPTMS en la señal C_{1s} .

En la Figura 3.7 se muestran el XPS para las FC con los tres tratamientos superficiales, solo resina, 0.1% nPG-GPTMS y 0.25 nPG-GPTMS. La señal del oxígeno se encuentra en el rango de 293.3 eV y 281 eV, para las tres muestras de FC se observa un pico en la banda 284.8 eV. Adicionalmente en las FC tratadas con NPG-GPTMS se observa otro pico en 286.4 eV. En la banda de 284.8 eV se observa que la intensidad disminuye en la FC tratadas con nPG-GPTMS y esto se es menos en la FC con mayor porcentaje de nPG-GPTMS. En la banda **284.8 eV** indica clúster de carbono-silicio de acuerdo con las señales C-O, C=O y C-C que aumentaron, por otro lado, π - π * la intensidad de la señal en 284.8 eV podría estar asociado al anillo de benceno de las fibras el cual se redujo con la inclusión de silicio y clúster de carbono. La intensidad de la señal C=O disminuyó y esto podría estar asociada al enlace de silicio con oxígeno, por ello que la intensidad sea menos en la FC tratada con 0.25% de nPG-GPTMS [64, 73].

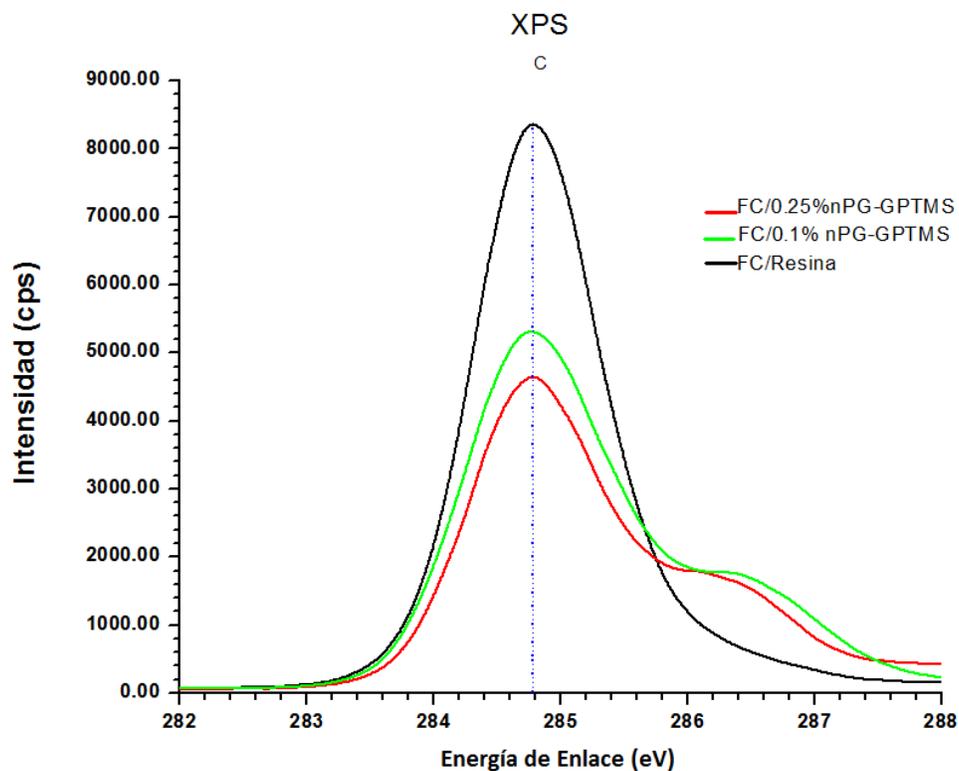


Figura 3.7. XPS de las fibras de carbono con los tres tratamientos superficiales, solo resina, 0.1% nPG-GPTMS y 0.25% de nPG-GPTMS en la señal C_{1s}.

En las Figuras 3.8 y 3.9 se muestra el XPS en la señal O_{1s} para las cinco muestras analizadas. En la Figura 3.8. En la figura 3.8 se muestra el XPS para los nPG y nPG-GPTMS, la señal de O_{1s} va desde 527 eV hasta 538.79 eV. En el espectro los nPG se observa un pico en **532.85 eV** característico del grupo C=O. Para el caso de los nPG-GPTMS, O_{1s} se descompone en dos señales un pico en 532.52 eV y otro en 533.8 eV, este cambio con respecto a los nPG se debe a la inclusión de clúster de carbono-silicio, esto ocurre debido a la presencia de oxígeno en la superficie para la estructura del grafeno. Finalmente, la señal C=O en O_{1s} en los nPG-GPTMS disminuye debido a que el silicio puede, precisamente, romper estos enlaces y como consecuencia la señal O-C, O-Si también aumenta [22,73].

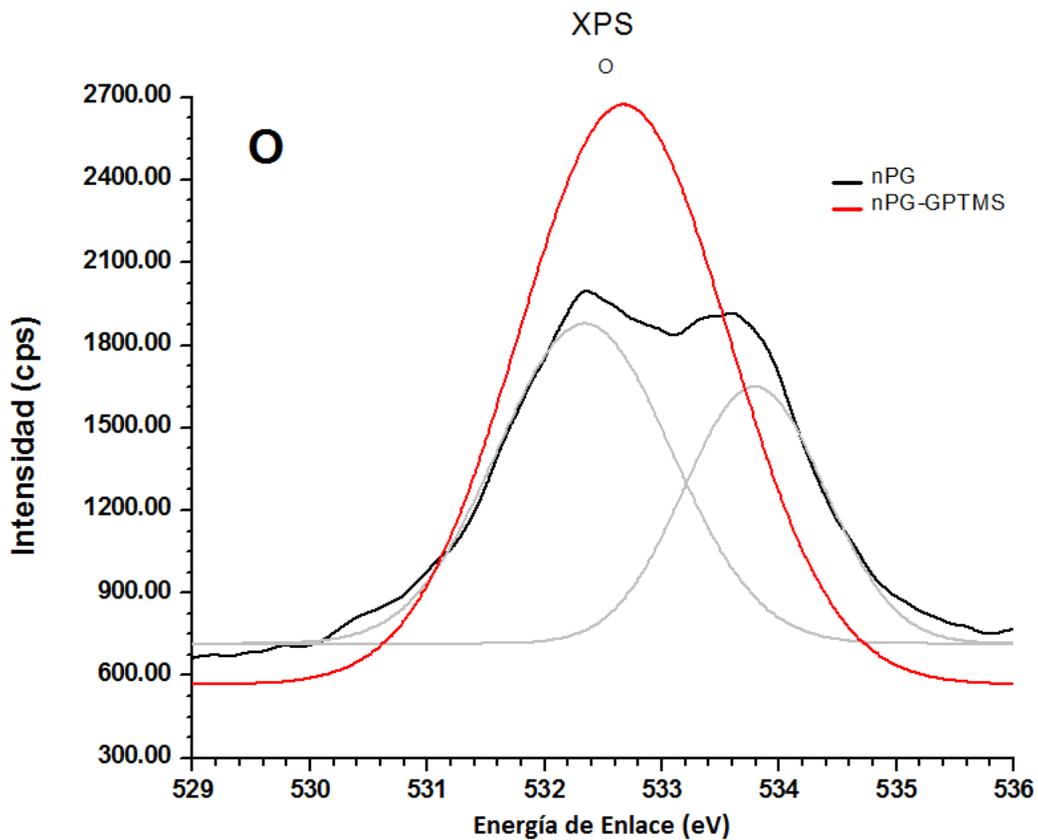


Figura 3.8. XPS de los nPG y nPG-GPTMS analizados en O_{1s} .

En la Figura 3.9 se presenta el XPS para las FC con los tres tratamientos superficiales en la señal O_{1s} , que va de 527.82 eV a 539.02 eV. En el espectro de las FC con tratamiento superficial de solo resina, se tiene un pico en 532 eV. Se observa un aumento en la concentración de Oxígeno para las FC tratadas superficialmente con nPG-GPTMS [64] siendo mayor en las FC con 0.1% de nPG-GPTS cuyo pico se encuentra en 532.98 eV.

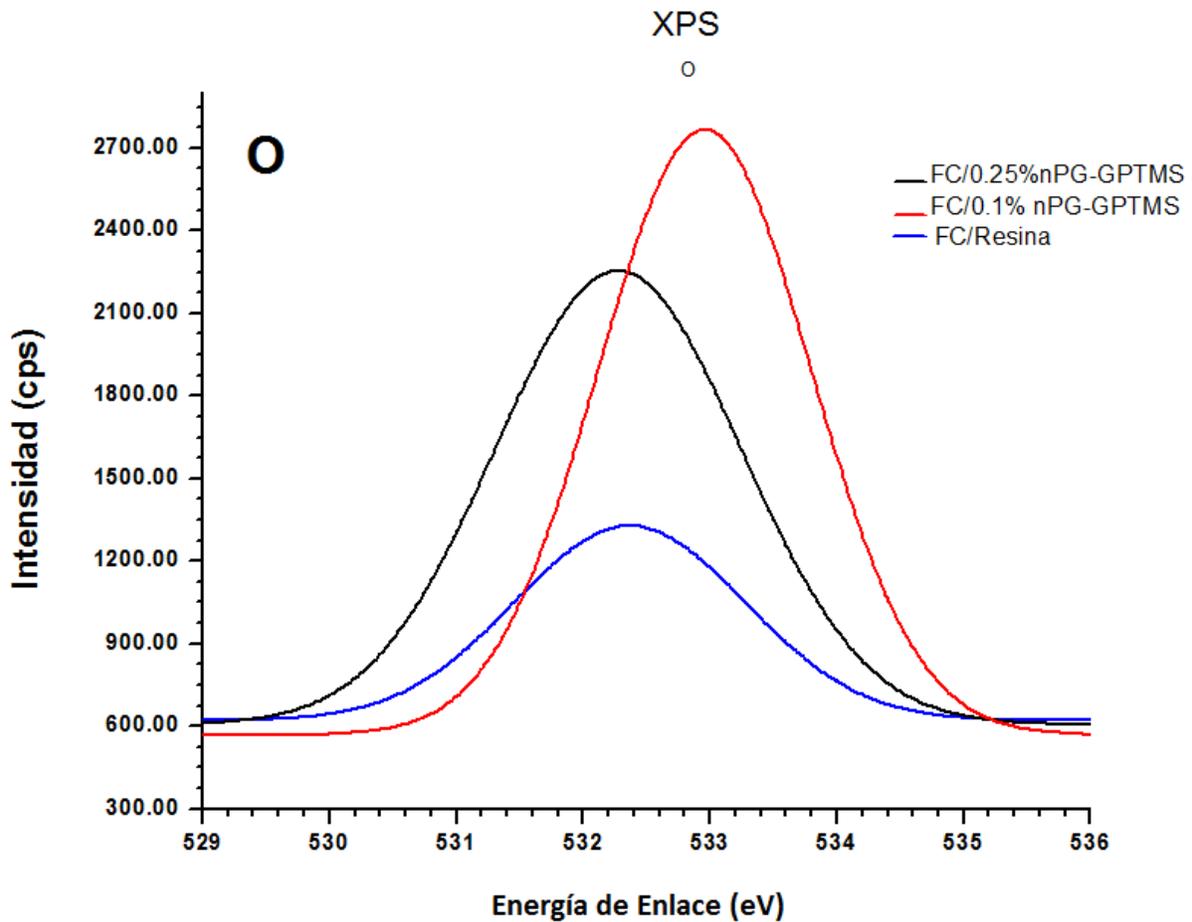


Figura 3.9. XPS de las fibras de carbono con los tres tratamientos superficiales, solo resina, 0.1% nPG-GPTMS y 0.25% de nPG-GPTMS en la señal O_{1s} .

En la Figura 3.10, se observa el XPS en la señal Si_{2p} de las cinco muestras (nPG, nPG-GPTM y las FC con los tres tratamientos superficiales). Se obtuvo mejor inclusión de clúster de carbono-silicio con muestra de 0,25% de silicio, incluso en la muestra sin silicio se presentó una pequeña señal, esto podría deberse a una contaminación de la muestra analizada. Arcos A., et al (2020), ha reportado resultados similares en la prueba XPS para el caso de nPG y nPG-GPTSM.

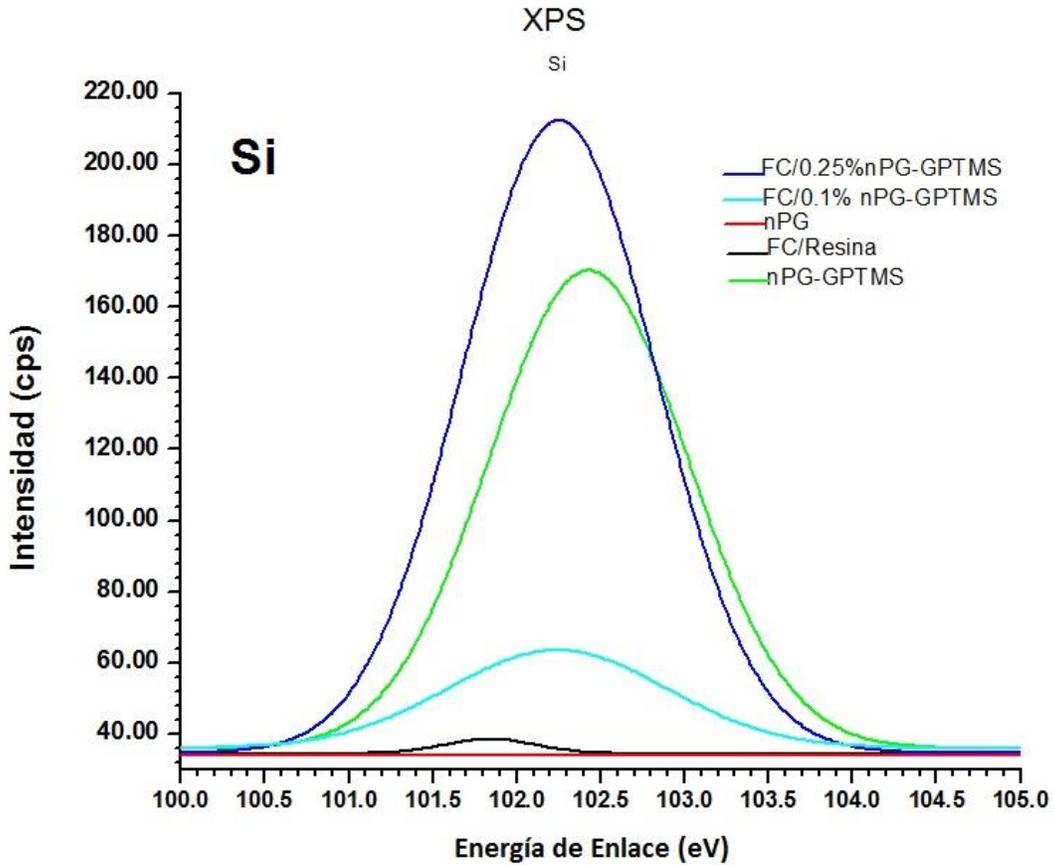


Figura 3.10. XPS en la de S_{2p} de los nPG. nPG-GPTMS, FC con tratamiento superficial de resina, FC con tratamiento superficial de 0.1% nPG-GPTMS y FC con tratamiento superficial de 0.25% nPG-GPTMS.

