

MEJORA DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN MATERIAL COMPUESTO
ELABORADO A BASE DE FIBRAS DE CARBONO RECICLADAS, MEDIANTE LA
REMOCIÓN DE MATRIZ RESIDUAL Y LA FUNCIONALIZACIÓN CON
AGENTES ACOPLANTES DE LAS MISMAS.

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE

MAESTRA EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA EN LA
ESPECIALIDAD DE DISEÑO Y DESARROLLO DE
SISTEMAS MECÁNICOS

PRESENTA

ING. ALEJANDRA CALVO AVILA

DIRECTOR DE TESIS

DR. ULISES SÁNCHEZ SANTANA

CODIRECTOR DE TESIS

DR. CARLOS VELASCO SANTOS

SANTIAGO DE QUERÉTARO, FEBRERO 2018.



Director de Posgrado
PICYT – CIDESI
Querétaro

Los abajo firmantes, miembros del Comité Tutorial de la alumna **Alejandra Culvo Avila**, una vez leída y revisada la Tesis titulada **“Mejora de propiedades mecánicas de un material compuesto elaborado a base de fibras de carbono recicladas, mediante la remoción de matriz residual y la funcionalización con agentes acoplantes de las mismas”**, aceptamos que la referida tesis revisada y corregida sea presentada por la alumna para aspirar al grado de **Maestría en Ciencia y Tecnología** en la opción terminal de **Maestría en Diseño y Desarrollo de Sistemas Mecánicos** durante el Examen de Grado correspondiente.

Y para que así conste firmo la presente a los 30 días del mes de Enero del año dos mil dieciocho.

Dr. Vicente Bringas Rico

Presidente

Dr. Fernando Hernández Rosales

Secretario

Dr. Carlos Velasco Santos

Vocal



Director de Posgrado
PICYT – CIDESI
Querétaro

Los abajo firmantes, miembros del Comité Tutorial del alumno **Alejandra Calvo Avila**, una vez leída y revisada la Tesis titulada **“Mejora de propiedades mecánicas de un material compuesto elaborado a base de fibras de carbono recicladas, mediante la remoción de matriz residual y la funcionalización con agentes acoplantes de las mismas”**, aceptamos que la referida tesis revisada y corregida sea presentada por el alumno para aspirar al grado de **Maestría en Ciencia y Tecnología** en la opción terminal de **Maestría en Diseño y Desarrollo de Sistemas Mecánicos** durante el Examen de Grado correspondiente.

Y para que así conste firmo la presente a los 30 días del mes de Enero del año dos mil dieciocho.

Dr. Ulises Sánchez Santana
Directores de Tesis

Dr. Carlos Velasco Santos
Co directores de Tesis

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Dios por permitirme vivir la oportunidad de estudiar mi maestría y por todas las experiencias que hubieron alrededor de ella, a las personas que me acompañaron y apoyaron para lograr terminarla principalmente a mis hijos Yaotl y Zianya que son mi fuente de luz, a mis padres y hermanos Ricardo, Rebeca, Susana y Emmanuel quienes día con día me dan ejemplos de perseverancia y superación, a mis asesores los doctores Ulises Sánchez y Carlos Velasco por compartirme su experiencia y guía, a mi colega y amiga Cloé Dacher este es su trabajo también, a mis amigos y colegas de maestría, a CIDESI y el ITQ por las facilidades otorgadas, a todos muchas gracias.

RESUMEN

Recientes estudios muestran que en los últimos años se ha registrado un incremento en el uso de materiales compuestos, principalmente empleados en los sectores de la industria aeroespacial, automotriz y de energía renovable, de estos destacan los manufacturados con refuerzos de carbono, los cuales a pesar de su costo elevado representan una ventaja en cuanto a sus propiedades de alta resistencia y bajo peso. Por otro lado la demanda de estos materiales ha traído consigo un incremento en la cantidad de sus desechos, ya sea por el término de su vida útil o los que se generan durante los procesos de manufactura de componentes (almacenamiento, corte, curado, acabados, inspección, pegado, etc.), esto dado el estricto nivel de control y cuidado que requieren los componentes de los sectores antes mencionados. Cabe señalar que actualmente la mayoría de los desechos de materiales compuestos son triturados y usados como relleno en terrenos sanitarios, lo que conlleva a tener un impacto negativo en el medio ambiente.

Por estas razones diversas organizaciones a nivel internacional se han dado a la tarea de investigar alternativas para reciclar los materiales compuestos, encontrando viabilidad económica y ambiental en la recuperación de fibras de carbono para a partir de ellas manufacturar un nuevo compuesto. Los estudios muestran que esto es posible y que un área de oportunidad en el proceso es el encontrar medios adecuados que permitan obtener un mejor acoplamiento entre las fibras de carbono recicladas con su nueva matriz, ya que el resultado final de este acoplamiento tiene un impacto directo en el desempeño de las propiedades mecánicas del compuesto.

En la presente investigación se estudian diferentes opciones de tratamiento superficial a fibras de carbono recicladas para obtener mejoras en el acoplamiento de estas con una matriz polimérica virgen de resina epóxica, esperando tener un incremento en las propiedades mecánicas que estas tendrán al conformar un nuevo compuesto.

CONTENIDO

ÍNDICE DE CONTENIDO

AGRADECIMIENTOS.....	3
RESUMEN.....	4
CONTENIDO	5
CAPITULO I INTRODUCCIÓN Y FUNDAMENTOS TEÓRICOS	11
INTRODUCCIÓN	12
FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	28
CAPITULO II ESTADO DEL ARTE	47
MÉTODOS DE RECICLADO.....	48
LIMPIEZA SUPERFICIAL	50
FUNCIONALIZACIÓN	53
CAPITULO III METODOLOGÍA.....	55
<i>METODOLOGÍA EXPERIMENTAL</i>	56
RECUPERACIÓN DEL REFUERZO	58
LIMPIEZA DEL REFUERZO RECICLADO	59
FUNCIONALIZACIÓN DE REFUERZOS	63
MANUFACTURA DEL MATERIAL COMPUESTO	65
<i>TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN</i>	69
CAPITULO IV RESULTADOS Y CONCLUSIONES	75
<i>RESULTADOS</i>	76
<i>CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.</i>	86
ANEXOS.....	88
Referencias	130

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Iniciativas globales que contribuyen a las actividades del reciclado de los Compuestos de FC reciclados.....	19
Tabla 2 Refuerzos más comúnmente usados.....	30
Tabla 3 Compuestos termofijos - matriz.	35
Tabla 4 Análisis Principales Métodos de Reciclaje. (Soraia Pimenta, 2010)	48
Tabla 5 Propiedades mecánicas de fibras recicladas.	49
Tabla 6 Comparativa de Prueba de resistencia a Tensión en Monofilamento (Linghui Meng, 2012).....	50
Tabla 7 Soluciones para Limpieza Superficial	51
Tabla 8 Resultados del análisis mecánico dinámico (DMA) para tres muestras diferentes de Poly methyl methacrylate (PMMA) puro, PMMA con 1,0% en peso de uCNT no funcionalizados y 1,0% en peso de sCNT silanizados.....	Error! Bookmark not defined.
Tabla 9 Resumen del Estado del Arte.	54
Tabla 10 Planeación - Combinaciones	57
Tabla 11 Nomenclatura de las muestras	57
Tabla 12 Resultados a evaluar.	57
Tabla 13 Dimensiones en mm de las probetas de flexión en tres puntos.	70
Tabla 14 Dimensiones de probetas para Tensión.	72
Tabla 15 Dimensiones en mm de las probetas para DMA.....	73
Tabla 16 Parámetros de programación para DMA	73
Tabla 17 Resultados de pruebas de tensión.....	78
Tabla 18 Resultados de pruebas de flexión.....	80
Tabla 19 Temperatura de transición vítrea Tg	83
Tabla 20 Resultados de pruebas mecánicas y viscoelásticas	85

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Principales aplicaciones de los materiales compuestos.	12
Figura 2 Tendencias de uso de FC en aviones comerciales (PS Newswire, 2011)	13
Figura 3 Pronóstico de Demanda vs Deshechos de FC	14
Figura 4 Etapas de deshechos de la FC.....	14
Figura 5 Imágenes de desechos de fibra de carbono (a-Rollos de pre-impregnado caducados, b-cortes de desperdicios generados durante la manufactura, c-Molde de yate, d-segmentos de alas de avión). (Soraia Pimenta, 2010)	14
Figura 6 Concepto básico del ciclo de reciclado de fibra de	16
Figura 7 Métodos de Reciclaje de Materiales Compuestos.	20
Figura 8 Fibras de carbono recicladas por pirólisis – (picadura, matriz residual y char).....	22
Figura 9 Reciclado de sección de turbina eólica con pirólisis. (Yongxiang Yang, 2011).	23
Figura 10 Reuso de materiales compuestos.....	25
Figura 11 Material compuesto refuerzos [fibras de carbono], matriz.	28
Figura 12 Clasificación de los Materiales Compuestos	29
Figura 13 Formas más comunes de fibras o refuerzos [fibras largas continuas, discontinuas o fibras cortas, partículas u hojuelas, fibras continuas que están tejida-trenzadas-cocidas]	31
Figura 14 Demanda europea de compuestos.....	36
Figura 15 Uso de compuestos por Industria	36
Figura 16 Esfuerzo de tensión	38
Figura 17 Esfuerzo de Flexión	39
Figura 18 Regiones de comportamiento Visco-Elástico.....	41
Figura 19 Modo de carga de DMA en tres puntos	41
Figura 20 Respuesta de deformación de una muestra sujeta a esfuerzo oscilatorio senoidal.	43
Figura 21 Gráficas de DMA.	45