En la Tabla 3.2 se muestran los porcentajes de los elementos presentes, obtenidos a partir del XPS

Tabla 3.2 Valores obtenidos de XPS de los elementos presentes en los diferentes materiales.

Muestra	Masa % de los elementos			
	Si	C	N	O
nPG	---	93.14	0.94	5.69
nPG-GPTMS	2.24	83.78	0.89	13.09
FC / Resina	0.04	94.98	0.89	3.17
FC / 0.1% nPG-GPTMS	0.55	84.67	0.86	13.92
FC / 0.25% nPG-GPTMS	3.29	79.67	6.3	10.74

3.1.4 Microscopía de Fuerza Atómica

Se realizó análisis de MFA en las muestras de FC con los tres diferentes tratamientos. En la Figura 3.11 se muestran las imágenes con la textura de la superficie de las FC con los diferentes tratamientos, solo resina (imagen 3.11a), con 0.1% de nPG-GPTMS (figura 3.11b) y con 0.25% de nPG-GPTMS (Figura 3.11c).

En las imágenes obtenidas por MFA se puede notar un incremento en la rugosidad en la superficie para los casos que contienen nPG-GPTMS y es mayor en el tratamiento con 0.25% de nPG-GPTMS. Con un mayor incremento en la rugosidad aumenta la superficie de contacto las fibras para la formación del laminado para generar un mayor anclaje mecánico en la interfase [80,81].

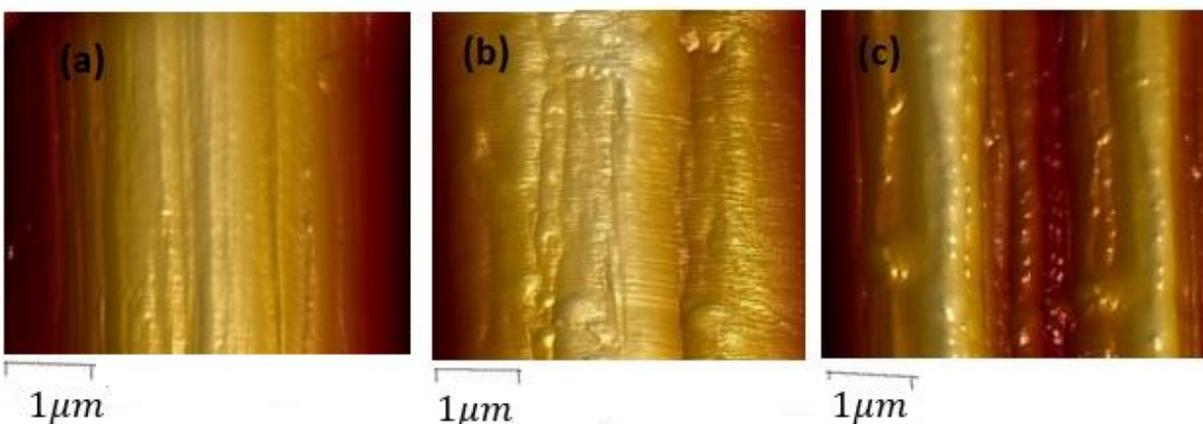


Figura 3.11. Topografía de MFA de a) fibra recubierta con resina, b) 0.1% de nPG-GPTMS, c) 0.25% de nPG-GPTMS.

3.2. Análisis de deformaciones y comportamiento de fractura

En esta sección se abordan los resultados del campo de deformación de la probeta en la vecindad de la grieta después de ser sometida a una carga de 10.28 Kgf. De igual forma, se presentan el análisis de los campos de desplazamientos y deformación del material, en x y y (ϵ_x y ϵ_y). Se presenta un análisis del factor de intensidad de esfuerzos en el caso particular del modo I (K_I), este análisis se abordará de forma teórica considerando la geometría del material y la carga aplicada y, como un segundo refuerzo se presenta un análisis partiendo de los resultados experimentales obtenidos del campo de deformación calculado con Moiré Interferométrico y medido en 3 puntos iguales en cada tratamiento del material.

Finalmente, se hace una comparativa de K_I experimental de los tres materiales medidos en 3 puntos iguales para así observar cuál material se acerca más a K teórica.

3.2.1 Medición del campo de desplazamiento en dirección x .

En esta sección se presentan los resultados experimentales obtenidos de la deformación de las probetas utilizando Moiré Interferométrico. Siguiendo el método de interferometría de luz láser de Moiré, se midió el campo de desplazamientos usando dos configuraciones en cada material, para ello se utilizaron muestras con rejillas de difracción en dirección perpendicular a la carga cuyo resultado nos dan franjas paralelas a la carga, análogamente, las otras rejillas en dirección paralela a la carga resultan en franjas perpendiculares a la carga, como se observa en las Figuras 3.12 y 3.18 para cada material previamente tratado y utilizado en este trabajo. Como parte del procedimiento y para hacer el análisis del campo de deformación, se tomaron dos fotografías de cada probeta, siendo una para obtener el patrón de franja antes de la carga (patrón de franjas base) y la otra para obtener el patrón de franjas después de la carga (patrón de franjas de datos).

Se hace un análisis del campo de deformación en x de las muestras con los distintos tratamientos como se muestra en las imágenes de la Figura 3.12. En las imágenes de la izquierda se puede notar un patrón de franjas base y estas pueden deberse a diferentes factores como la precisión en la orientación del ángulo de incidencia ya que de manera experimental es complicado obtener con exactitud el ángulo requerido. Otro factor se presenta debido a las imperfecciones en la superficie de la muestra que como consecuencia afectan al haz de luz que posteriormente llega al espejo de primera superficie y es difractada por la rejilla formada en la muestra. Para ello, se

procura alinear el espejo lo más perpendicular a la muestra de manera que el patrón de franjas base presente la menor cantidad de franjas posible. Sin embargo, los cálculos para la medición de los desplazamientos consideran este tipo de situaciones y es por esta razón que se considera este primer patrón de franjas y se grafica para después restarse a la función del patrón de franjas de datos, con ello podemos decir que este tipo de anomalías no afectan los cálculos de los desplazamientos producidos al aplicar una carga sobre las muestras [51].

Figura 3.12a muestra los patrones de franja que corresponden al tratamiento que solo contiene resina, siendo la de la izquierda antes de carga y la derecha después de la aplicación de la carga con una magnitud de 100.744N. La figura 3.12 b muestra los patrones de franjas que corresponden al tratamiento de 0.1% de nPG-GPTMS antes de carga, se observa una mejor alineación de las franjas debido a que se presentan menos franjas y el en patrón de franjas de datos se puede notar que hay una rotación en las franjas. Figura 3.12c muestra las imágenes para el tratamiento de 0.25% de nPG-GPTMS y se puede apreciar un mejor comportamiento en las franjas antes y después de la carga y se nota una rotación antes y después de la carga, pero esta es menos notoria que en el caso de las imágenes de la Figura 3.12b.

Las imágenes de la Figura 3.12, se utilizaron para calcular la deformación ϵ_x a lo largo de una línea en dirección x para los diferentes tratamientos del material. Para graficar el campo de deformación se obtuvieron las gráficas mostradas en la Figura 1.11. A continuación se presenta el análisis para la obtención de la gráfica de deformación para el material con el tratamiento de solo resina.

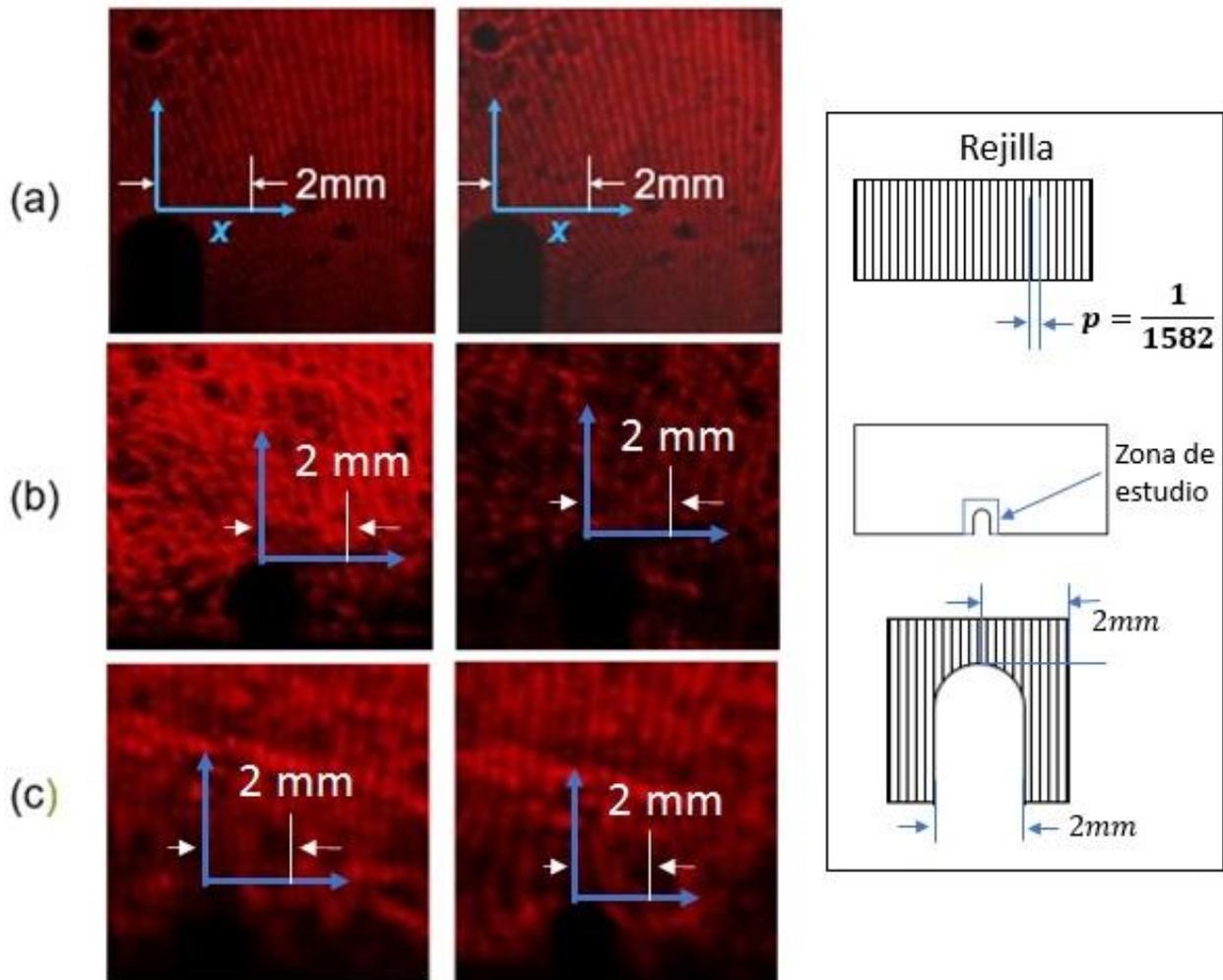


Figura 3.12. Imágenes del patrón de Moiré sin carga a la izquierda y con carga a la derecha mostrando desplazamientos en la dirección x con una carga de 100.744 N para los diferentes tratamientos del material a) solo resina, b) resina con 0.1% nPG-GPTMS y c) resina con 0.25% nPG-GPTMS.

La Figura 3.13 muestra la gráfica de orden de franja para el tratamiento de solo resina.