Figura 22 Comparativa de propiedades mecánicas de un filamento de FC reciclada (rCF) vs un filamento de FC virgen (vCF) por proceso de reciclado a) módulo de Young b) esfuerzo-tensión c) esfuerzo cortante.....	49
Figura 23 Imágenes superficiales con Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) Limpieza en Fibras: a) Con acetona a condiciones ambientales; b) Con acetona supercrítica; (c) Con Hidróxido de potasio supercrítico. (Linghui Meng, 2012)	50
Figura 24 Comparativa de micrografías de las fibras a) Recicladas b) Vírgenes	52
Figura 25 Comparativa de micrografías de las fibras recicladas con limpieza a) Detergente b) Acetona.	52
Figura 26 Resistencia a la flexión de Fibra de Carbono Virgen (V-CFRP) Virgen-Acetona (TV-CFRP) Virgen-Pirrolidona (TV-CFRP).....	52
Figura 27 Resistencia a la flexión de Fibra de Carbono Virgen (V-CFRP) Reciclada (R-FRP) Reciclada-Acetona (TR-CFRP) Reciclada-Pirrolidona (TV-CFRP).....	52
Figura 28 Metodología de experimentación.....	56
Figura 29 Resultados a analizar en los compuestos.	57
Figura 30 Deshechos de pre impregnados de fibra de carbono y fibra de carbono corta recuperada por método químico	58
Figura 31 Microscopio electrónico de barrido SEM	59
Figura 32 Muestras de fibras de carbono A-reciclada B-con limpieza C- virgen.....	59
Figura 33 Fibra virgen.....	60
Figura 34 Fibra reciclada	60
Figura 35 Fibra reciclada en remojo con acetona.....	61
Figura 36 Solución de N-methyl-2-pyrrolidinone y horno.....	61
Figura 37 Muestra de fibras para observación en microscopio electrónico de barrido	62
Figura 38 Fibras Recicladas después de limpieza con acetona & N-methyl-2-pyrrolidinone	62
Figura 39 Fibras Recicladas después de limpieza y enjuague con agua des-ionizada.	63
Figura 40 Arreglo de sistema de reflujo.	64
Figura 41 Inyección de diluciones de alcohol etílico y silanos para la funcionalización de las fibras.....	64

Figura 42 Preparación de molde (limpieza y definición de área para manufactura.)	66
Figura 43 Preparación de la mezcla del compuesto	66
Figura 44 Vaciado de la mezcla del compuesto en el molde.	67
Figura 45 Apilado de consumibles, papel teflón perforado sobre el compuestos no curado (a), tela de respiración (b), contramolde superior forrado con tela desmoldante para su remoción una vez curado el compuesto.	67
Figura 46 Arreglo de sistema de vacío.	68
Figura 47 Compuesto curado.	68
Figura 48 Equipo FTIR de Bruker	69
Figura 49 Acomodo de probetas con respecto al rodillo central de aplicación de fuerza. ...	71
Figura 50 Alineación de probetas con respecto a mordazas de cabezales en MTS.....	71
Figura 51 Equipo de DMA y acomodo de probeta en modo de flexión en tres puntos.	74
Figura 52 Gráfica de FTIR	76
Figura 53 Esfuerzo de tensión.	78
Figura 54 Esfuerzo de flexión.	80
Figura 55 Tangente delta de los seis tratamientos	82
Figura 56 Comparativa de promedios prueba de Tg.	84
Figura 57 Módulo de almacenamiento.....	84
Figura 58 Gráfica de Tg FV-SL-SS-1.....	88
Figura 59 Gráfica de Tg FV-SL-SS-2.....	88
Figura 60 Gráfica de Tg FV-SL-SS-3.....	88
Figura 61 Gráfica de Tg FR-SL-SS-1	89
Figura 62 Gráfica de Tg FR-SL-SS-2	89
Figura 63 Gráfica de Tg FR-SL-SS-3	89
Figura 64 Gráfica de Tg FR-CL-SS-1	90
Figura 65 Gráfica de Tg FR-CL-SS-2	90
Figura 66 Gráfica de Tg FR-CL-SS-4	90
Figura 67 Gráfica de Tg FV-SL-CS-1	91
Figura 68 Gráfica de Tg FV-SL-CS-3	91
Figura 69 Gráfica de Tg FV-SL-CS-4	91

Figura 70 Gráfica de Tg FR-CL-CS-1	92
Figura 71 Gráfica de Tg FR-CL-CS-2	92
Figura 72 Gráfica de Tg FR-CL-CS-4	92
Figura 73 Gráfica de Tg FR-SL-CS-1	93
Figura 74 Gráfica de Tg FR-SL-CS-2	93
Figura 75 Gráfica de Tg FR-SL-CS-3	93

CAPITULO I INTRODUCCIÓN Y FUNDAMENTOS TEÓRICOS

INTRODUCCIÓN

1.1. ANTECEDENTES Y MARCO TEÓRICO.

1.1.1. La industria de los Materiales Compuestos.

Los materiales compuestos han sido empleados en diversas áreas de la industria debido a sus excelentes propiedades mecánicas, siendo considerados como un material de alto desempeño con aplicaciones principalmente estructurales, los materiales con matriz polimérica y fibras de refuerzo se han utilizado desde 1940 y dada su naturaleza anisotrópica sus propiedades mecánicas se encuentran en función del tipo de fibra, el tipo de matriz empleada, la fracción volumétrica entre ellas, la orientación de las fibras, el arreglo, cantidad de capas, así como el buen acoplamiento entre las fibras con la matriz de lo cual dependerá la correcta transferencia de los esfuerzos a todo el material compuesto. Algunas ventajas que ofrecen los materiales compuestos se relacionan con su bajo peso, su alta resistencia y rigidez, resistencia a la corrosión, manufactura de geometrías complejas, entre otras.

Sus principales aplicaciones están concentradas en las industrias aeroespaciales, aeronáuticas, automotrices y deportes/recreaciones, representadas en la figura 1.

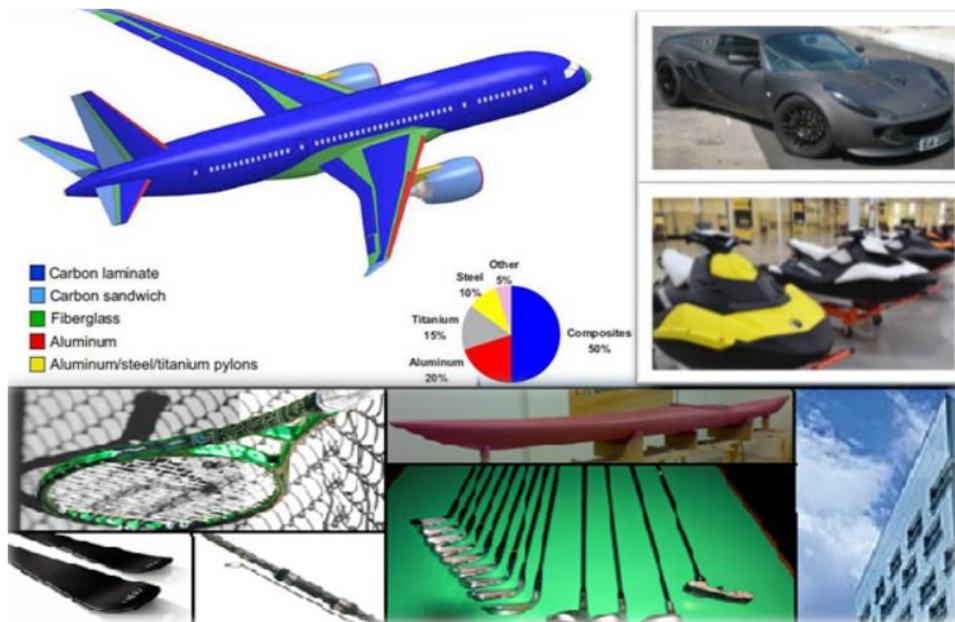


Figura 1 Principales aplicaciones de los materiales compuestos.

Los buenos resultados que ofrecen los compuestos han hecho de ellos un material con más demanda, especialmente los manufacturados con fibra de carbono (FC).

Para el sector aeronáutico por más de 50 años se han desarrollado estructuras de materiales compuestos para aviones militares, las cuáles se implementaron rápidamente en los aviones comerciales. La nueva generación de aviones se diseñan y fabrican empleando un gran porcentaje de compuestos, los cuales han migrado no solo a su uso en superficies de control y estructuras secundarias, sino a estructuras primarias también, marcando esto en los diseños de los dos constructores de aviones comerciales más grandes del mundo: Airbus y Boeing. En la figura 2 podemos apreciar una tabla esquematizando el incremento del uso de la fibra de carbono en la industria aeronáutica a través de los años.

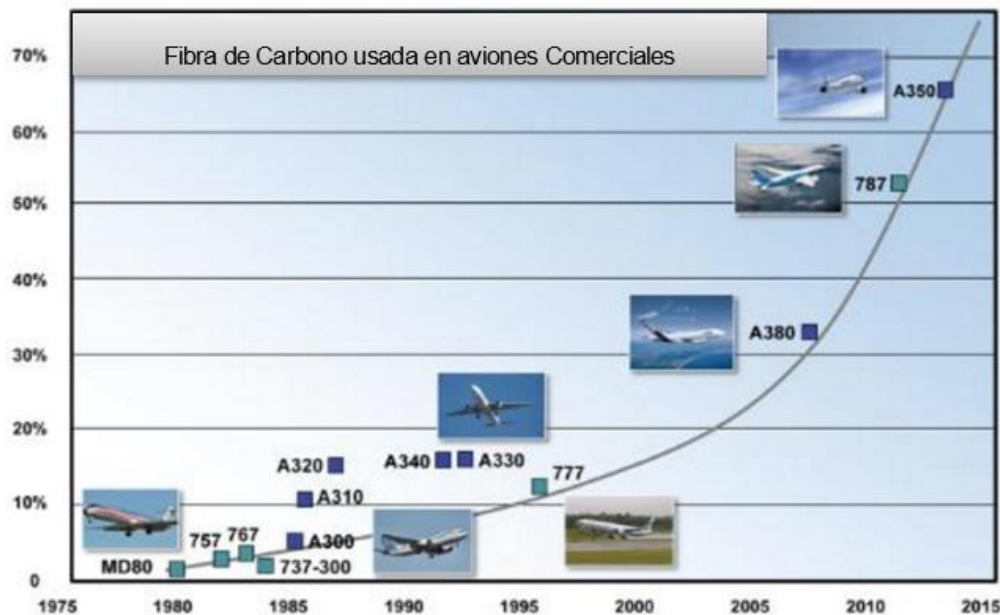


Figura 2 Tendencias de uso de FC en aviones comerciales (PS Newswire, 2011)¹⁴

Actualmente el sector aeronáutico en general está reemplazando las aleaciones metálicas por materiales compuestos fundamentándose en el deseo de los operadores de aerolíneas en disminuir sus costos de operación mejorando el rendimiento del combustible al reducir el peso de las aeronaves, una aeronave fabricada con compuestos es entre un 15% y 30% menos pesada que una manufacturada con aleaciones de aluminio. (R. Deo, 2001)¹⁵.

Estudios demostraron que del año 2010 al 2013 se registró un incremento del 13% en el consumo de compuestos y que del 2013 al 2015 el incremento fue del 127% (SJ, 2006)¹⁷, en consecuencia también se reflejó un incremento en los desechos generados ya sea durante los diferentes etapas del proceso de manufactura de componentes o después de transcurrido el periodo de vida útil de los mismos (George, 2009)⁹. En la figura 3 observamos un comparativo de la demanda de fibra de carbono en comparación con los desechos de esta misma proyectados al 2020, en la figura 4 observamos el ciclo de manufactura de un componente de compuestos con las etapas donde se genera mayor cantidad de desechos y en la figura 5 se muestran ejemplos de las diferentes presentaciones de desechos de material compuesto.

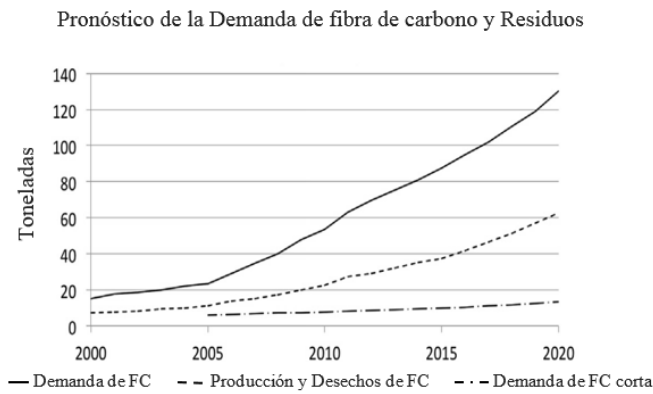


Figura 3 Pronóstico de Demanda vs Desechos de FC



Figura 4 Etapas de desechos de la FC

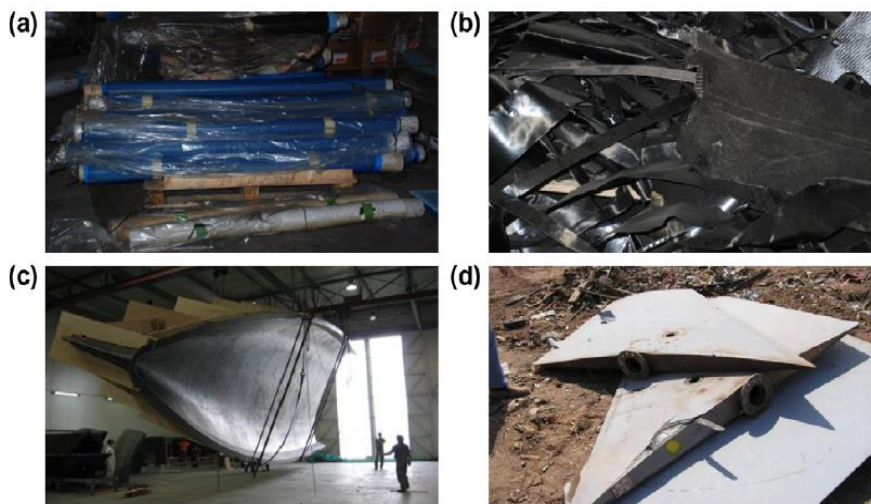


Figura 5 Imágenes de desechos de fibra de carbono (a-Rollos de pre-impregnado caducados, b-cortes de desperdicios generados durante la manufactura, c-Molde de yate, d-segmentos de alas de avión). (Soraia Pimenta, 2010)¹⁸

1.1.2. Los desechos derivados de los compuestos

En este momento no se cuenta con un procedimiento industrializado para el re-uso o reciclaje de los desechos colectados de material compuestos de FC, por lo que en su mayoría son triturados y usados para rellenar terrenos sanitarios, impactando negativamente al medio ambiente (Soraia Pimenta, 2010)¹⁸.

En el caso específico de los desecho aeronáuticos de fibra de carbono, no se están reciclando basado en gran medida por la incapacidad de la industria para utilizar los componentes individualmente (refuerzo/matriz) una vez que estos se han reciclado y separado, lo que representa una carga sobre las cantidades sustanciales de residuos de fabricación producidos anualmente. Un ejemplo claro son los aviones retirados que son dejados estacionados en el desierto debido a una variedad de razones económicas, mientras que los propietarios de las aeronaves son inconscientes del valor material que aún representan los fuselajes de estas aeronaves. (Yongxiang Yang, 2011)²⁰

1.1.2.1. Los refuerzos de los desechos de compuestos.

El componente de mayor interés para el reciclado de los compuestos son los refuerzos o fibras, principalmente los de carbono debido a su alto costo. Para este fin se han llevado a cabo investigaciones que revelaron la posibilidad de recuperar las fibras de carbono de componentes ya curados mediante diferentes métodos de separación. El reto para estas fibras recuperadas es la búsqueda o desarrollo de un proceso que permita mejorar el acoplamiento de ellas con la nueva matriz ya que en algunos casos la fibra sufre degradación al ser separada de la matriz o alteraciones superficiales debido a los residuos de la matriz original que aún persisten en los refuerzos.

1.1.2.2. Reciclado de materiales compuestos

Shi en su estudio confirma que el procesamiento de generar fibra de carbono virgen tiene un alto costo y que los residuos de estos materiales promueven un impacto ambiental negativo, también confirma que son estos factores los principales detonadores para la promoción de diversas alertas y mandatos internacionales que fomentan el reciclaje de la fibra de carbono, siendo esto uno de los mayores retos para la industria de los compuestos. (Jian Shi, 2011) ¹¹ y así para todos. En la figura 6 podemos observar un ciclo de reciclaje/recuperación conceptual de fibras de carbono.



Figura 6

Figura 6 Concepto básico del ciclo de reciclado de fibra de Carbono y re-manufactura de un nuevo componente. (Soraia Pimenta, 2010)¹⁹

Diversas tecnologías, principalmente centradas en recuperar los refuerzos (fibras), han sido desarrolladas para la separación en pequeña escala tales como: reciclado mecánico, reciclado térmico y reciclaje químico, sin embargo, la falta de mercados adecuados y el alto costo de reciclaje han sido las principales barreras de comercialización de dichas tecnologías, pese a que el reciclaje de los compuestos conduce al ahorro de recursos y energía (Yongxiang Yang, 2011)²⁰.