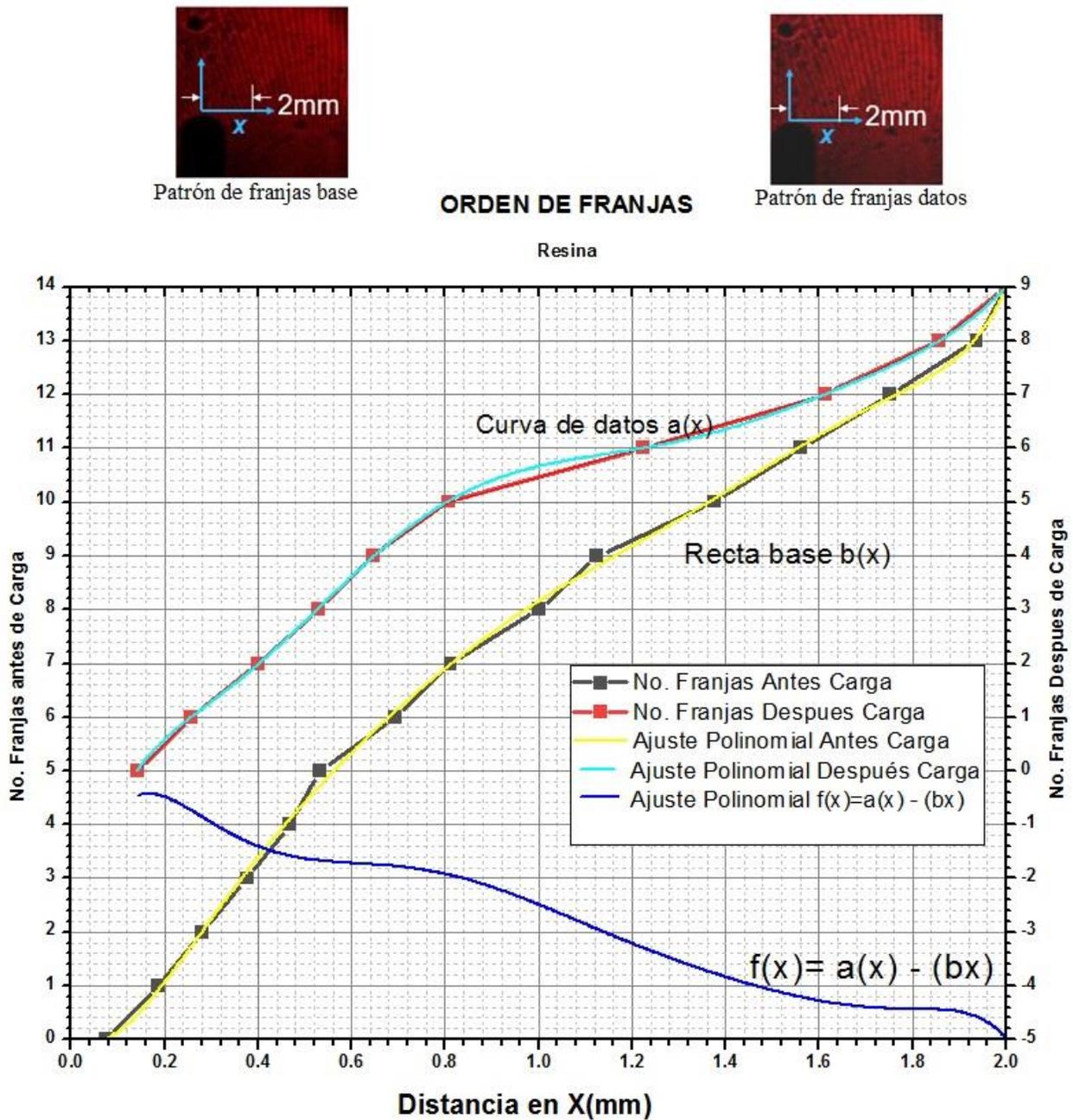


Figura 3.13. Gráfica del orden de franjas para el tratamiento con solo resina, medido en la dirección x.

Con las funciones obtenidas de los patrones de franjas base y franjas de datos se hace una resta de funciones de la recta de datos menos la recta base y así obtener los desplazamientos de la muestra cuando esta es sometida a una carga de 100.81 N (10.28 Kgf).

Podemos observar que al hacer la multiplicación por P/M , la función se vuelve casi cero, esto se debe a que el valor de P es muy pequeño ($P= 1/1582$) y M que es el número de orden del haz es igual a 1. Para fines prácticos resulta más sencillo dejar expresado P/M o solo P y presentar el valor para los cálculos de K_I como se explicó en el capítulo 2. Para calcular la deformación se deriva la función de desplazamiento obtenida en la gráfica de la Figura 3.14.

En la Figura 3.15 se observa la función de deformación en x (ϵ_x). Se observa que ϵ_x para el caso particular del tratamiento de solo resina se encuentra debajo de cero, es decir la deformación es negativa indicándonos que el material en la vecindad de la grieta medida a partir de la punta de la grieta se encuentra en compresión.

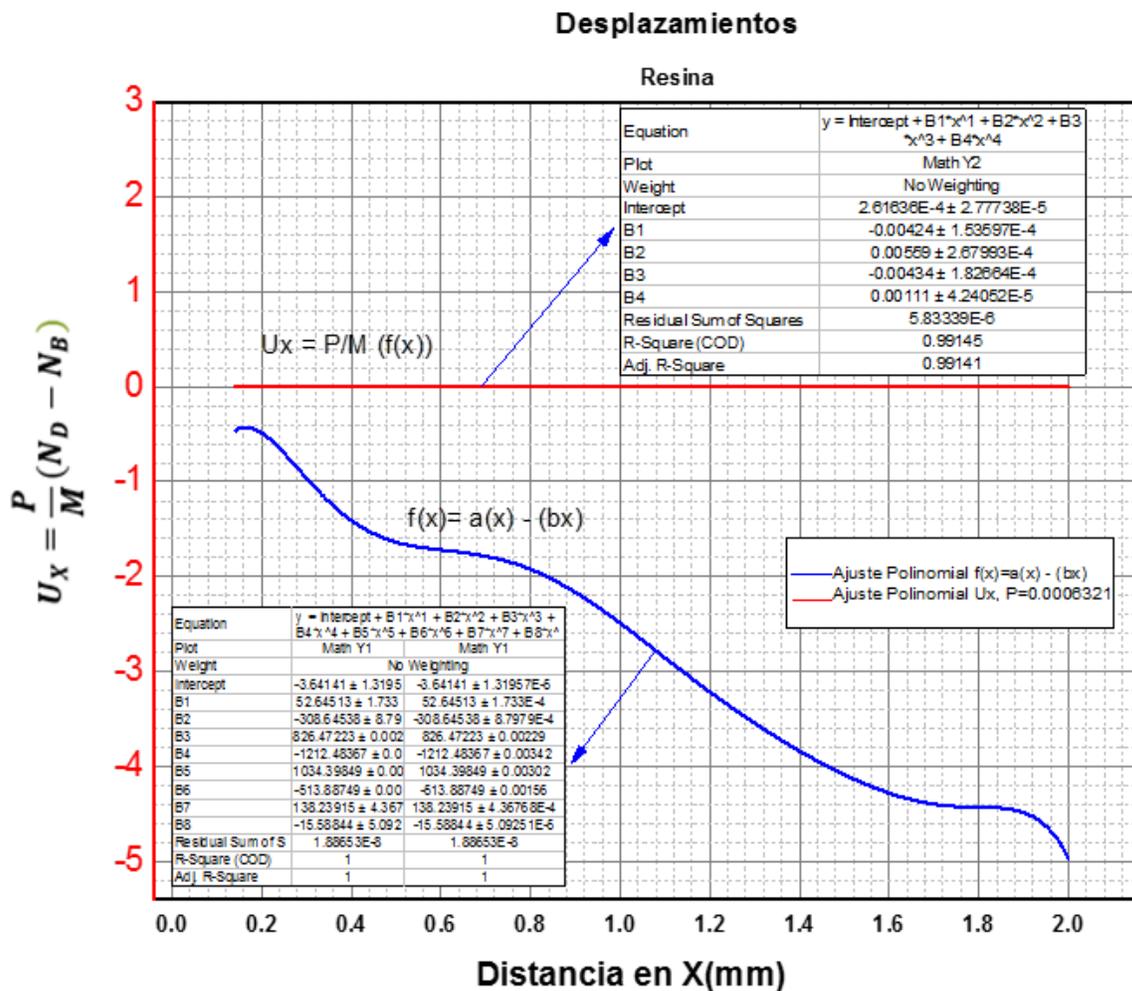


Figura 3.14 Gráfica de desplazamientos en dirección x del material con tratamiento de solo resina.

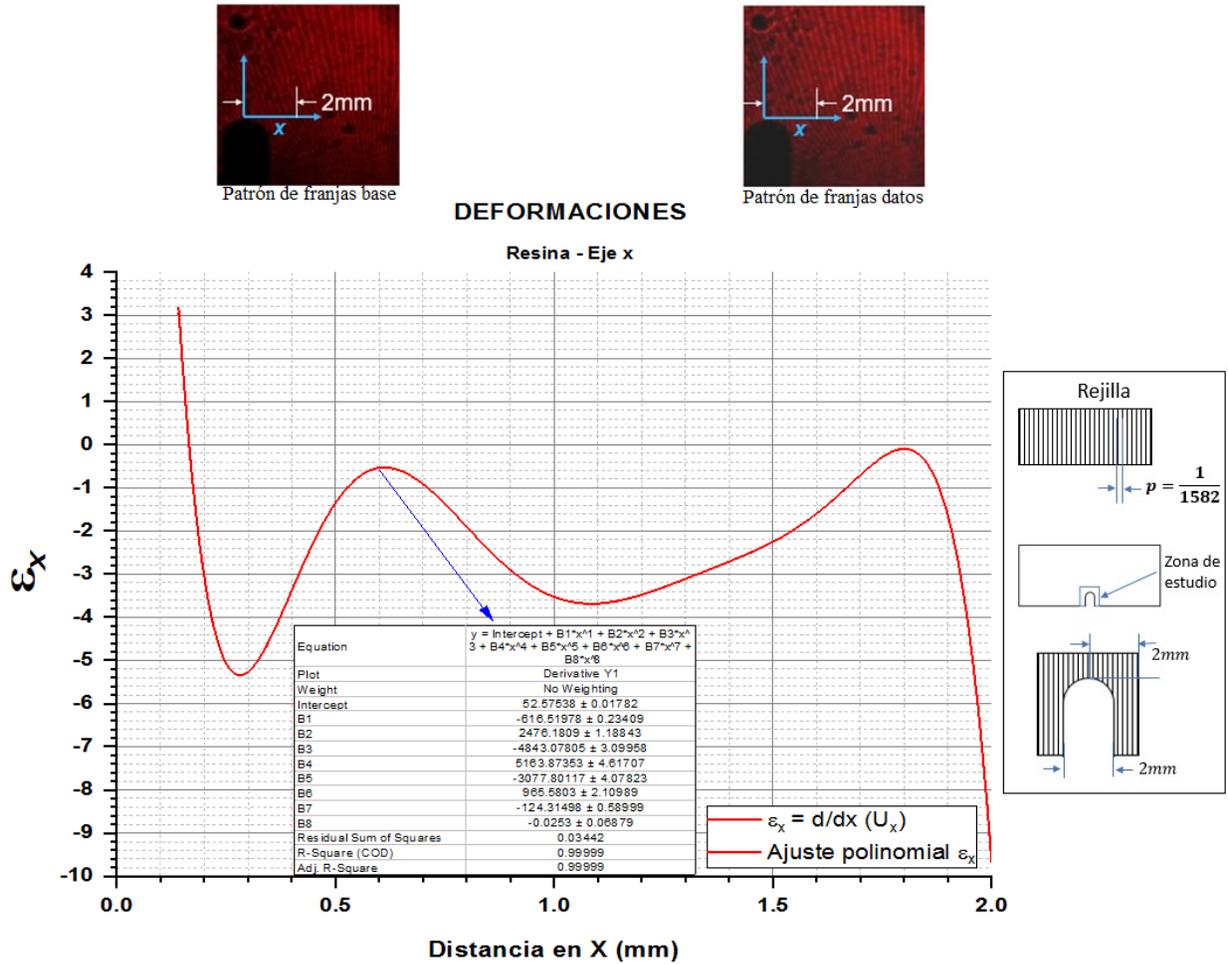


Figura 3.15. Gráfica de deformación ϵ_x en la muestra con tratamiento de solo resina.

Para el caso de las mediciones de ϵ_x en los tratamientos con 0.1% y 0.25% de nPG-GPTMS, se hace un procedimiento similar obteniendo previamente las gráficas de orden de franjas y de desplazamientos para obtener las gráficas de deformaciones.

En la Figura 3.16, se muestra la gráfica de deformación en x en el material con tratamiento de 0.1% de nPG-GPTMS. La muestra con la incorporación de las nanohojuelas de grafeno presenta una curva donde la zona de tensión empieza a ser notoria y además se observa que los valores de deformación son ligeramente más pequeños que en las FC que solo tienen el tratamiento con resina. En análisis de la deformación sobre en los tres puntos de interés que fueron los siguientes: $x = 0.5 \text{ mm}$, 1 mm y 1.5 mm empezamos a notar una primera zona de tensión en $x = 0.5 \text{ mm}$ mientras que en $x = 1 \text{ mm}$ y $x = 1.5 \text{ mm}$ se encuentran en zona de compresión. Se tiene

entonces, que el comportamiento de la deformación con la presencia de las nano hojuelas de grafeno además de ser más uniforme es menor y empieza a tener signo positivo.