Adicional a esto algunos métodos de limpieza superficial experimentales fueron investigados y probados en fibras vírgenes y recicladas con el fin de eliminar impurezas de los refuerzos de carbono, eliminando un gran porcentaje de estas, facilitando con esto su incorporación a la matriz y manufacturar nuevos componentes, sin embargo los resultados de las propiedades mecánicas del nuevo compuesto fueron muy bajas, la posible causa es una baja adhesión entre las fibras y la nueva matriz principalmente por la degradación de la superficie de las fibra ya sea durante su recuperación (reciclado) o su limpieza (Jian Shi, 2011)¹¹. Estos bajos resultados en las propiedades mecánicas reducirían la probabilidad del uso de las fibras recicladas en componentes de mayor relevancia.

1.1.2.2.1. Reciclaje de materiales compuestos en la industria aeroespacial

Dos de los más grandes fabricantes de aviones comerciales Boeing y Airbus han estado involucrados en esfuerzos de investigación en el reciclaje de fibra de carbono en los últimos años.

En 2006, Boeing y otras 10 compañías aeroespaciales formaron la Asociación de Reciclaje de Flota de Aviones (AFRA) con un compromiso común para mejorar la forma en que se gestionan los aviones retirados (AFRA – Aircraft Fleet Recycling Association, s.f.) ¹. Los objetivos de AFRA incluyen abordar las preocupaciones ambientales generadas por los aviones retirados y crear/compartir procesos actualizados.

AFRA se dedica al concepto de que el fin de servicio no es el final de la vida. Su misión es ayudar a las aerolíneas a lograr el mejor retorno para sus aviones jubilados, al tiempo que promueve el reciclaje responsable, el desarrollo de soluciones seguras y sostenibles para la reutilización de piezas y ensamblajes de aviones más antiguos.

Durante los últimos años, Boeing ha trabajado en grado experimental con una serie de empresas de tecnología de terceros en el reciclaje de materiales compuestos de grado aeroespacial. Las pruebas recientes incluyen material de desecho primario compuesto de los 777 y 787. Esta investigación indicó que las fibras podían ser recuperadas de la matriz, siendo potencialmente adecuadas para aplicaciones industriales de gama alta que incluyen carcasas de dispositivos electrónicos utilizando blindaje de radiofrecuencia y partes de automóviles de gama alta.

En 2005, Airbus estableció su proceso de gestión avanzada del consorcio PAMELA (Process for Advanced Management of End of Life of Aircraft), con el objetivo de aumentar la cantidad de material reciclado de aeronaves hasta en un 90% en los próximos años. Similar a Boeing, Airbus utilizó la pirólisis para extraer fibras de carbono de la matriz de materiales compuestos en un esfuerzo por ampliar el proceso y determinar las mejores prácticas para la recuperación de los grandes volúmenes de materiales compuestos que se utilizan en aviones de nueva generación que necesitarán ser tratados en el futuro.

Las prácticas descritas anteriormente indican que los materiales de desecho al final de la vida útil de las aeronaves (primarios y secundarios) están siendo tratados para su recuperación. Se espera que la industria aeroespacial genere un potencial estable de 10-15 millones de libras de reciclaje de fibra de carbono. Para el año 2029, también se estima que habrá más de 50 millones de libras de fibra de carbono espetando a ser recuperada (Yongxiang Yang, 2011) ²⁰.

Alrededor del mundo y a raíz de los diversos mandatos internacionales para la promoción del reciclaje en el sector de la aviación y los materiales compuestos, se han creado varias asociaciones y movimientos para impulsar esta iniciativa, en estas se ha fomentado la investigación y convenios que han resultado en varios métodos para el reciclaje que se encuentran en diferentes grados de madurez (P-Planta piloto a escala; L-laboratorio; C-Planta comercial piloto), la tabla 1 muestra un resumen con las principales iniciativas.

Tabla 1 Iniciativas globales que contribuyen a las actividades del reciclado de los Compuestos de FC reciclados.

Iniciativa	Objetivo	Contribución	Actividades
ECRC (2003), European Composites Recycling Services Company	Crear un sistema de gestión de residuos para la manipulación de compuestos	<ul style="list-style-type: none"> • Proveedores de resina • Proveedores de fibra • Compuestos 	<ul style="list-style-type: none"> • Ejecución de una instalación de reciclaje mecánico (Larsen, 2009) • Garantía de soluciones EoL para piezas certificadas con el "Green FRP Label" (Marsh, 2005) • Creación de una red de proveedores y mercados de los reciclados (vidrio y fibras de carbono)
PAMELA (2005), Process for Advanced Management of EoL Aircraft	Implementar una plataforma para el desmontaje de piezas y ensambles y valoración de los materiales de los aviones de EoL	<ul style="list-style-type: none"> • Fabricante de aeronaves • Gestores de residuos • Recicladores de CF 	<ul style="list-style-type: none"> • Definición de estándares para la gestión de EoL Aeronaves (PAMELA, 2008) • Baja de Aeronaves (Tarmac, 2010) • Apoyo a las actividades de reciclaje de CFRP (McConnel, 2010)
AFRA (2006), Aircraft Fleet Recycling Association	Gestión sostenible de los fuselajes y motores de EoL	<ul style="list-style-type: none"> • Fabricantes de aviones • Recicladores de materiales • Desarrolladores tecnológicos • Otros (actualmente más de 40 miembros) 	<ul style="list-style-type: none"> • ECRC (2003) • Kouparitsas et al. (2002) • Takahashi et al. (2007) • Ogi et al. (2007)
JCMA (2006), Japan Carbon Fiber Manufacturers Association	Establecer el sistema de reciclaje de la FC y estudiar La viabilidad de iniciar un Negocio con el reciclaje de FC	<ul style="list-style-type: none"> • Productores de FC 	<ul style="list-style-type: none"> • Desarrollo de procesos de reciclaje para residuos de FC (pirólisis implementada en planta piloto) • Comercialización de compuestos de FCR para uso en las industrias electrónica y automotriz (Madera, 2010)
BIS (2009), Increasing Sustainability and Recycling Consortium	Asegurar la sostenibilidad de la industria de los compuestos, incrementar la captación y asegurar el uso futuro de los compuestos avanzados	<ul style="list-style-type: none"> • UK Depto. para negocios, innovación & habilidades • Productores y usuarios de FCR • Recicladores de FC • Universidades 	<ul style="list-style-type: none"> • Apoyo a la mejora y desarrollo De procesos de reciclaje • Establecimiento de aplicaciones para los reciclados • Proporcionar un vínculo entre la industria e investigadores
CFRRC (2009), Carbon Fibre Recycling and Reuse Conference	La primera Conferencia Mundial exclusivamente dedicado al proceso de reciclaje de FC	<ul style="list-style-type: none"> • Recicladores de FC • Productores y usuarios de FC reciclada • Investigadores de reciclaje de FC 	<ul style="list-style-type: none"> • Panorama general de los avances en el reciclado y re-fabricación • Discusión sobre la comercialización de procesos y reciclados • Análisis del reciclaje de la FC y perspectivas de mercado

1.1.2.3. Métodos de reciclado

Los métodos de reciclado de compuestos más relevantes están clasificados en dos vertientes: *el reciclado mecánico y la recuperación de fibras*, los cuales se representan en la figura 7.

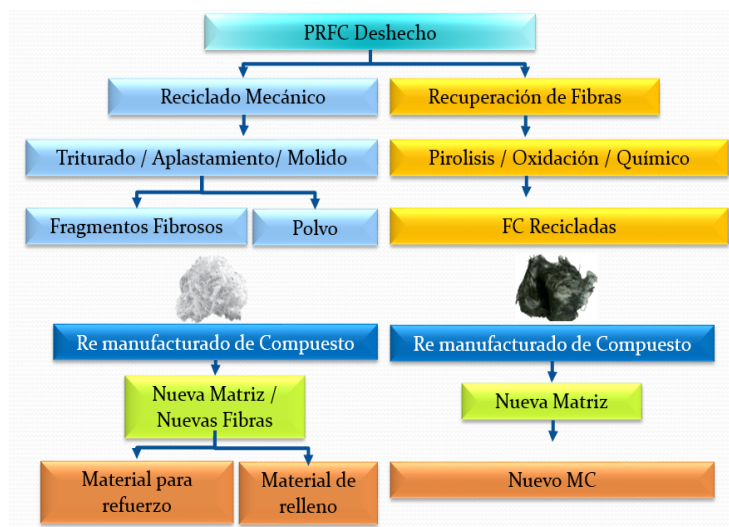


Figura 7 Métodos de Reciclaje de Materiales Compuestos.

1.1.2.3.1. Reciclado mecánico.

El reciclado mecánico consiste en descomponer el compuesto por trituración, molienda u otro proceso mecánico similar; las piezas de desecho resultantes se pueden separar y luego tamizar en productos de polvo (ricos en resina) y productos fibrosos (ricos en fibras).