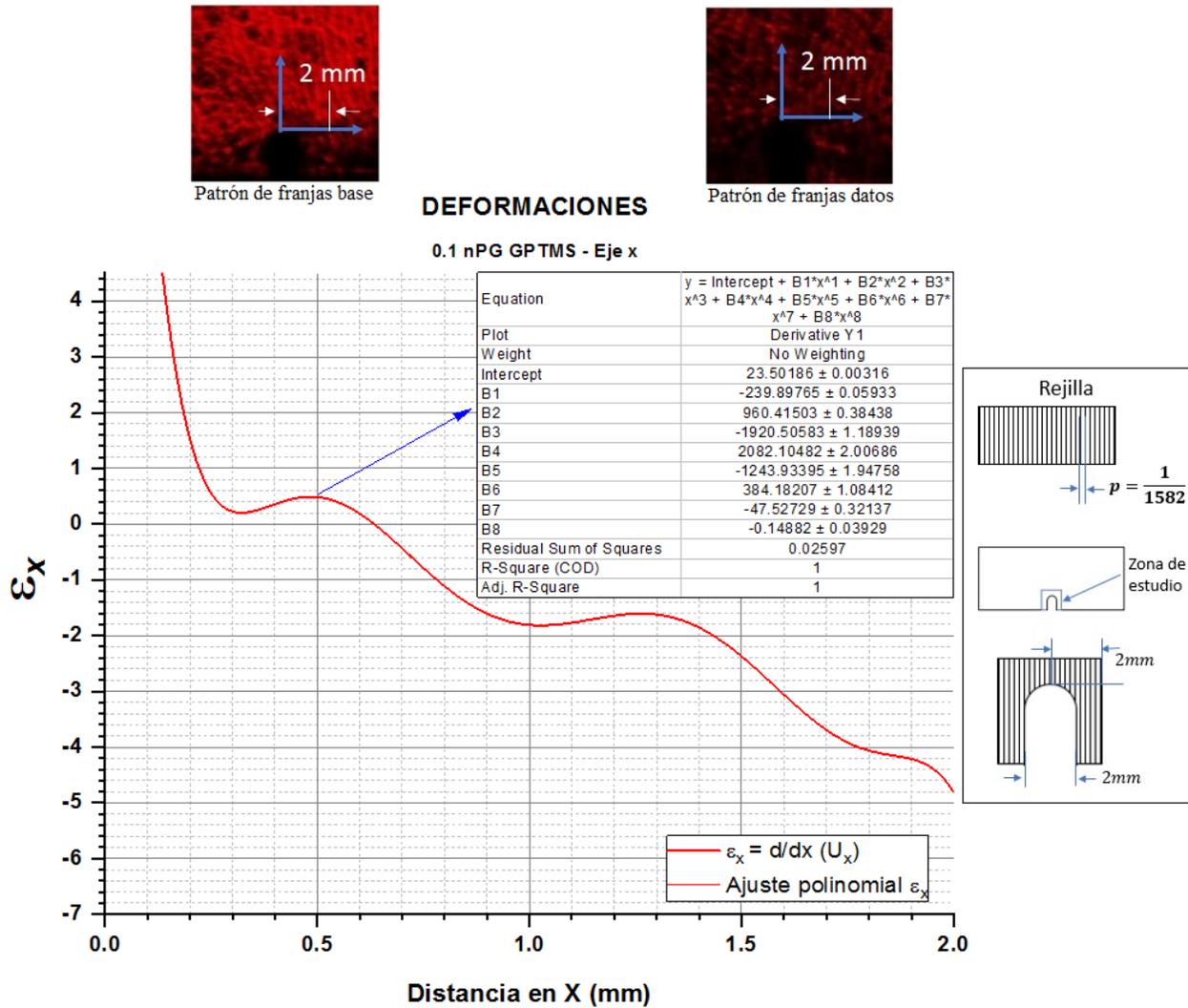


Figura 3.16. Gráfica de deformación en x en la probeta con tratamiento de resina y 0.1% de nPG-GPTMS.

Para el caso de las FC con recubrimiento de 0.25% nPG-GPTMS, se observan que la distribución de la deformación es menos uniforme que los casos anteriores. Dentro de la zona estudiada se presenta un valor alto de deformación cerca de los 2 mm. Sin embargo, los puntos de interés presentan una deformación menor que los casos anteriores. En este material, observamos que

en $x=0.5\text{mm}$ y $x=1\text{ mm}$ la deformación es negativa. Asimismo, cerca de la grieta, la zona es de compresión para después pasar a tensión y finalmente regresar a tensión.

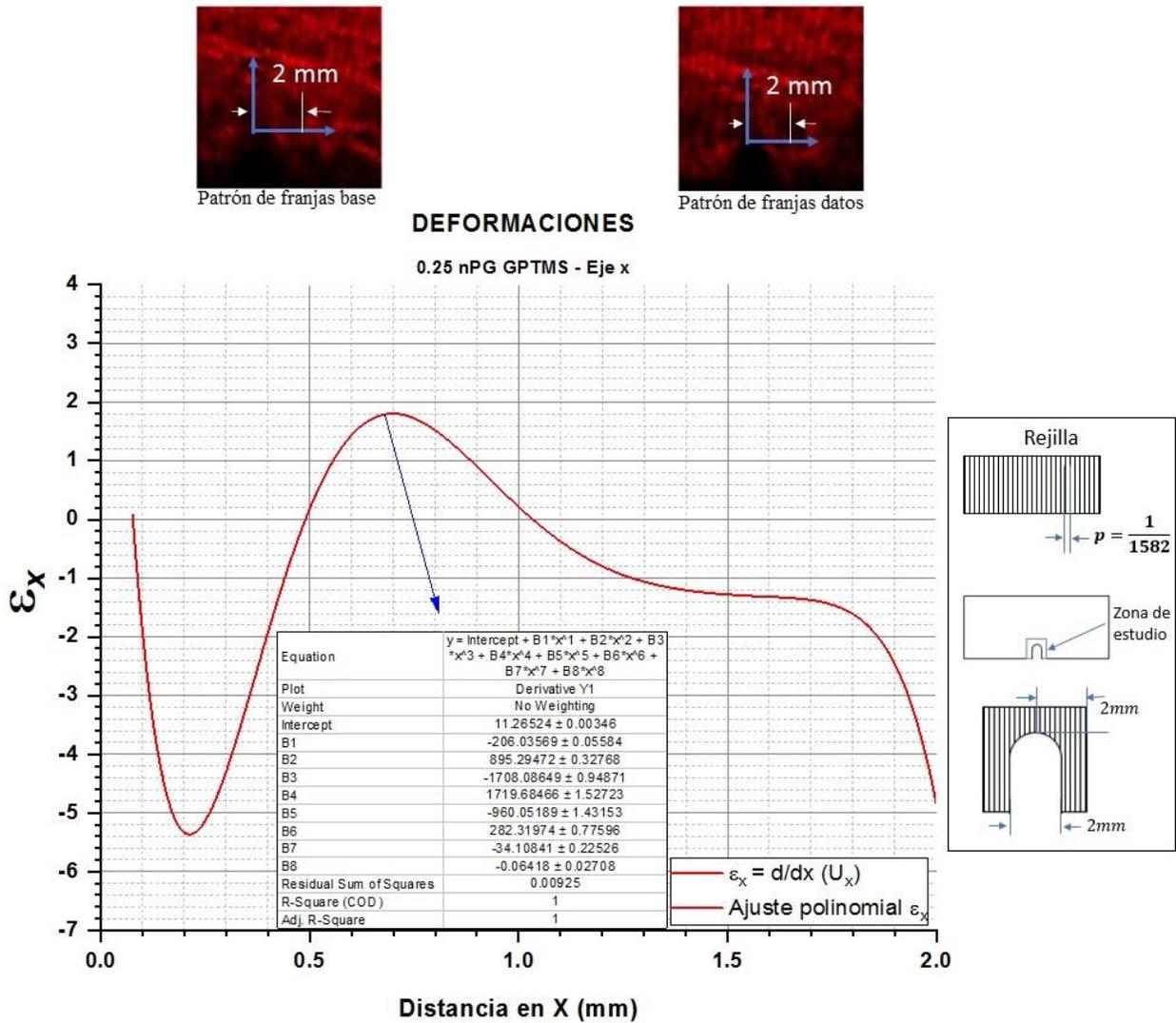


Figura 3.17. Gráfica de deformación en x para el tratamiento de FC con resina y con 0.25% de nPG-GPTMS.

Factor de intensidad de esfuerzos K_I

En este trabajo, se realizaron pruebas de tenacidad a la fractura con carga en tres puntos a las muestras con los diferentes tratamientos.

Para tener un análisis más visual de cómo se comportan los materiales estudiados ante la presencia de grietas, se hacen cálculos de los parámetros de fractura, en este trabajo se hace el cálculo del factor de intensidad de esfuerzos en diferentes puntos cercanos a la punta de la grieta.

- **K_I teórico.**

De acuerdo con las ecuaciones 15 y 16 presentadas en la sección 1.1.5, se procedió a calcular el factor de intensidad de esfuerzos teóricamente **K_I teórica**.

Donde:

- $P_i = 100.744 \text{ N}$;
- $a = 3 \times 10^{-3} \text{ m}$
- $S = 4.4 \times 10^{-2} \text{ m}$;
- $B = 2.7 \times 10^{-3} \text{ m}$
- $W = 1.1 \times 10^{-2} \text{ m}$

Se calcula primero la función $f(a/W)$, sustituyendo los datos en la ecuación 16.

$$f(a/W) = 3(a/W)^{1/2} \frac{[1.99 - (a/W)(1 - a/W)(2.15 - 3.93(a/W) + 2.7(a/W)^2)]}{2(1 + 2a/W)(a/W)(1 - a/W)^{3/2}}$$

Por lo tanto, se tiene

$$f(a/W) = 1.42$$

Se calcula entonces la K_I utilizando la ecuación 15.

$$K_I = \left[\frac{(100.744 \text{ N})(S = 4.4 \times 10^{-2} \text{ m})}{(2.7 \times 10^{-3} \text{ m})(1.1 \times 10^{-2} \text{ m})^2} \right]^{1/2} 1.42$$

El valor que se obtuvo del factor de intensidad de esfuerzos para los tres tratamientos del material es:

$$K_I = 2.019 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$$

El hecho de que sea la misma K_I teórica para los 3 tratamientos se debe a que no depende de la composición química del material sino de las condiciones geométricas y de carga que son las mismas en los tres casos.

- **K_I experimental.**

De la misma forma se realizó el cálculo del factor de intensidad de esfuerzos considerando 3 puntos iguales en cada muestra. En la Tabla 3.3 se muestran los valores de ϵ_x que se utilizaron para calcular K_I .

Tabla 3.3. Valores de ϵ_x en los tres tratamientos de las FC obtenidos en tres puntos iguales en cada caso.

TRATAMIENTO FC	Distancia r desde la punta de la grieta.		
	$r = 5 \times 10^{-4} \text{ m}$	$r = 1 \times 10^{-3} \text{ m}$	$r = 1.5 \times 10^{-3} \text{ m}$
Resina	$\epsilon_x = -1.38461538 \text{ P}$	$\epsilon_x = -3.53846154 \text{ P}$	$\epsilon_x = -2.25339367 \text{ P}$
0.1% nPG-GPTMS	$\epsilon_x = 0.496464932 \text{ P}$	$\epsilon_x = -1.80938914 \text{ P}$	$\epsilon_x = -2.39154412 \text{ P}$
0.25% nPG-GPTMS	$\epsilon_x = 0.178308824 \text{ P}$	$\epsilon_x = 0.216911765 \text{ P}$	$\epsilon_x = -1.2915724 \text{ P}$

Tomando en cuenta la ecuación 17 de la sección 1.1.5 de este trabajo, se calculó K_I experimental. Se tomaron en cuenta los tres puntos mencionados, $r = 0.5 \text{ mm}$, $r = 1 \text{ mm}$ y $r = 1.5 \text{ mm}$, medidos a partir de la punta de la grieta. Para los valores del módulo elástico E y la relación de Poisson ν , se tomaron los datos de la Tabla 2.2 considerando cada tratamiento de las FC. Partiendo de la punta de la grieta, se consideró un ángulo $\theta = 0^\circ$ en todos los casos. Los valores obtenidos de K_I medida a partir de los datos obtenidos de Moiré se presentan en la Tabla 3.4

De los resultados obtenidos, se puede observar que las probetas con tratamiento de solo resina y 0.1% de nPG-GPTMS a una distancia r de 0.5mm de la punta de la grieta mostraron una K_I mas cercana a la teórica, siendo la muestra que no contiene nPG-GPTMS la más cercana.

Tabla 3.4 Valores de K_I para los tres tratamientos de las FC en 3 puntos.

Tratamiento FC	Valor de K a diferentes distancias r		
	0.5mm	1mm	1.5mm
Resina	$-2.010 \text{ MPa } \sqrt{m}$	$-9.527 \text{ MPa } \sqrt{m}$	$-4.43 \text{ MPa } \sqrt{m}$
0.1% nPG-GPTMS	$1.062 \text{ MPa } \sqrt{m}$	$-5.474 \text{ MPa } \sqrt{m}$	$-8.86 \text{ MPa } \sqrt{m}$
0.25% nPG-GPTMS	$0.410 \text{ MPa } \sqrt{m}$	$0.7036 \text{ MPa } \sqrt{m}$	$-5.144 \text{ MPa } \sqrt{m}$

3.2.2 Medición del campo de desplazamiento en dirección y.

Se realizó un procedimiento similar al de la sección 3.2.1 de este trabajo. Siguiendo el método de interferometría de luz láser de Moiré, se midió el campo de desplazamientos en las probetas con diferentes concentraciones de nPG-GPTMS. Para las mediciones en y, se utilizaron muestras con rejillas de difracción en dirección paralela a la carga cuyo resultado nos dan franjas perpendiculares a la carga, lo que nos da como resultado un patrón de franjas paralelas a la carga, como se observa en las Figura 3.18 para cada concentración de nPG-GPTMS utilizado en este trabajo. Para la medición de los desplazamientos en las probetas con diferentes concentraciones de nanohojuelas de grafeno, se tomó una fotografía antes de la aplicación de la carga (patrón de franjas base) y una después de la carga (patrón de franjas datos).

Análogo al procedimiento para deformación en x, se hace un análisis del campo de deformación en y de las muestras con las distintas concentraciones de nanohojuelas de grafeno en la superficie de las FC como se muestra en las imágenes de la Figura 3.18. En las imágenes de la izquierda de la Figura 3.18, se muestran los patrones de franjas base de los materiales en sus diferentes concentraciones de nPG-GPTMS. En el caso de la deformación en y, las franjas se encuentran horizontales, es decir perpendiculares a la dirección de la carga aplicada.

La Figura 3.18a muestra la imagen correspondiente a los patrones de franja de la muestra con FC que solo contienen tratamiento superficial con resina, siendo la de la izquierda antes de carga y la derecha después de la aplicación de la carga con una magnitud de 100.744N. La Figura 3.18b muestra la imagen que corresponde a la muestra con de 0.1% de nPG-GPTMS de la FC se muestran igualmente los patrones de franja antes de carga (izquierda) y después de la carga (derecha). La Figura 3.18c muestra las imágenes para el tratamiento de 0.25% de nPG-GPTMS y se puede apreciar un mejor comportamiento en las franjas antes y después de la carga y se

nota una rotación antes y después de la carga, pero esta es menos notoria que en el caso de las imágenes de la Figura 3.18b.

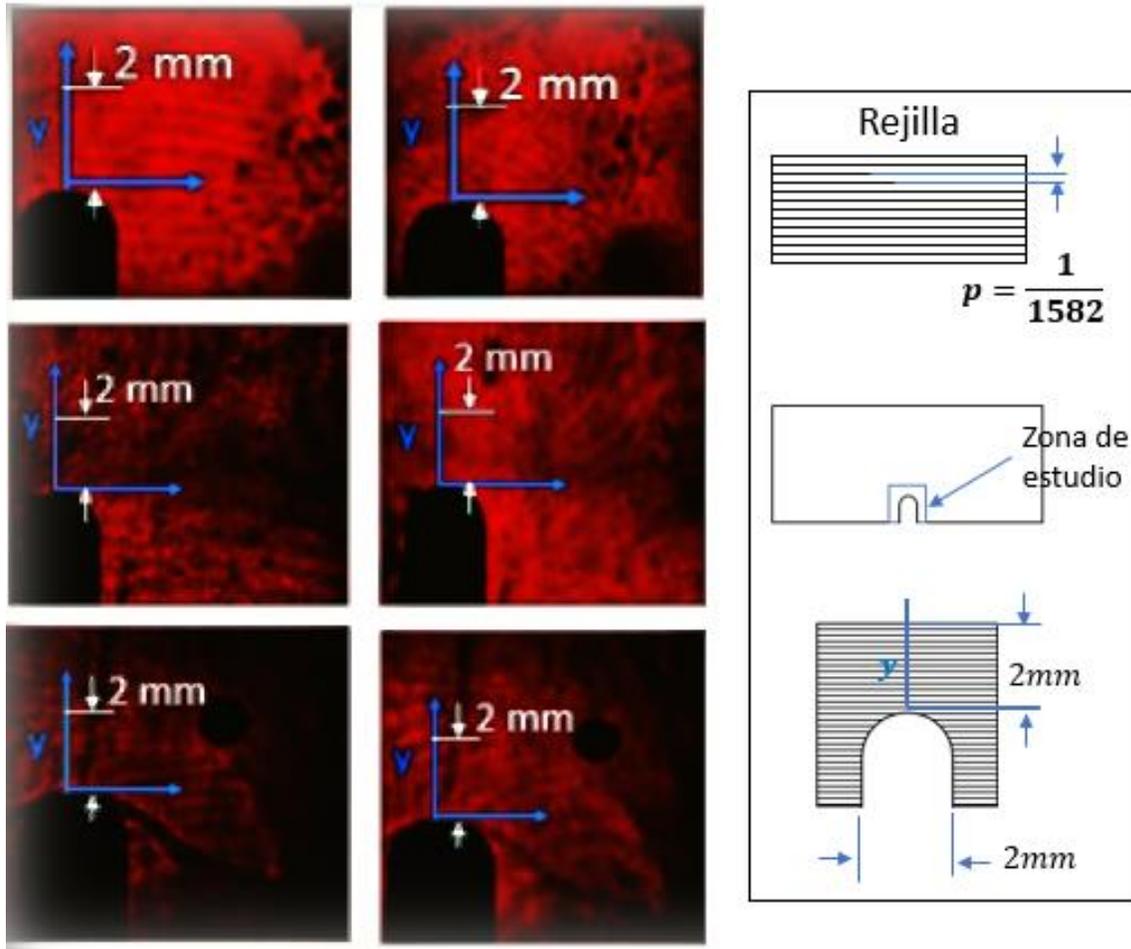


Figura 3.18. Imágenes del patrón de Moiré sin carga a la izquierda y con carga a la derecha mostrando desplazamientos en la dirección y con una carga de 100.744 N para los diferentes tratamientos del material a) solo resina, b) resina con 0.1% nPG-GPTMS y c) resina con 0.25% nPG-GPTMS.

En las imágenes obtenidas de los patrones de franjas de las mediciones en x , se observa una mayor nitidez en comparación con los patrones de franjas de la Figura 3.18.

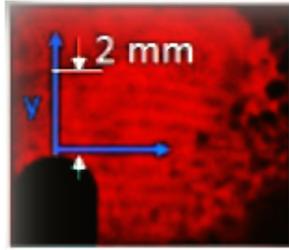
La calidad de las imágenes pudo deberse a distintos factores experimentales al momento de hacer las mediciones. Para las mediciones del campo de desplazamiento en y , se hicieron modificaciones en el montaje experimental en y , se realizó una rotación de 90° del aditamento de carga que, debido a sus dimensiones geométricas la muestra recibió una menor intensidad del haz de luz monocromático. Se tuvo, entonces, una menor intensidad en el haz emergente de orden 1 resultando entonces en una imagen más tenue.

En la Figura 3.18b existe una rotación significativa del patrón de franjas, se observan líneas verticales y esto puede ser ocasionado por los arreglos experimentales que se hicieron para que la probeta estuviera completamente vertical y provocando fricción entre el soporte y la probeta [82].

Se hizo un procedimiento similar al caso de deformación en x , para ello se utilizó un software para graficar datos y se realizaron los tratamientos indicados siguiendo (ver Figura 3.19 y Figura 3.20).

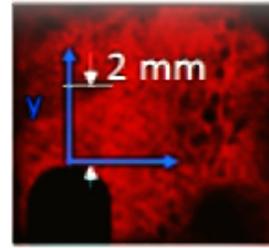
Para obtener la función de desplazamientos, se hace una resta de funciones, es decir la función obtenida del patrón de franjas base se resta a la obtenida del patrón de franjas de datos.

Análogo al caso de x , se observa que al hacer la multiplicación por P/M , la función se vuelve casi cero, esto se debe a que el valor de P es muy pequeño ($P= 1/1582$) y M que es el número de orden del haz es igual a 1. Para fines prácticos resulta más sencillo dejar expresado P/M o solo P y presentar el valor para los cálculos de K_I como se explicó en el capítulo 2. Para calcular la deformación hacemos una derivada de la función obtenida en la gráfica de la Figura 3.20.



Patrón de franjas base

ORDEN DE FRANJAS



Patrón de franjas datos

Resina - Eje y

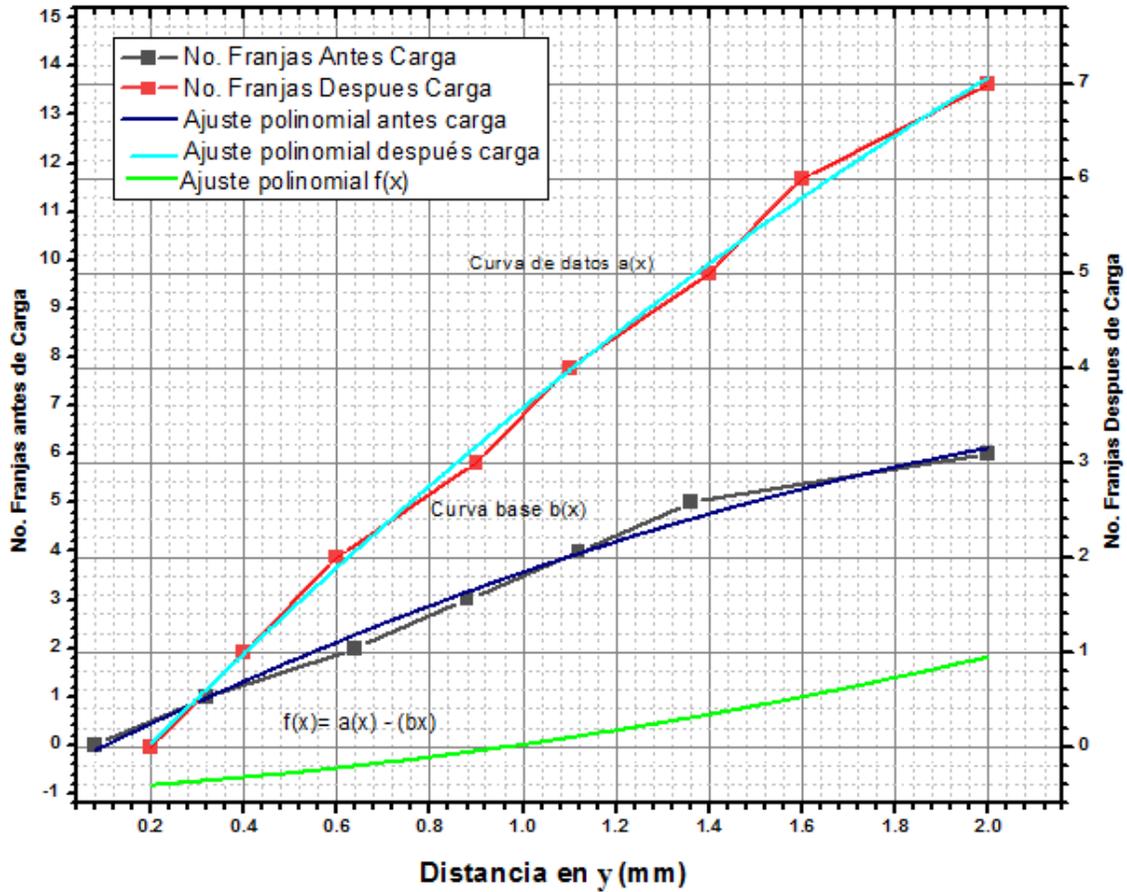


Figura 3.19. Gráfica del orden de franjas para el tratamiento con solo resina, medido en la dirección y.

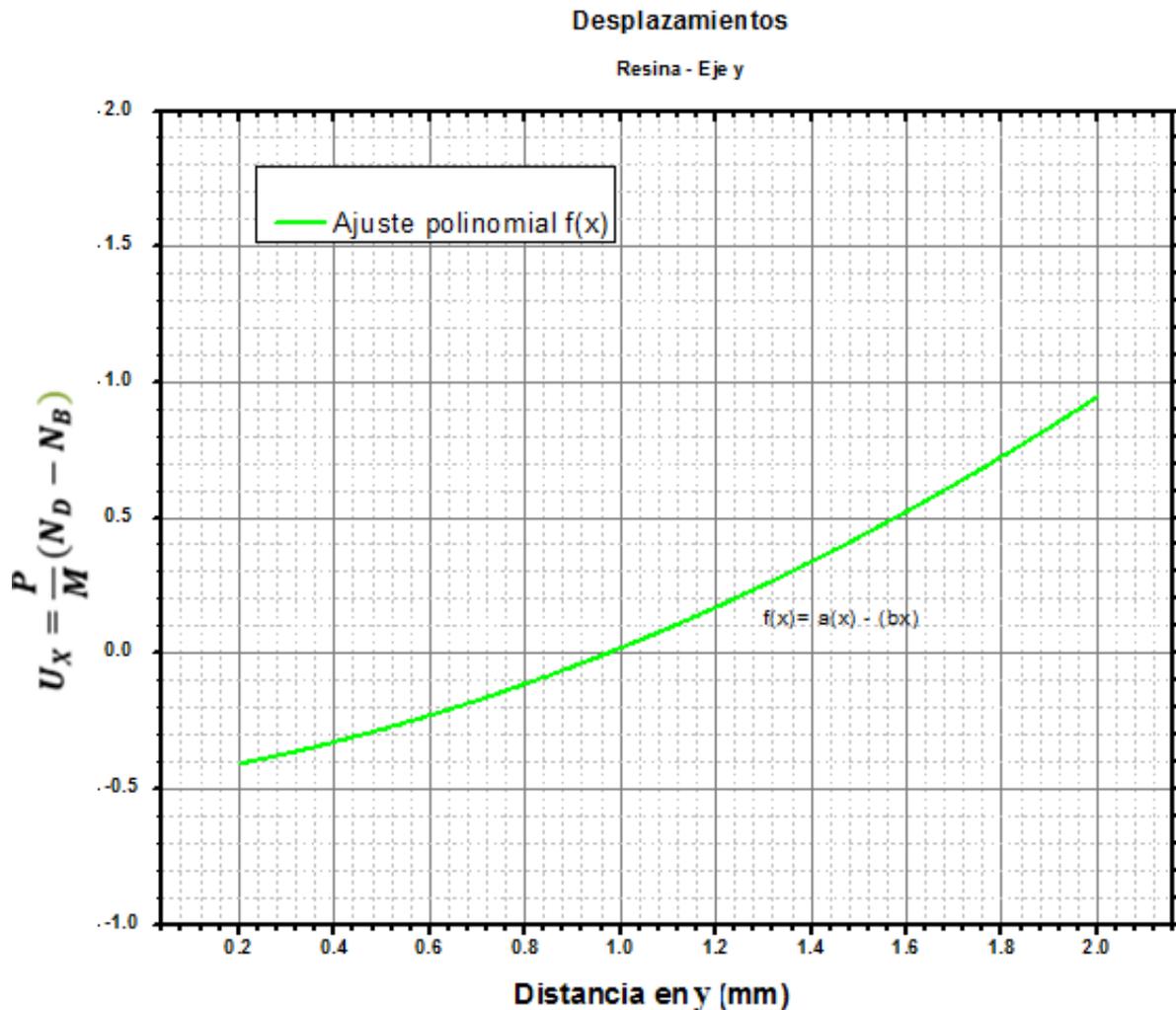


Figura 3.20 Gráfica de desplazamientos en dirección y del material con tratamiento de solo resina.

En las Figuras 3.21, 3.22 y 3.23 se muestran las funciones de los campos de deformación de las probetas (resina, 0.1% nPG-GPTMS y 0.25 nPG-GPTMS) sometidas a una carga de 100.81 N (10.28 Kgf).

En la Figura 3.21 se muestran los valores de deformación ϵ_y en la zona indicada, partiendo de la punta de la grieta la línea central. En esta Figura 3.21, se muestran los valores obtenidos para el tratamiento de solo resina para la curva de deformación de la línea $x=0$, donde la deformación se aproxima a una recta donde los valores van desde $0.35p \mu m$ donde $p= 1/1582$, por lo que la deformación sería de $0.22 \mu m$ en el punto más cercano a la grieta y aumenta hasta $4.14P \mu m$ en

el punto más alejado. En toda la zona medida, la deformación es positiva lo que indica que se trata de una zona de tensión esto es $2.7 \mu\text{m}$.