Las aplicaciones típicas para los compuestos con reciclado mecánico incluyen su re-incorporación en nuevos compuestos como relleno o refuerzo, (Pickering, 2006) ¹⁷ y su uso en la industria de la construcción como cargas para maderas artificiales o asfalto, o como fuentes minerales para cemento. Sin embargo, estos productos representan aplicaciones de bajo valor; el reciclaje mecánico es utilizado mayormente para los polímeros reforzados con fibra de vidrio (GFRP), aunque los termoplásticos con FC también se pueden encontrar en este proceso de reciclaje. Debido a que el reciclaje mecánico no provee una extracción de fibras no es posible evaluar el comportamiento mecánico de sus reciclados en el nivel de un nuevo compuesto. Este método implica un alto consumo de energía y los reciclados tienen una calidad relativamente baja.

1.1.2.3.2. Recuperación de fibras.

La recuperación de las fibras consiste en separar los refuerzos del material compuesto, esto se consigue empleando procesos térmicos o químicos para romper la matriz (típicamente un termo endurecido), posteriormente las fibras se liberan y se separan. Estudios muestran que con algunos de estos métodos también es posible recuperar energía o parte de la matriz, reduciendo más la cantidad de desperdicios, además de que se ha encontrado a este proceso particularmente adecuado para el reciclaje de los materiales compuestos de FC, pues las fibras al ser probadas individualmente mostraron una alta estabilidad térmica y química (Pickering, 2006) ¹⁷.

Otra ventaja que se encontró con este método son las excelentes propiedades mecánicas de las fibras o refuerzos, ya que no sufren degradación significativa (especialmente con respecto a la rigidez), las fibras recuperadas tienen una superficie con residuos aceptables y propiedades mecánicas comparables a sus precursores vírgenes; sin embargo en algunos casos presentaron algunos defectos superficiales (picadura, matriz residual y char), algunos pueden apreciarse en la figura 8, lo que provoca degradación de la resistencia.

Después de la recuperación, las fibras recicladas fueron re-impregnadas con nueva resina para fabricar un nuevo material compuesto (material compuesto reciclado – rCFRPs). Además, las fibras de carbono recicladas FCR también se utilizaron en sistemas no estructurales.

1.1.2.3.3. Reciclaje químico

El reciclaje químico tiene por objeto la despolimerización química de la matriz y la liberación de fibras mediante disolventes orgánicos o inorgánicos. En este método la generación de residuos químicos es una de las mayores preocupaciones, lo cual ha frenado su desarrollo activo, sin embargo el uso de nuevos solventes ha ganado la atención en el mundo de la investigación, mostrando un potencial interesante (Yongxiang Yang, 2011) ²⁰.

Otra ventaja del método es que al igual que con el método de recuperación de fibras los refuerzos no sufren degradación significativa y conservan sus propiedades mecánicas, las fibras recuperadas tienen una superficie con residuos aceptables y propiedades mecánicas comparables a sus precursores vírgenes.

1.1.2.3.4. Pirólisis

La pirólisis, es el método en el cuál existe una descomposición térmica de moléculas orgánicas en una atmósfera inerte. Durante el proceso, el compuesto a reciclar se calienta en un rango de temperatura de 450°C a 700°C en una casi ausencia de oxígeno. El polímero o matriz se volatiliza en moléculas de menor peso, mientras que las FC son recuperadas. En las figuras 8 y 9 se muestra un esquema representativo del proceso de pirólisis y una imagen con microscopio de barrido de fibras que fueron sometidas a pirólisis.

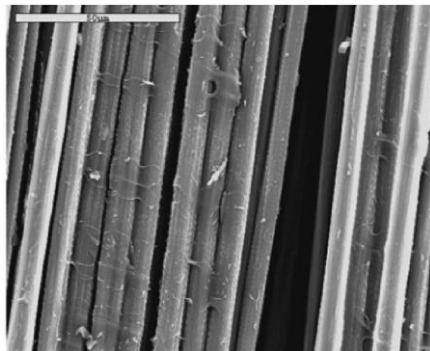


Figura 8 Fibras de carbono recicladas por pirólisis – (picadura, matriz residual y char) microscopía electrónica de barrido

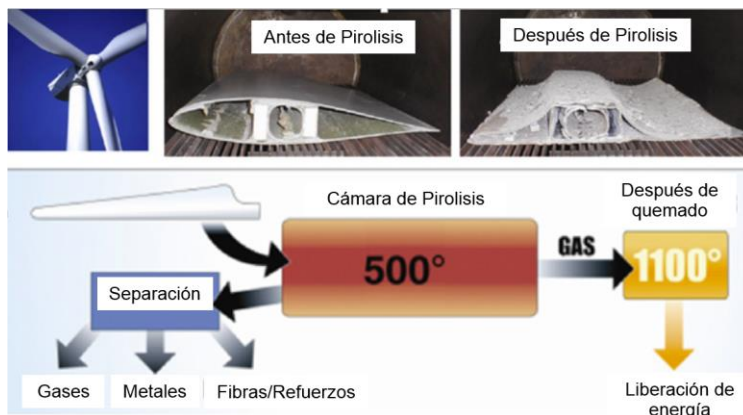


Figura 9 Reciclado de sección de turbina eólica con pirólisis. (Yongxiang Yang, 2011) ²⁰.

1.1.2.3.5. Oxidación

La oxidación es otro proceso térmico para el reciclaje de CFRP; consiste en la combustión de la matriz polimérica en una región caliente y rica en oxígeno (por ejemplo aire de 450°C a 550°C). Este método ha sido utilizado por pocos investigadores, siendo el proceso de cama de fluidos (FBP) la aplicación más conocida (Pickering, 2006) ¹⁷.

El proceso de cama de fluidos fue inicialmente desarrollado e implementado por Pickering en el 2000 en la Universidad de Nottingham. Las propiedades mecánicas de las fibras se presentan en la Tabla 3.2. Durante el reciclado, los desechos del compuesto de FC son reducidos a fragmentos de aproximadamente 25mm de grosor, posteriormente se introducen en una cama de sílice sobre una malla metálica. A medida que la corriente de aire caliente pasa a través de la cama va descomponiendo la resina, tanto las moléculas oxidadas como los filamentos de fibras se mantienen en la malla metálica. Las fibras son separadas de la corriente de aire y la resina es completamente oxidada en un dispositivo de postcombustión. El proceso también cuenta con recuperación de energía para su auto alimentación (Pickering et al., 2000, Yip et al., 2002, Pickering, 2006) ¹⁷.

Una descripción general sobre los procesos de recuperación de las fibras se da en la tabla 4 del siguiente capítulo, donde se establece una comparación entre ellos.

1.1.3. Propuesta de TESIS

La presente investigación propone explorar la viabilidad de usar un agente de acoplamiento y métodos de limpieza superficial para incrementar el potencial de uso de refuerzos carbono cortos reciclados en arreglo aleatorio provenientes de desechos aeronáuticos, los cuales serán empleados para incorporarse a una nueva matriz epóxica y formar un nuevo material compuesto. Los métodos de limpieza a estudiarse son limpieza con acetona y pirrilidona de Sigma Aldrich, la funcionalización de las fibras se llevará a cabo con Silanos del tipo 3-Glycidoxypropyltrimethoxysilane de Sigma Aldrich.

En este trabajo se evaluarán las propiedades mecánicas obtenidas por los compuestos manufacturados a partir de los diferentes tratamientos de las fibras recicladas, así como su comportamiento de temperatura de transición vítrea, estos resultados serán comparados con las mismas respuestas obtenidas de un material compuesto manufacturado bajo el mismo método con refuerzos vírgenes bajo las mismas condiciones de tamaño y arreglo.

1.1.4. Definición del problema

En los últimos años se ha registrado un incremento en el consumo de materiales compuestos con refuerzos de carbono y con esto la cantidad de desechos de estos refuerzos, los cuales se generan durante la manufactura de componentes o después de transcurrida la vida útil de los mismos, el caso de los desechos generados durante la manufactura de componentes son los de mayor valor, pues dada la exigencia y grado de control de calidad que requieren los sectores a los que están enfocados (aeronáutico, espacial, etc.); Muchos de estos refuerzos aún cuentan con propiedades de valor significativo cuando son desechados y tienen un alto potencial de re-uso en otros sectores de menor exigencia. El alto costo que tiene la obtención de fibras de carbono vírgenes y el impacto ambiental negativo de sus desechos, propiciaron muchas iniciativas globales para su reciclaje. Diversos estudios se han concentrado en desarrollar métodos de separación de los refuerzos de carbono de los residuos de materiales compuestos del sector aeronáutico para su re-uso en el conformado de un nuevo compuesto. Sin embargo se ha encontrado que estos refuerzos reciclados no tienen una buena compatibilidad al mezclarlos con una nueva resina, pues las propiedades -

- mecánicas de los nuevos compuestos que conforman son muy bajas, lo cual dificulta la implementación exitosa del reciclado de materiales compuestos.

1.1.5. Justificación

Diversas organizaciones a nivel internacional se han dado a la tarea de investigar alternativas para reciclar materiales compuestos, encontrando viabilidad económica y ambiental en la recuperación de fibras de carbono para a partir de ellas manufacturar un nuevo compósito, los estudios muestran que esto es posible, siendo un área de oportunidad el encontrar medios que permitan obtener un mejor acoplamiento entre las fibras de carbono recicladas con la nueva matriz para aumentar las propiedades del compósito reciclado; Lo que hace necesario continuar con los esfuerzos de investigación que proporcionen alternativas para mejorar dicho acoplamiento; Con esto apoyar la moción del reciclaje de los compuestos.



Figura 10 Reuso de materiales compuestos.

1.1.6. Objetivo

Evaluar el comportamiento estructural de material compuesto fabricado con fibra de carbono reciclada (FCR) al agregar agentes acoplantes (funcionalización) y limpieza superficial, así como comparar sus resultados con los de un material bajo condiciones similares fabricado con fibra de carbono virgen (FCV).

1.1.6.1. Objetivos específicos

- Obtención de fibras de carbono recicladas (FCR).
- Limpieza superficial de las fibras vírgenes y recicladas (acetona/pirrolidona).
- Análisis superficial cualitativo de las fibras de carbono recicladas (FCR) antes y después de la limpieza superficial (SEM).
- Funcionalización de fibras de carbono con silanos (3-Glycidoxypropyltrimethoxysilane).
- Validación de la funcionalización de las fibras mediante análisis por espectrometría de transformada de Fourier (FTIR).
- Manufactura de material compuesto con fibras de carbono recicladas y vírgenes con y sin limpieza superficial y funcionalización.
- Caracterización mecánica visco elástica de los compuestos reciclado y virgen (MCFCR/MCFCV) con y sin limpieza superficial y agentes acoplantes (tensión, flexión, pico tangente delta, módulo de almacenamiento).
- Comparación de propiedades mecánicas de los compuestos MCFCR y MCFCV con y sin limpieza superficial y agentes acoplantes.

1.1.7. Hipótesis

Se incrementarán las propiedades mecánicas de un componente manufacturado con fibras de carbono recicladas si se combina un método de limpieza superficial en las fibras y se funcionalizan agregando el agente acoplante (3-Glycidoxypropyltrimethoxysilane), con lo que se mejorará la adhesión y compatibilidad entre la fibra y la matriz.

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

1.2. MATERIALES COMPUESTOS.

Un material compuesto es considerado como la combinación macroscópica de dos o más materiales con diferente composición, los cuales conservan cada uno sus propiedades en el material compuesto, es decir que no se disuelven o funden completamente en uno mismo a pesar de que actúan en conjunto. Normalmente los componentes se pueden identificar físicamente y presentan una interfaz entre uno y otro.

Si bien algunos materiales compuestos son naturales (como la madera o el hueso), la gran mayoría de los materiales compuestos utilizados en la actualidad son diseñados y fabricados por el hombre. Los materiales compuestos producidos por el hombre responden a la necesidad de obtener materiales con una combinación de propiedades que difícilmente se encuentran, en los metales, cerámicos o plásticos por separado.

Los compuestos están formados por fibras (refuerzos) o partículas (cristales muy finos) que proveen la resistencia y propiedades mecánicas del componente y una matriz que da la forma del elemento y actúa como el soporte y protección de las fibras, la figura 11 muestra un ejemplo de material compuesto de fibra de carbono y matriz polimérica.



Figura 11 Material compuesto refuerzos [fibras de carbono], matriz.

Ventajas

- Alta resistencia y rigidez en relación a la densidad
- Alta resistencia a la fatiga
- Resistencia a la corrosión
- Bajo coeficiente de expansión térmica – estabilidad dimensional

Desventajas

- Alto costo, comparado con acero y aluminio en un rango de 5 a 20
- Reducida base de datos
- Baja resistencia a la humedad, afectando las propiedades del compuesto

Los materiales compuestos son diseñados para proporcionar alta resistencia, rigidez y eficiencia estructural que normalmente es provista por las propiedades de las fibras o refuerzos, estas pueden ser controladas mediante la proporción de fracción volumétrica de fibra (FVF, por sus siglas en inglés “fiber-volume-fraction”), de los refuerzos en el compuesto y mediante la selección del refuerzo apropiado para los niveles de resistencia deseados, así como su orientación, ver figura 11. La orientación de las fibras es colocada en la dirección de las cargas principales, debido a esta característica de los compuestos es que se les considera materiales anisotrópicos.

1.2.1. Clasificación de los materiales compuestos

Los materiales compuestos tienen diferentes criterios de clasificación, el más comunes es de acuerdo al tipo de orientación del refuerzo empleado en el material como se muestra en la figura 12

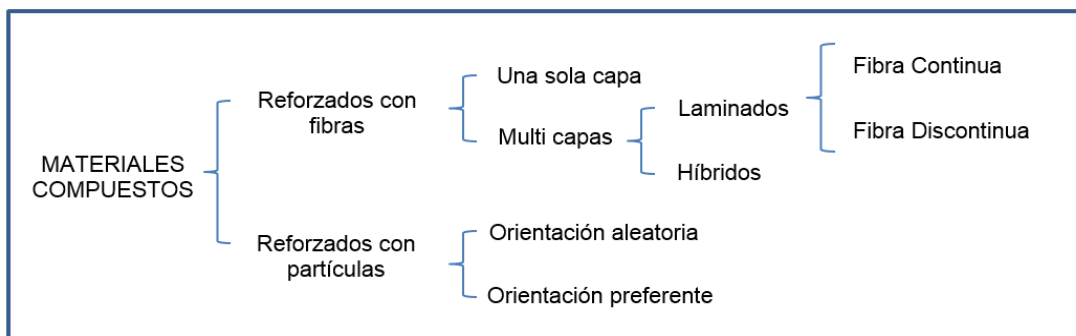

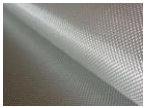
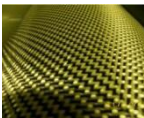
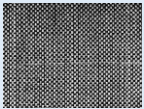


Figura 12 Clasificación de los Materiales Compuestos

1.2.2. Refuerzo – fibras

Los refuerzos de los materiales compuestos pueden ser fibras continuas, discontinuas o partículas que pueden estar alineados u orientados al azar, como se pueden apreciar en la figura 13. Las fibras son las que aportan la resistencia y la rigidez al material compuesto y su función es soportar la carga externa, normalmente ocupan una fracción de volumen más grande en el laminado compuesto. Los refuerzos más comúnmente usados se encuentran listados en la tabla 2.

Tabla 2 Refuerzos más comúnmente usados.

Fibras	Fibras	Diámetro (µm)	Densidad (g/cm ³)	Módulo de Tensión (Msi)	Esfuerzo a Tensión (Ksi)	Punto de Fusión (°C)
Carbón (PAN)		4-8	1.75-1.90	30-50	350-1000	3500
Carbón (Pitch)		8-11	1.90-2.15	25-110	200-450	
Carbón (Rayón)		8-9	1.6	6	150	
E-Vidrio		10	2.48	10.5	440	1540
S-Vidrio		10	2.62	12.5	670	1540
Aramida		12	1.44	20	410	400-600
Boron		100-200	2.3-2.6	58	730-1000	2300

Debido a que la resistencia y la rigidez son mayores en la dirección de las fibras que en otras direcciones, las propiedades del material compuesto se pueden controlar mediante la combinación de la forma, la orientación y la distribución de los refuerzos en el material, entre las fibras que más se emplean para materiales compuestos están las de carbono.

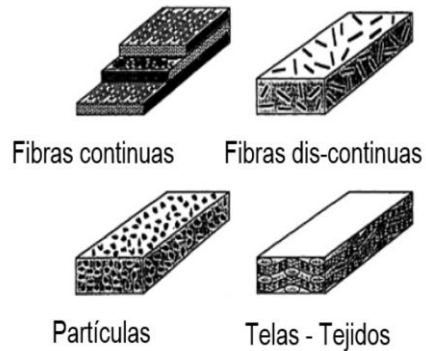


Figura 13 Formas más comunes de fibras o refuerzos [fibras largas continuas, discontinuas o fibras cortas, partículas u hojuelas, fibras continuas que están tejida-trenzadas-cocidas

1.2.3. Matriz

Las funciones que realiza la matriz son:

- Transmitir la carga exterior que es aplicada al material (a las fibras internas).
- Restringir lateralmente a las fibras para evitar el problema de pandeo de fibras al ser expuestas a cargas de compresión.
- Proteger a las fibras de ataque del medio debido a elevadas temperaturas y humedad.
- Sostiene a las fibras en su posición en la forma del componente.
- Proveer al material la capacidad de soportar diferentes cargas, ya que las fibras solo soportan tensión por sí mismas.
- Evita la propagación de grietas, aumentando la tenacidad del material, aislando a las fibras para retardar el crecimiento de grietas, evitando que el material sea frágil.
- Separa a las fibras evitando que cuando una fibra falle las adyacentes también lo hagan.

Las propiedades de la matriz son las que principalmente limitan el uso del compuesto, ya que la temperatura más alta a la que se podrá usar dependerá de la estabilidad térmica de la matriz, es decir de sus propiedades térmicas. El medio en que se desempeñe un material compuesto, ya sea humedad, corrosión, químicos como solventes, así como a altas temperaturas van a afectar a la matriz antes que a las fibras, por lo que la resistencia del material compuesto a estas condiciones va a estar regido por la matriz.