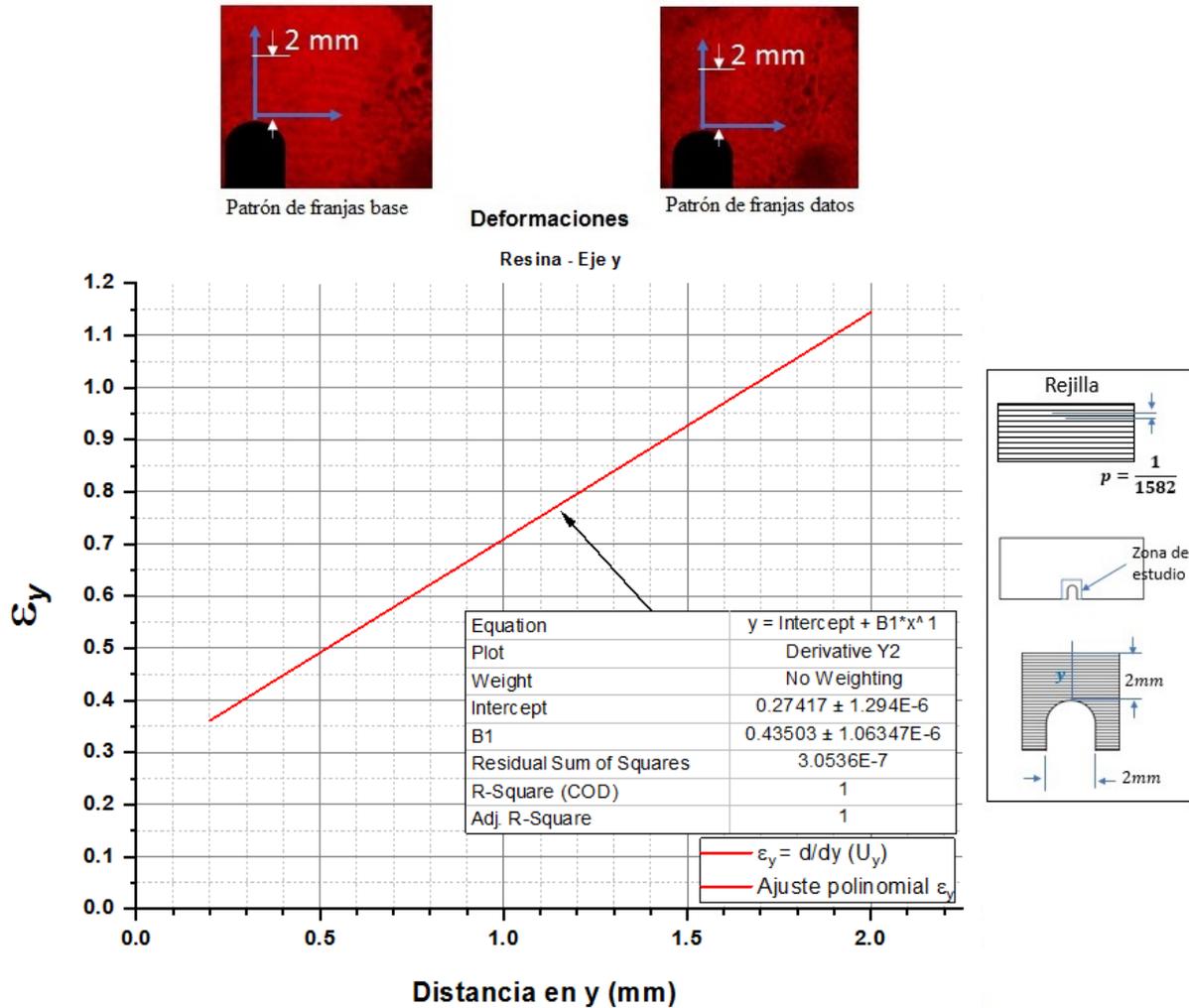


Figura 3.21. Gráfica de deformación ϵ_y en la muestra con tratamiento de solo resina.

El comportamiento del material en relación con la medición en x es notoriamente distinto, esto se debe a la configuración de la carga, ya que la prueba de fractura que se realizó está diseñada para fallas del material en el modo I lo que implica que el material debe fallar por abertura de grieta. En este caso, la distribución de esfuerzos a través del material debe ser mayor en el punto cercano a la carga.

La Figura 3.22, muestra la función de deformación de la muestra con FC con tratamiento superficial a 0.1% de nPG-GPTMS.

En la Figura 3.22, se observa un comportamiento diferente de la función de distribución de ϵ_y dado que el signo de la deformación cambia. Se presenta una composición química del material distinta, pero el principio físico de deformación es el mismo. En el punto más cercano a la grieta se tiene una deformación cercana a $3.18 \mu\text{m}$ ($6p$, donde $p=1/1582$) y en $y=1.5\text{mm}$ se tiene una deformación de $1p$, es decir $0.632 \mu\text{m}$.

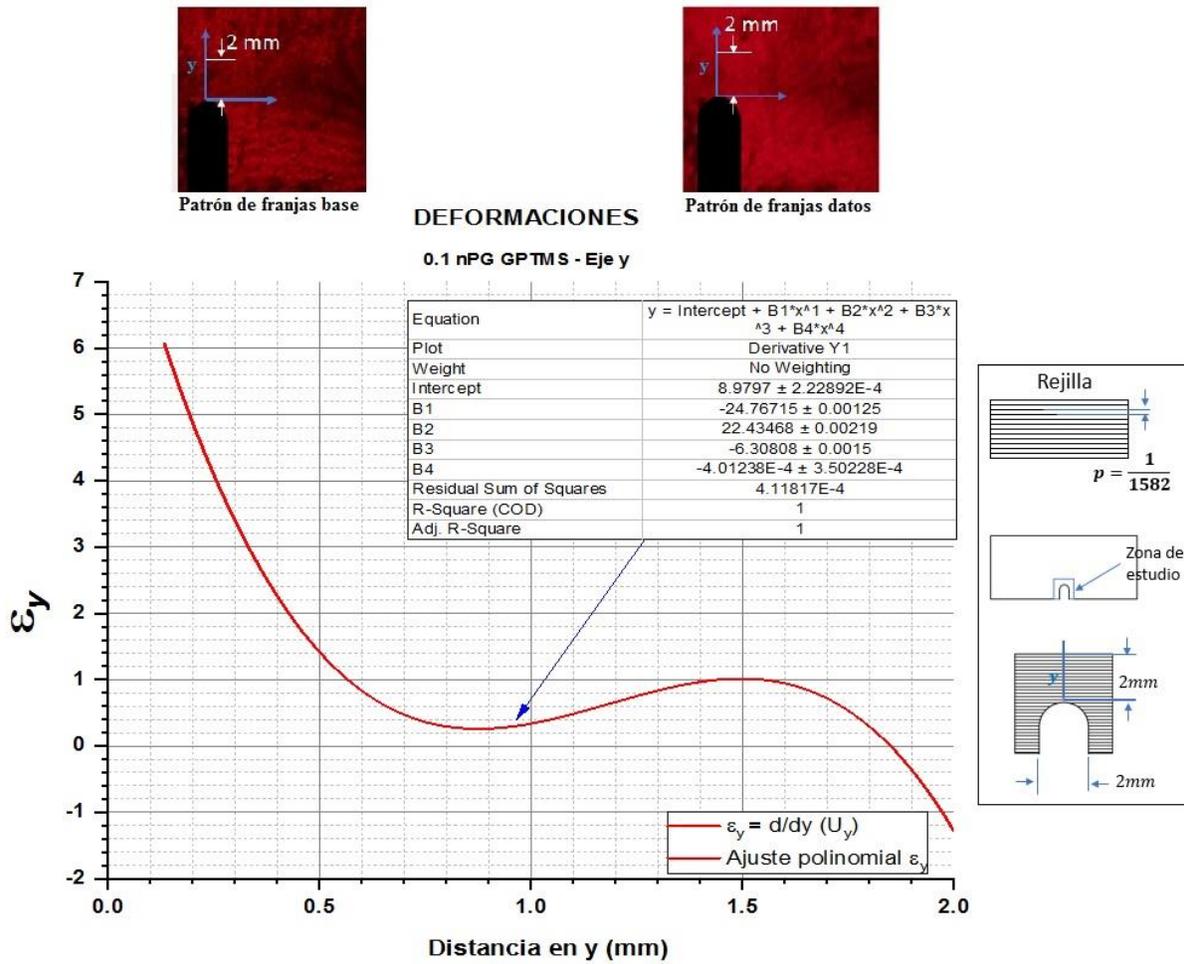


Figura 3.22. Gráfica de deformación en y en la probeta con tratamiento de resina y 0.1% de nPG-GPTMS.

En la zona analizada, la deformación es mayormente positiva lo que indica que está en una zona de tensión, sin embargo, en $y=1.86\text{mm}$ alejado de la punta de la grieta, se observa un cambio de signo en la deformación que indica que en los puntos más alejados de punta de la grieta (y

cercanos al punto medio de aplicación de la carga), se encuentra en una zona de compresión. Debe considerarse que, en un esquema de carga de flexión, una porción de la muestra (la inferior) está sometida a cargas de tensión y la superior a cargas de compresión. Sin embargo, en el extremo de la grieta, esa distribución no es la misma, sino que existe una redistribución de los signos de las componentes de esfuerzo, producida por las singularidades. Ante esta situación, se hace importante en efecto de la presencia de los nPG-GPTMS y que contribuya a una mejora del material la dirección paralela a la grieta.

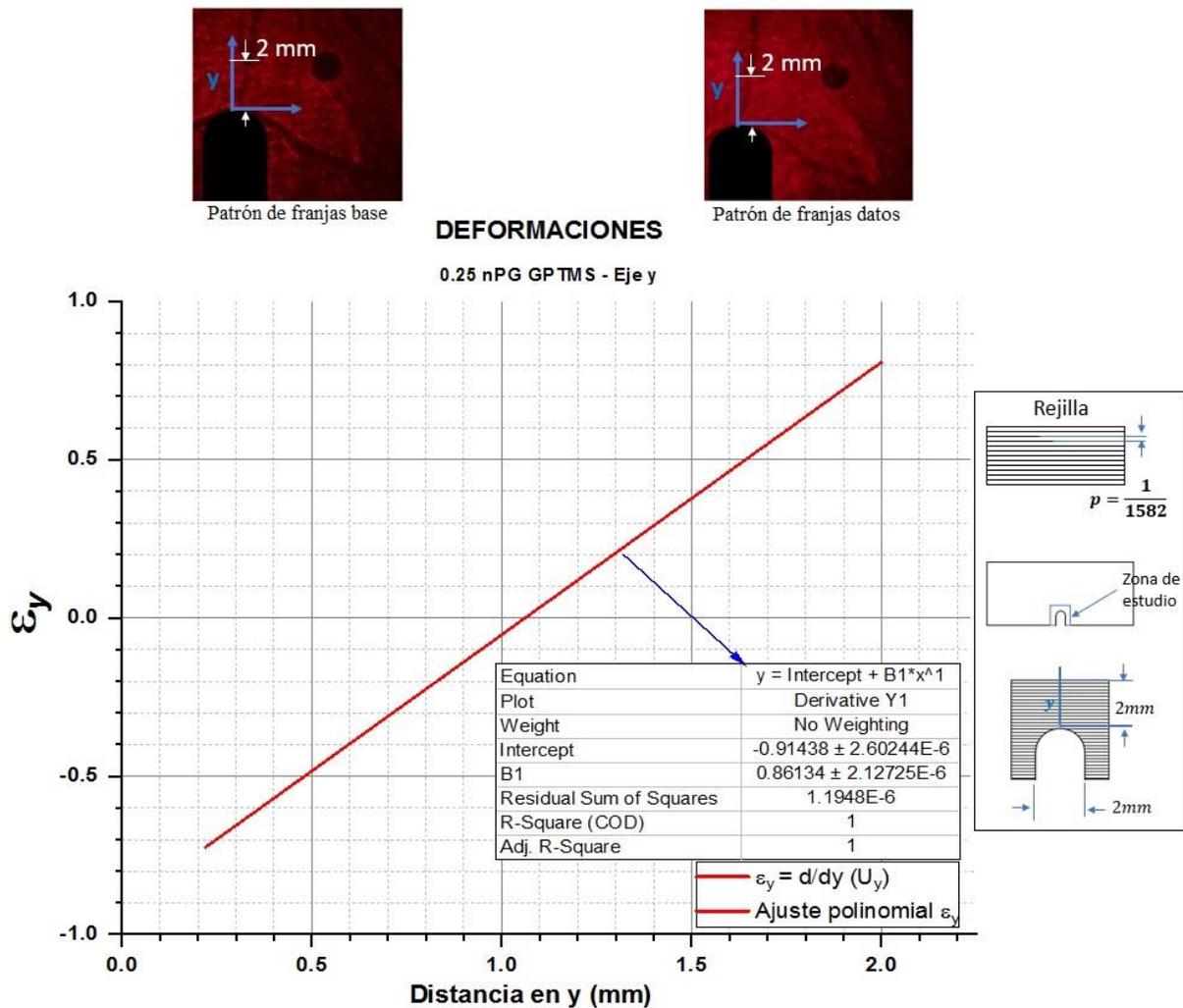


Figura 3.23. Gráfica de deformación en y en la probeta con tratamiento de resina y 0.25% de nPG-GPTMS.

La Figura 3.23 muestra la distribución de ϵ_y en el material con concentración de 0.25 nPG-GPTMS en la superficie de las FC. En la Figura 3.23 se observa la función de ϵ_y para la línea $x=0$, donde y se mide de 0 a 2 mm. La gráfica muestra un comportamiento similar a la presentada en la Figura 3.22 pero con valores de deformación más pequeños.

En este caso, se tienen igualmente deformaciones negativas en los puntos más cercanos a la grieta (zona de compresión) y positivos en los puntos más alejados (zona de tensión). Esto indica que en el punto medio superior donde se aplica la carga, el material se encuentra en tensión y conforme se acerca a la grieta se encuentra en la zona de tensión. Se hace una comparación entre las distribuciones de deformación realizadas en x , se observa que en los puntos más cercanos a la grieta existe una zona de compresión y en los más alejados se tienen zonas de tensión.