La temperatura de transición vítrea (T_g) es una propiedad de la matriz que define su comportamiento a altas temperaturas, esta propiedad se define como la temperatura de transición en la que el material pasa de un estado vídrioso a uno gomoso.

Cuando la T_g de la matriz del material se encuentra en estado vídrioso, rígido, esta es apta para transferir las cargas a las fibras, provee un adecuado soporte lateral a las fibras que evita el pandeo de las mismas y mantiene el alineamiento de las fibras.

Cuando la T_g de la matriz del material se encuentra en un estado gomoso, la matriz es blanda y no cumple con las funciones para las que fue diseñada. Hay agentes externos como la humedad que pueden bajar la temperatura de transición vítrea de una resina.

1.2.4. Interface Fibra-Matriz

Las propiedades de los compuestos, así como su comportamiento no solo dependen del refuerzo y matriz de forma aislada, sino de la naturaleza y las características de la unión de la fibra con la matriz, a esta se le conoce como interface. La interface de los materiales compuestos cumple con la función de transmitir las cargas externas de la matriz a las fibras, esto influye en la resistencia del material compuesto.

El modo de falla de los materiales compuestos depende de las características de la fibra, de la matriz y de la naturaleza de la interface fibra/matriz. Cuando la interface es muy resistente, las grietas no se propagan a lo largo de las fibras (separándolas de la matriz), haciendo que el refuerzo sea efectivo incluso después de que la fibra rompa en algunos puntos separados entre sí, debido a una carga externa.

Los materiales compuestos tienen escasas propiedades en dirección transversal a sus fibras, ya que cuando un material compuesto reforzado con fibras se somete a cargas transversales en la dirección de estas, parte de la carga viaja alrededor de las fibras y es absorbida por la matriz, la cual tiene bajas propiedades de resistencia al corte.

Los materiales compuestos de matriz polimérica son los que más se emplean para aplicaciones en las que se quiera maximizar la resistencia específica como las aeronáuticas y aeroespaciales. Las propiedades mecánicas que dependen de las condiciones de la matriz polimérica son la resistencia a compresión longitudinal, resistencia a la tensión transversal y resistencia a corte interlaminar.

Existen dos tipos de matrices poliméricas, las cuales tienen una diferencia en su comportamiento a altas temperaturas y diferencian a los compuestos en dos grupos principales los termoplásticos y los termofijos o también conocidos como termoestables.

En el caso de los compuestos reciclados dependiendo de las características de la fibra y la resina serán los resultados finales de sus propiedades mecánicas. En particular, la adhesión interfacial entre las fibras y la resina juega un papel importante en el comportamiento mecánico del compuesto reciclado. Es necesaria una buena adhesión interfacial entre la fibra y la resina para asegurar una transferencia efectiva de carga de una fibra a otra a través de la resina. (Jian Shi, 2011) ¹¹

1.2.5. Compuestos Termofijos

Los compuestos con matrices termofijas son materiales dúctiles, tienen la característica de que no se funden al calentarse a altas temperaturas, mantienen su forma hasta que se descomponen. Sus principales grupos de matrices son las resinas poliéster, vinil-éster, y fenólicas; y, como materiales de refuerzo, las fibras de vidrio, las aramídicas (kevlar) y las de carbono, tomando la forma de numerosos tipos de estructuras textiles simples o combinadas. (Stepengo, 2011) ¹⁹ La tabla 3 muestra la descripción y aplicación de los compuestos termofijos de las matrices o resinas más comunes.

1.1.1. Compuestos Termoplásticos

Los compuestos con matrices termoplásticas como el propileno, el nylon y los policarbonatos tienen poca resistencia a altas temperaturas, ya que su matriz se funde al calentarse. Se utilizan por lo general con fibra corta y para aplicaciones en las que no se requiera una alta resistencia, ya que no tienen muy buenas propiedades mecánicas (Stepengo, 2011) ¹⁹.

Tabla 3 Compuestos termofijos - matriz.

Matriz	Aplicación	Descripción
Epóxica		Provee un sistema muy versátil, lo que permite una amplia gama de propiedades y capacidades de procesamiento, tiene una baja propiedad de contracción, excelente adhesión a una gran variedad de sustratos. Son las más ampliamente usadas en muchas aplicaciones, desde aeroespacial hasta deporte.
Fenólica		Cumplen con requerimientos especiales de la FAA y JAR sobre baja flamabilidad y emisiones tóxicas. Son usadas para interiores de aeronaves, contenedores de almacenaje y en otros mercados que requieren resistencia al fuego con bajo costo.
Poliéster		Resinas de bajo costo que ofrece excelentes propiedades a la corrosión, condiciones ambientales, su temperatura de operación es menor que la epóxica, son ampliamente usados en extrusiones por estirado, manufactura por fillament winding, SMC y RTM.
Vinilester		Son ampliamente usados en extrusiones por estirado, fillament winding, SMC y RTM, ofrecen una buena resistencia a químicos y corrosión, condiciones ambientales, son usadas para recubrimientos de tanques, en la industria química, automotriz y en aplicaciones de grandes volúmenes, son de menor costo que las epóxicas.
Cianatoester		Ofrecen excelentes propiedades de resistencia, rigidez y baja absorción de humedad, tienen una gran variedad de aplicaciones como naves espaciales, aeronaves, misiles, antenas, microelectrónica.
Bismaldeida		Son usadas para aplicaciones que requieran resistencia a altas temperaturas como: aeronaves, misiles, circuitos eléctricos.
Poliuretano		Es ampliamente usada en aplicaciones estructurales por moldeo de inyección a reacción, en la industria automotriz (capuchas parachoques, paneles de carrocería)

1.2. LOS COMPUESTOS EN LA INDUSTRIA

Existen dos sectores de aplicación principales de los materiales compuestos, estas son la Industria automotriz (más del 30%) y la aeroespacial (más del 20%), ver figura 15. La industria de defensa y aeroespacial fueron las pionera en el uso de materiales compuestos, la mayoría de las aeronaves de defensa actuales tienen más del 50% de su peso construido en materiales compuestos. Los compuestos recientemente se han convertido en un material primario para la nueva generación de aviones como el Boeing 787 "Dreamliner" (50%), el Airbus A380 (25%), el A350 (53%), etc. La tecnología de ahorro de peso en los automóviles es un área de mejora para incrementar la eficiencia del combustible, es por esta razón que la industria automotriz es el sector de mayor aplicación potencial de materiales compuestos (Yongxiang Yang, 2011) ²⁰.

Esta industria está creciendo rápidamente (estructuras de componentes, interiores, chasis, campanas y componentes eléctricos). Además, los materiales compuestos también se utilizan en instalaciones deportivas y recreativas, en barcos y construcciones navales, en la generación de energía eólica con las palas de las turbinas, así como la exploración offshore de petróleo y gas. El consumo del mercado europeo se muestra en la figura 14 como se puede observar, Alemania tiene la mayor parte, seguida por Italia y Francia. Estas 3 naciones representan más del 60% del total (Yongxiang Yang, 2011) ²⁰.

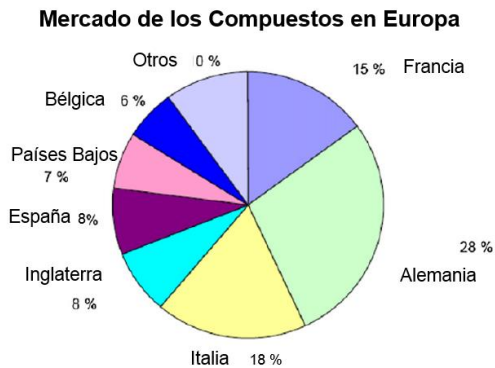


Figura 14 Demanda europea de compuestos

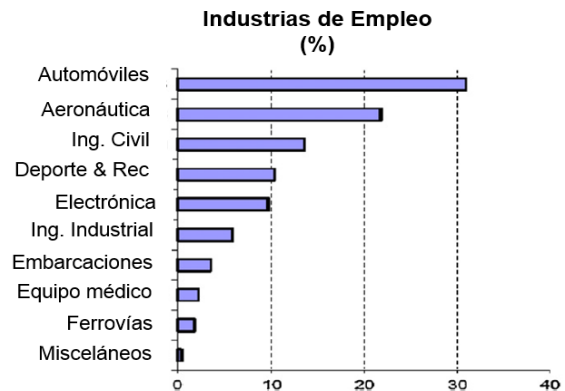


Figura 15 Uso de compuestos por Industria

Como se mencionó anteriormente las propiedades de los compuestos y su comportamiento dependen entre otros factores de la interface que existe entre la fibra y la matriz, la cual depende principalmente de la superficie de la fibra. En el caso de las fibras recicladas, las impurezas de resina que permanecieron sobre las fibras afectan la unión de estas con la matriz y con esto el rendimiento del compuesto. (Jian Shi, 2011) ¹¹ Por esta razón será necesario analizar diversos métodos para mejorar la interface de los compuestos.