Con la información obtenida de las funciones de deformación de los tres materiales estudiados (Figuras 3.21, 3.22 y 3.23), se obtuvieron las deformaciones en tres puntos cercanos a la punta de la grieta en dirección y . Se obtuvieron los valores de K_I y empleando la ecuación 18 de la sección 1.1.5, se realizan y se reportan a continuación.

Factor de intensidad de esfuerzos K_I

Para el cálculo del factor de intensidad de esfuerzos, se hace un procedimiento similar al de la sección 3.2.1 donde se aborda ϵ_x . Se calcula el factor de intensidad de esfuerzos en tres puntos cercanos a la punta de la grieta en este caso siendo y el eje de las abscisas y se realizaron las mediciones sobre la recta $x=0$.

- **K_I teórico.**

Se toma en cuenta el valor de K_I obtenido de manera teórica y el cual es el mismo al obtenido en las mediciones de deformación en x .

El factor de intensidad de esfuerzos teórico es el calculado en la punta de la grieta es decir cuando $r=0$, por ello que sea el mismo y como se ha mencionado, no depende de las propiedades químicas del material sino de la geometría y la carga aplicada.

Se considera el valor previamente calculado en la sección 3.2.1,

$$K_I = 2.019 \text{ MPa}\sqrt{m}$$

- **K_I experimental.**

De la misma forma se realizó el cálculo del factor de intensidad de esfuerzos considerando 3 puntos iguales en cada muestra. En la Tabla 3.5 se muestran los valores de ϵ_y que se utilizaron para calcular K_I .

Tabla 3.5. Valores de ϵ_y en los tres tratamientos de las FC obtenidos en tres puntos iguales en cada caso.

TRATAMIENTO FC	Distancia r desde la punta de la grieta.		
	$r = 5 \times 10^{-4} \text{ m}$	$r = 1 \times 10^{-3} \text{ m}$	$r = 1.5 \times 10^{-3} \text{ m}$
Resina	$\epsilon_y = 0.492420814 \text{ p}$	$\epsilon_y = 0.713687783 \text{ p}$	$\epsilon_y = 0.923755656 \text{ p}$
0.1% nPG-GPTMS	$\epsilon_y = 1.40808824 \text{ p}$	$\epsilon_y = 0.336538462 \text{ p}$	$\epsilon_y = 1.0364819 \text{ p}$
0.25% nPG-GPTMS	$\epsilon_y = -0.479072 \text{ p}$	$\epsilon_y = -0.05260181 \text{ p}$	$\epsilon_y = 0.370475113 \text{ p}$

En la Tabla 3.5 se puede apreciar numéricamente los diferentes signos en la deformación. En el caso del laminado cuyas FC solo contienen resina y FC con 0.1% de nPG-GPTMS, se aprecia que en los tres puntos medidos la deformación es positiva lo que indica que se encuentran en tensión. Las FC con 0.25% de nPG-GPTMS en $r=0.5\text{mm}$ y $r= 1\text{mm}$ se encuentran en una zona de compresión disminuyendo la deformación en razón de la distancia mayor del orificio [83].

Tabla 3.6 Valores de K_I para los tres tratamientos de las FC en 3 puntos.

Tratamiento FC	Valor de K a diferentes distancias r		
	0.5mm	1mm	1.5mm
Resina	$0.937 \text{ MPa}\sqrt{m}$	$1.921 \text{ MPa}\sqrt{m}$	$3.046 \text{ MPa}\sqrt{m}$
0.1% nPG-GPTMS	$3.012 \text{ MPa}\sqrt{m}$	$1.018 \text{ MPa}\sqrt{m}$	$3.788 \text{ MPa}\sqrt{m}$
0.25% nPG-GPTMS	$-1.101 \text{ MPa}\sqrt{m}$	$-0.171 \text{ MPa}\sqrt{m}$	$1.475 \text{ MPa}\sqrt{m}$

Tomando en cuenta las ecuaciones presentadas en la sección 2.4 para K_I experimental y usando los valores de E y ν para cada tratamiento de las FC de la Tabla 2.2, recordando que $p=1/1582$ y considerando $\theta = 0^\circ$, los valores obtenidos de K_I se presentan en la Tabla 3.6.

De los resultados obtenidos, se puede observar que la probeta con tratamiento de solo resina a una distancia r de 1 mm de la punta de la grieta mostraron una K_I mas cercana a la teórica, mientras que la probeta con tratamiento de 0.25% nPG-GPTMS mostró el valor de K_I más lejano al teórico en $r=1$ mm. La muestra con porcentaje de 0.25% nPG-GPTMS, es la única que presenta deformación y valores del factor de intensidad de esfuerzos negativos (en $r= 0.5$ mm y $r= 1$ mm) en los puntos medidos.

3.2.3 Análisis comparativo de los resultados de deformaciones en x y y

En este trabajo se realizó un estudio del campo de desplazamientos cuando se tiene una discontinuidad en el material, en este caso una grieta. Para el análisis se tomaron en cuenta tres diferentes tratamientos de las FC que conforman el laminado, solo resina, 0.1% nPG-GPTMS y 0.25 nPG-GPTMS. Con ello se pretende demostrar que la presencia de los nPG-GPTMS aumentará la tenacidad en el plano del laminado y, aunque en menor medida, en la dirección del espesor.

La Tabla 3.3 recopila los valores de ϵ_x medidos en tres puntos sobre la recta $y=0$, donde se observa una mayor deformación en el espécimen cuya FC solo contienen resina; mientras que en la probeta con FC tratadas con 0.25% de nPG-GPTMS la deformación es menor en los tres puntos evaluados. Se puede decir que, en esa dirección la presencia de las nano hojuelas de grafeno mejora la resistencia a la compresión del laminado, como lo han mencionado otros autores [7].

En la Tabla 3.5 se presentan los valores de ϵ_y en la recta $x=0$, donde se observa que en los tratamientos superficiales de las FC de solo resina y 0.1% nPG-GPTMS los tres puntos evaluados se encuentran en tensión. Sin embargo, para el tratamiento superficial de las FC puede significar que no se realizó una correcta distribución de los nPG-GPTMS, sino que pueden existir aglomeraciones en ciertas zonas de la FC [64, 73].

De los resultados, se observa que las muestras con nano inclusiones mejoran sus propiedades mecánicas con respecto a las muestras que no contienen nPG-GPTMS. La importancia de

evaluar dos diferentes concentraciones de los nPG-GPTMS es entender que no necesariamente el aumentar la presencia de estos en la zona interfacial nos va a dar mejores resultados. Se puede decir que, aunque es espécimen con mayor concentración de nPG-GPTMS mostró deformaciones negativas en ϵ_y , estas presentaron los valores de deformación más pequeños en x y y .

CONCLUSIONES

En este proyecto se realizó tratamiento superficial a las FC que incluye la incorporación de nanohojuelas de grafeno previamente silanizado. De acuerdo con el tratamiento de las FC se estudiaron tres materiales, FC con recubrimiento de solo resina, FC con 0.1% de nPG-GPTMS y FC con 0.25% de nPG-GPTMS. De los análisis fisicoquímicos de material se concluye lo siguiente:

- Los espectros de FTIR y EDS nos permiten observar la presencia del Silano aplicado a las FC y la presencia de los grupos funcionales que favorecen el anclaje químico entre la fibra y la matriz.
- En las imágenes obtenidas por MFA, se puede notar un incremento en la rugosidad en la superficie para los casos que contienen nPG-GPTMS, aumentando de esta forma la superficie de las fibras para la formación del laminado para generar un mayor anclaje mecánico en la interfase.

Se realizó un análisis del campo de desplazamientos en las direcciones x y y del plano lateral de las probetas en los laminados con los tres diferentes tratamientos de FC.

- Las muestras con las FC tratadas únicamente con resina de manera general presentó un mayor valor en la deformación en los tres puntos evaluados tanto en x como en y . En los tres puntos evaluados de ϵ_x en la recta $y=0$ se encuentran en zona de compresión; mientras que los tres puntos evaluados en ϵ_y en la recta $x=0$ se encuentran en zona de tensión.
- La muestra de FC con tratamiento al 0.1% de nPG-GPTMS, mostró una deformación menor que la tratada solo con resina, pero mayor a la que contiene mayor porcentaje de nPG-GPTMS tanto en x como en y . En ϵ_x en los dos primeros puntos evaluados cercanos a la grieta se encuentran en compresión y el el tercero, el más alejado, inicia la zona de tensión. Los valores de ϵ_y , en los tres puntos $r=0.5\text{mm}$, $r=1\text{mm}$ y $r=1.5\text{mm}$ de la recta $x=0$ se encuentran en zona de tensión.
- Para el tratamiento de las FC con 0.25% de nPG-GPTMS la deformación fue menor en los 3 puntos medidos en x y en y . En este caso particular, se tuvo un mejor comportamiento del espécimen en la dirección paralela a la línea de la grieta. En el caso de la deformación medida en y se observa que, a diferencia de los otros tratamientos de las FC, los dos puntos medidos más cercanos a la punta de la grieta ($r=0.5\text{mm}$ y $r=1\text{mm}$)

se encuentran en una zona de compresión y el más lejano ($r=1.5\text{mm}$) en tensión, se esperaría que los tres puntos se encontraran en zona de tensión.

Para el caso de deformación, podemos concluir que en la muestra con mayor porcentaje de nPG-GPTMS fueron menores y mayores para el caso de las muestras cuyas FC solo fueron tratadas con resina.

PERSPECTIVAS

Con base a los resultados obtenidos y para profundizar más en las funciones de deformación y la distribución de esfuerzos en la vecindad de la grieta y la variación del factor de intensidad de esfuerzo, sería interesante hacer un modelado empleando el método de elementos finitos para validar los resultados experimentales obtenidos.

REFERENCIAS

- [1] A. Kumar, K. Sharma, y A. R. Dixit. Carbon nanotube- and graphene-reinforced multiphase polymeric composites: review on their properties and applications, *J. Mater. Sci.*, vol. 55, núm. 7, pp. 2682–2724, 2020.
- [2] S. M. J. Razavi et al. Efficient improvement in fracture toughness of laminated composite by interleaving functionalized nanofibers, *Polymers (Basel)*, vol. 13, núm. 15, p. 2509, 2021.
- [3] R. Hollertz, S. Chatterjee, H. Gutmann, T. Geiger, F. A. Nüesch, y B. T. T. Chu. Improvement of toughness and electrical properties of epoxy composites with carbon nanotubes prepared by industrially relevant processes, *Nanotechnology*, vol. 22, núm. 12, p. 125702, 2011.
- [4] E. T. Thostenson, Z. Ren, y T.-W. Chou. Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: a review, *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, núm. 13, pp. 1899–1912, 2001.
- [5] P. D. Shah, J. D. D. Melo, C. A. Cimini jr, y M. Ridha. Evaluation of notched strength of composite laminates for structural design, *J. Compos. Mater.*, vol. 44, núm. 20, pp. 2381–2392, 2010.
- [6] M. E. Launey y R. O. Ritchie. On the fracture toughness of advanced materials, *Adv. Mater*, vol. 21, pp. 2103–2110, 2009.
- [7] T. Kamae y L. T. Drzal. Carbon fiber/epoxy composite property enhancement through incorporation of carbon nanotubes at the fiber–matrix interphase – Part I: The development of carbon nanotube coated carbon fibers and the evaluation of their adhesion, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, núm. 9, pp. 1569–1577, 2012.
- [8] A. T. Seyhan, M. Tanoğlu, y K. Schulte. Tensile mechanical behavior and fracture toughness of MWCNT and DWCNT modified vinyl-ester/polyester hybrid nanocomposites produced by 3-roll milling, *Mater. Sci. Eng. A Struct. Mater.*, vol. 523, núm. 1–2, pp. 85–92, 2009.

- [9] L. Burakowski y M. C. Rezende. Modificação da rugosidade de fibras de carbono por método químico para aplicação em compósitos poliméricos, *Polímeros*, vol. 11, núm. 2, pp. 51–57, 2001.
- [10] P. C. Savalia y H. V. Tippur. A study of crack–inclusion interactions and matrix–inclusion debonding using moiré interferometry and finite element method, *Exp. Mech.*, vol. 47, núm. 4, pp. 533–547, 2007.
- [11] Y. Tanaka, K. Naito, S. Kishimoto, y Y. Kagawa. Development of a pattern to measure multiscale deformation and strain distribution via in situ FE-SEM observations, *Nanotechnology*, vol. 22, núm. 11, p. 115704, 2011.
- [12] M. F. Munoz-Velez, A. Valadez-Gonzalez, y P. J. Herrera-Franco. Effect of fiber surface treatment on the incorporation of carbon nanotubes and on the micromechanical properties of a single-carbon fiber-epoxy matrix composite, *EXPRESS Polym. Lett.*, vol. 11, núm. 9, pp. 704–718, 2017.
- [13] H. Shin y M. Cho. Multiscale model to predict fatigue crack propagation behavior of thermoset polymeric nanocomposites, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 99, pp. 23–31, 2017.
- [14] J. Qiu, C. Zhang, B. Wang, y R. Liang. Carbon nanotube integrated multifunctional multiscale composites, *Nanotechnology*, vol. 18, núm. 27, p. 275708, 2007.
- [15] L. L. Vignoli, M. A. Savi, P. M. C. L. Pacheco, y A. L. Kalamkarov. Multiscale approach to predict strength of notched composite plates, *Compos. Struct.*, vol. 253, núm. 112827, p. 112827, 2020.
- [16] M. Herrera et al. et al. Effect of the Surface Modification Using MWCNTs with Different L/D by Two Different Methods of Deposition on the IFSS of Single Carbon Fiber-Epoxy Resin Composite, *Carbon Letters*, vol. 24, pp. 18-27, 2017.
- [17] D. Mollenhauer, E.V. Iarve, R. Kim, B. Langley. Examination of Ply Cracking in Composite Laminates with Open Holes: A Moiré Interferometric and Numerical Study, *Composites: Part A*, vol. 37, no. 2, pp. 282-294, 2006.
- [18] P. S. Chandel et al. Study of mode II interlaminar fracture toughness of laminated composites of glass and jute fibres in epoxy for structural applications, *Funct. Compos. Struct.*, vol. 3, núm. 4, p. 044002, 2021.

- [19] P. Zhang. Fracture toughness of graphene, *Nat. Commun*, vol. 5, núm. 1, 2014.
- [20] J. Grajales Herrera, J., y L. Vanegas Useche. Métodos Para Determinar El Factor De Intensidad De Esfuerzos, *Entre Ciencia E Ingeniería*, Vol. 10, núm. 19, 2019.
- [21] R. L. Zhang, B. Gao, Q. H. Ma, J. Zhang, H. Z. Cui, y L. Liu. Directly grafting graphene oxide onto carbon fiber and the effect on the mechanical properties of carbon fiber composites, *Mater. Des.*, vol. 93, pp. 364–369, 2016.
- [22] J. Karger-Kocsis, H. Mahmood, y A. Pegoretti. Recent advances in fiber/matrix interphase engineering for polymer composites, *Prog. Mater. Sci.*, vol. 73, pp. 1–43, 2015.
- [23] J. Shailendra P y R. K T. An enriched continuum model for the design of a hierarchical composite, *Scr. Mater.*, vol. 57, núm. 9, pp. 877–880, 2007.
- [24] L. Téllez, F. Rubio, R. Peña-Alonso, y J. Rubio. Seguimiento por espectroscopia infrarroja (FT-IR) de la copolimerización de TEOS (tetraetilortosilicato) y PDMS (polidimetilsiloxano) en presencia de tbt (tetrabutiltitanio), *Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr.*, vol. 43, núm. 5, pp. 883–890, 2004.
- [25] P. Pacheco, Mercedes et al. Synthesis of polymeric nanocomposites with graphene and its mechanical characterization, *Rev. Soc. Quím. Perú*, vol.83, n.1, pp.65-77, 2017.
- [26] J. Amador Noya. Estudio del Óxido de Grafeno Funcionalizado con un Agente de Acoplamiento Tipo Silano Para Analizar el Grado de Dispersión, Propiedades Mecánicas y Antiflama de Nanocompuestos Híbridos de Polipropileno con Vermiculita o Hidróxido de Magnesio, Tesis Maestro en Tecnología de Polímeros, CIQA, Saltillo, Coah., 2019.
- [27] L. Ramos, et al. Graphene oxide and vermiculite clay combinations to produce enhanced flame retardant PP composite with low magnesium hydroxide loading, *Journal of Vinyl and Additive Technology*, Vol:1, pp. 1 -15, 2020.
- [28] P.-Y. Hung, K.-T. Lau, B. Fox, N. Hameed, J. H. Lee, y D. Hui, “Surface modification of carbon fibre using graphene–related materials for multifunctional composites”, *Compos. B Eng.*, vol. 133, pp. 240–257, 2018.
- [29] A. K. Geim y K. S. Novoselov. The rise of graphene, *Nat. Mater.*, vol. 6, núm. 3, pp. 183–191, 2007.

- [30] C. N. R. Rao, A. K. Sood, K. S. Subrahmanyam, y A. Govindaraj. Graphene: the new two-dimensional nanomaterial, *Angew. Chem. Int. Ed Engl.*, vol. 48, núm. 42, pp. 7752–7777, 2009.
- [31] V. M. Karbhari. Fabrication, quality and service-life issues for composites in civil engineering. *Durability of Composites for Civil Structural Applications*, Elsevier, pp. 13-30, 2007.
- [32] R. Sreenivasulu, M. Ravikumar. Aero Space Applications of GFRP Composites, *Mechanical Engineering Research (IJMER)*, vol 3, pp. 10-14, 2013.
- [33] L. A. Carlsson y R. B. Pipes. *Experimental characterization of advanced composite materials*. Old Tappan, NJ, Estados Unidos de América: Prentice Hall, 1987.
- [34] K. J. Soderholm, “Review of the fracture toughness approach”, *Dent. Mater.*, vol. 26, núm. 2, pp. e63–e77, 2010.
- [35] G. Rigoberto. Metodología para la obtención del factor de intensidad de esfuerzos durante la operación de ejes fisurados. Tesis Maestro en Ingeniería Mecánica, Instituto Tecnológico de Pachuca, Pachuca, Hgo., 2014.
- [36] J. Granados. Comparación de la tenacidad de fractura y la tasa de crecimiento de grietas por fatiga, para el acero AISI SAE 5160H, entre la condición de bonificado tradicional y la de bonificado incluyendo temperaturas bajo cero. Tesis Maestro en Ciencias, Universidad Nacional de Colombia, Colombia, 2021.
- [37] J. Terán Guillen, et al. Evaluación de defectos tipo entalla en aceros de baja aleación para uso estructural. Instituto Mexicano del Transporte, Sanfandila, Qro., Publicación Técnica No. 463, 2016.
- [38] G. Irwin. Structural aspects of brittle fracture, *Applied Materials Research*, vol. 3, pp. 65-81, 1964.
- [39] C. Ramos, R. Barrientos. Determinación del factor de intensidad de esfuerzo (modo I) en hueso cortical bovino. Tesis, Universidad de Carabobo, Venezuela, 2012.
- [40] P. J. Herrera-Franco y L. T. Drzal. Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites, *Composites*, vol. 23, núm. 1, pp. 2–27, 1992.

- [41] "Standard test method fot measurement of fracture toughness". No. ASTM-E1820-01, 2014.
- [42] Z. Raheem. Standard test method for measurement of fracture toughness. ASTM International E 1820. *Material Science*, 2019.
- [43] J. C. Delgado, J. Vallejo, F. P. Carballo, y A. Gámez. Estudio experimental mediante interferometría Moire del efecto de las mordazas en el ensayo off-axis, Congreso nacional de materiales compuestos, 1995.
- [44] José Valín Rivera, et al. Desarrollo del método de Moiré de proyección de franjas para la evaluación de deformaciones en premolares superiores, *Ingeniería Mecánica* vol.20, num.1, pp.22-30, 2017.
- [45] S. Pericles, *Theocaris, Moiré Fringes in Strain Analysis*. Pergamon Press, pp. 1-18,1969.
- [46] D. Post, "Moiré interferometry: Advances and applications", *Exp. Mech.*, vol. 31, núm. 3, pp. 276–280, 1991.
- [47] A. López, et al. Aplicaciones industriales de técnicas ópticas de campo completo para la medida de tensiones y deformaciones en elementos de máquinas, *Dyna*, vol. 80, núm. 181, pp. 98-108, 2013.
- [49] D. Mollenhauer, E. V. Iarve, R. Kim, y B. Langley. Examination of ply cracking in composite laminates with open holes: A moiré interferometric and numerical study, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 37, núm. 2, pp. 282–294, 2006.
- [50] H. Ho, M. Y. Tsai, J. Morton, y G. L. Farley. An Experimental Investigation of Iosipescu Specimen for Composite Materials, *Experimental Mechanics*, vol. 31, núm. 4, pp. 328-336, 1991.
- [51] R. Czarnek, D. Post, y C. Herakovich, "Edge effects in composites by moiré interferometry", *Exp. Tech.*, vol. 7, núm. 1, pp. 18–21, 1983.
- [52] D. Post and J.D. Wood. Determination of Thermal Strains by Moiré Interferometry, *Experimental Mechanics*, vol. 29, no. 3, pp. 318-322, 1989.
- [53] P. G. Ifju, B. C. Kilday, X. Niu, y S.-C. Liu. A novel method to measure residual stresses in laminated composites, *J. Compos. Mater.*, vol. 33, núm. 16, pp. 1511–1524, 1999.

- [54] J. Morton, W. J. Cantwell. The Significance of Damage and Defects and their Detection in Composite Materials: A Review, *Journal of Strain Analysis*, vol. 27, no. 1, pp. 29-42, 1992.
- [55] C. Y. Poon, M. Kujawinska, y C. Ruiz. Automated fringe pattern analysis for moiré interferometry, *Exp. Mech.*, vol. 33, núm. 3, pp. 234–241, 1993.
- [56] M. Grédiac. The use of full-field measurement methods in composite material characterization: interest and limitations, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 35, núm. 7–8, pp. 751–761, 2004.
- [57] G. Cloud. *Optical methods of engineering analysis*. Cambridge, Inglaterra: Cambridge University Press, 1998.
- [58] D. Post y B. Han. *Moiré Interferometry*. Springer Handbook of Experimental Solid Mechanics, Boston, MA: Springer US, pp. 627–654, 2008.
- [59] P. G. Ifju, J. E. Masters, y W. C. Jackson. The use of moiré interferometry as an aid to standard test-method development for textile composite materials, *Compos. Sci. Technol.*, vol. 53, núm. 2, pp. 155–163, 1995.
- [60] R. V. Mahajan y K. Ravi-Chandar, “Experimental determination of stress-intensity factors using caustics and photoelasticity”, *Exp. Mech.*, vol. 29, núm. 1, pp. 6–11, 1989.
- [61] S. Cho, C. Jang, y B. Han. An advanced real-time Moiré interferometry system with conductive heating/cooling and its application on a creep behavior of solder, *Mechanics of Solids and Structures*, vol. 10, 2007.
- [62] S. Stankovich et al. Graphene-based composite materials, *Nature*, vol. 442, núm. 7100, pp. 282-286, 2006.
- [63] C. A. Walker. A historical review of moiré interferometry, *Exp. Mech.*, vol. 34, núm. 4, pp. 281-299, 1994
- [64] A. Arcos-Alomía. Análisis del efecto de la modificación interfacial fibra-matriz con nanoplaquetas de grafeno de un laminado multiescala a base de fibra de carbono-resina epóxica en las propiedades mecánicas y en su aplicación en una unión mecánica. Tesis de doctorado, CICY, México, 2020.
- [65] B. Han, D Post, P. Ifju. Moiré Interferometry for Engineering Mechanics: Current Practices and Future Developments, *Journal of Strain Analysis*, vol. 36, no. 1, pp. 1-17, 2001.

- [66] H. Fukushima, R. Jurek, and L. T. Drzal. Carbon Fiber / Graphite Nano Platelet Hybrid Composites, Edinburgh, UK, 2009.
- [67] W. Qin, F. Vautard, L. T. Drzal, y J. Yu. Mechanical and electrical properties of carbon fiber composites with incorporation of graphene nanoplatelets at the fiber–matrix interphase, *Compos. B Eng.*, vol. 69, pp. 335–341, 2015.
- [68] N. T. Kamar, M. M. Hossain, A. Khomenko, M. Haq, L. T. Drzal, y A. Loos, “Interlaminar reinforcement of glass fiber/epoxy composites with graphene nanoplatelets”, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 70, pp. 82–92, 2015.
- [69] C. N. R. Rao, Kanishka Biswas, K. S. Subrahmanyama and A. Govindarajab. Graphene: The New Nanocarbon, *Journal of Materials Chemistry*, vol. 19, no. 17, pp. 2457-2469, 2009.
- [70] K. S. Subrahmanyam, S. R. C. Vivekchand, A. Govindaraj and C. N. R. Rao. A Study of Graphenes Prepared by Different Methods: Characterization, Properties and Solubilization, *Journal of Materials Chemistry*, vol. 18, no. 13, pp. 1517-1523, 2008.
- [71] D. A. Skoog, D. M. West. Análisis Instrumental. Madrid, Esp., 2001.
- [72] E. Hoffmann y V. M. Stroobant, Principles and Applications. Paris: Jonh Wiley & Sons LTD, 1999.
- [73] A. Arcos-Alomía, et al. Enhancement of the in-plane and pin-load bearing behavior of a quasi-isotropic carbon fiber/epoxy matrix multi-scale laminate by modifying the fiber-matrix interphase using graphene nanoplatelets. *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 9, pp. 13855-13869, 2020.
- [74] R. G. Weatherhead. FRP technology: Fibre reinforced resin systems. Dordrecht, Países Bajos: Springer, 2011.
- [75] L. Chen et al. Enhanced epoxy/silica composites mechanical properties by introducing graphene oxide to the interface, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 4, núm. 8, pp. 4398-4404, 2012.
- [76] S. Niyogi, E. Bekyarova, M. E. Itkis, J. L. McWilliams, M. A. Hamon, y R. C. Haddon. Solution properties of graphite and graphene, *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 128, núm. 24, pp. 7720–7721, 2006.

- [77] E. Bekyarova et al. Chemical modification of epitaxial graphene: spontaneous grafting of aryl groups, *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 131, núm. 4, pp. 1336–1337, 2009
- [78] K. A. Worsley, P. Ramesh, S. K. Mandal, S. Niyogi, M. E. Itkis, y R. C. Haddon. Soluble graphene derived from graphite fluoride, *Chem. Phys. Lett.*, vol. 445, núm. 1-3, pp. 51-56, 2007.
- [79] K. S. Subrahmanyam, S. R. C. Vivekchand, A. Govindaraj, y C. N. R. Rao. A study of graphenes prepared by different methods: characterization, properties and solubilization, *J. Mater. Chem.*, vol. 18, núm. 13, p. 1517, 2008.
- [80] L. Mei, Y. Li, R. Wang, C. Wang, Q. Peng, y X. He. Multiscale carbon nanotube-carbon fiber reinforcement for advanced epoxy composites with high interfacial strength, *Polym. Polym. Compos.*, vol. 19, núm. 2–3, pp. 107–112, 2011.
- [81] E. J. Garcia, B. L. Wardle, y A. John Hart. Joining prepreg composite interfaces with aligned carbon nanotubes, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 39, núm. 6, pp. 1065-1070, 2008.
- [82] M. Y. Tsai y J. Morton. Stress and failure analysis of a pin-loaded composite plate: An experimental study, *J. Compos. Mater.*, vol. 24, núm. 10, pp. 1101–1120, 1990.
- [83] P. J. Herrera-Franco y G. L. Cloud. Strain-relief inserts for composite fasteners -an experimental study, *J. Compos. Mater.*, vol. 26, núm. 5, pp. 751–768, 1992.