1.3. LIMPIEZA SUPERFICIAL DE LOS REFUERZOS.

La limpieza superficial tiene como objetivo el eliminar las impurezas residuales de las fibras o refuerzos, estas impurezas pueden presentarse durante la fabricación de los refuerzos ya que en muchos casos las fibras vírgenes contienen recubrimientos delgados para su protección que suelen interferir con el acoplamiento de estas a la matriz o para eliminar residuos de grasa o cualquier otro contaminante.

En particular los métodos para eliminar recubrimiento de resina epóxica dada su resistencia a la disolución química incluyen dos categorías:

- Disolventes orgánicos
- Termólisis en atmósfera inerte

1.4. FUNCIONALIZACIÓN

El grado de adhesión interfacial entre los refuerzos y la matriz es crítica en la resistencia estructural del material compuesto. La fuerza de adhesión entre ellas es necesaria para transferir las cargas aplicadas, las interacciones moleculares y físicas de los materiales pueden mejorar mediante una funcionalización, que no es más que agregar mediante métodos químicos un agente acoplante a los refuerzos del compuesto, el cual crea un puente de anclaje entre las moléculas de los refuerzos y la matriz, en el caso de la resina epóxica y fibra de carbono la funcionalización con mejores resultados es con silanos (Cevdet Kaynak, 2003) ⁸, los cuales son un monómero a base de silicio que contiene una molécula con cuatro constituyentes. Dado que el silicio está en la misma familia -

Que el carbono en la tabla periódica también es capaz de formar enlaces covalentes con los otros cuatro átomos. Los silanos que contienen al menos un átomo de carbono unido se llaman organosilanos.

El proceso de adición de un recubrimiento de silanos (R₃Si-) a una partícula o superficie se denomina silanización o a veces silación (Inc., 2013) ¹⁰.

1.5. ESFUERZO DE TENSIÓN

Esfuerzo: Es la resistencia interna que ofrece un área unitaria del material del que está hecho un miembro para una carga aplicada externa.

Esfuerzo Normal: Denotado por la letra griega sigma σ , en donde el esfuerzo actúa de manera perpendicular, o normal, a la sección transversal del miembro de carga.

Los esfuerzos normales pueden ser de compresión o de tensión.

Esfuerzo de Tensión: Esfuerzo que tiende a estirar al miembro y romper el material, representado en la figura 16. (Beer & E Rousell Johnston, 1993, 1982.; Beer & E Rousell Johnston, 1993, 1982.)⁵

$$\sigma^{ut} = \frac{P_{max}}{A}$$

σ^{ut} = Resistencia a la Tensión, Pa

P_{max} = Carga máxima, N

A = Sección transversal promedio, mm²

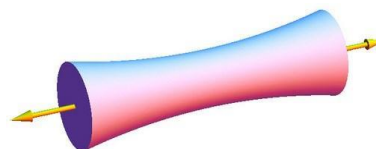


Figura 16 Esfuerzo de tensión

1.6. ESFUERZO DE FLEXIÓN MÁXIMO

Resistencia a la flexión, n - la tensión máxima en la superficie exterior de una muestra de prueba de flexión correspondiente a la fuerza aplicada en pico antes de la falla de flexión, ver figura 17.

Cuando un haz de material homogéneo y elástico se ensaya en flexión como una viga soportada simplemente en dos puntos y cargada en el punto medio, la tensión máxima en la superficie externa ocurre a mediados de la distancia. La tensión puede calcularse para cualquier punto de la curva de carga-deformación mediante la siguiente ecuación:

Módulo de flexión, n - la relación entre el rango de esfuerzo y el rango de deformación correspondiente para un espécimen de prueba cargado en flexión. (Beer & E Rousell Johnston, 1993, 1982)₅

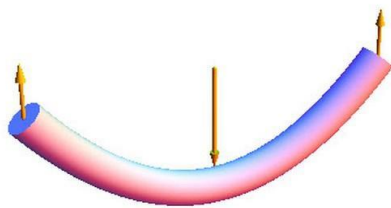


Figura 17 Esfuerzo de Flexión

$$\sigma = \frac{3LP}{2bh^2}$$

σ = Esfuerzo de flexión máximo, *psi*
 P = Carga máxima aplicada, *lbf*
 L = Separación entre apoyos, *in*
 b = Ancho de la probeta, *in*
 h = Espesor de la probeta, *in*²

1.7. ANÁLISIS DINÁMICO MECÁNICO (DMA)

El DMA (Dynamic Mechanical Analysis) es muy empleado para caracterizar las propiedades de los materiales, que cambian su comportamiento bajo condiciones dinámicas como una función de la temperatura, el tiempo, la frecuencia, el esfuerzo y los parámetros atmosféricos.

Las pruebas de DMA proporcionan información sobre el comportamiento visco-elástico de los materiales, tanto de la contribución elástica como de la viscosa.

Las curvas de DMA muestran el comportamiento del material compuesto en función de la temperatura, esto es importante ya que las cadenas poliméricas están en movimiento relativo constante y este movimiento depende de la temperatura.

El valor del módulo cambia con la temperatura y transición en los materiales. Esto incluye no solamente a la transición vítrea sino a otros ligeros cambios en el material, las regiones del comportamiento visco-elástico se pueden observar en la figura 18. (Nochebuena, 2012) ¹³

Región I

A temperaturas moderadas por debajo de la temperatura de transición vítrea T_g , el material exhibe una ligera cristalinidad en la matriz amorfa, el material es rígido con un aspecto vidrioso, debido a que hay muy pocos movimientos moleculares al azar y por lo tanto las moléculas- tienen menor tendencia a deslizarse unas con otras. Esta región consiste en regiones de cadenas alineadas, la deformación elástica proviene del estiramiento de la cadena del polímero. En estas regiones cristalinas la densidad del polímero es mayor, por lo que su movimiento molecular se reduce, esto da como resultado un aumento en las propiedades mecánicas como la rigidez y propiedades químicas como resistencia al solvente.

Región II

Cuando la temperatura es elevada ligeramente por encima de su T_g las cadenas del polímero tienen más libertad de movimiento para romper los enlaces secundarios, el orden cristalino es reducido, existen deslizamientos entre pequeños segmentos de la cadena del polímero, el primero exhibe un comportamiento gomoso y esto gradualmente cambia las propiedades disminuyendo su rigidez.

Región III

Al aumentar más la temperatura las cadenas entre si aumentan su deslizamiento de una manera más fácil, mostrando un comportamiento gomoso.

En los polímeros, a diferencia de los sólidos simples en donde se encuentra un punto definido de fusión a temperatura específica, esta transición es un rango y no un punto definido, mostrando una reducción gradual de las propiedades.

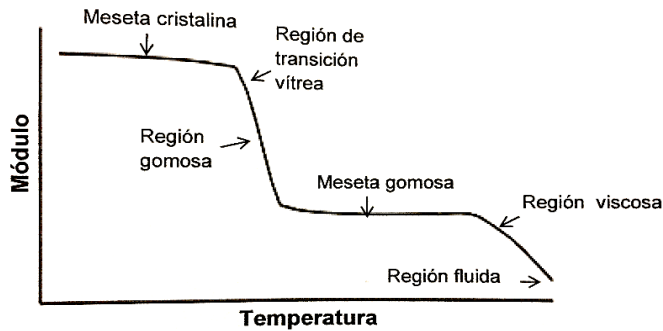


Figura 2.8. Regiones del comportamiento visco-elástico

Figura 18 Regiones de comportamiento Visco-Elástico

El comportamiento mecánico que tienen los polímeros denominado visco-elástico se debe a sus bajas fuerzas intermoleculares de atracción y al hecho de que las cadenas poliméricas tengan una alta flexibilidad, provocando que el módulo elástico de los polímeros dependa del tiempo y la temperatura. Una característica de los materiales visco-elásticos es que cuando mayor es la tendencia a la disipación de energía, mayor es la amortiguación de la oscilación inducida.

1.7.1. Geometría de la prueba.

La geometría seleccionada para un experimento es dictada por la naturaleza y tamaño de la muestra que va a ser analizada, así como su uso previo. Para trabajar con muestras de compuesto termoestables rígidos, se requiere de un proceso de polimerización, el modo de carga en el equipo de DMA es en flexión en tres puntos, mostrado en la figura 19.

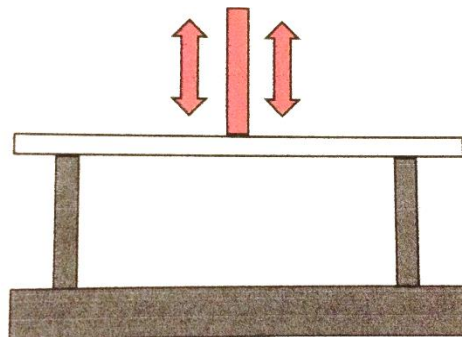


Figura 19 Modo de carga de DMA en tres puntos

1.7.2. Principios básicos del DMA.

Existen dos maneras básicas de cómo realizar mediciones experimentales de DMA:

1.- Deformación controlada. El estímulo es una deformación sinusoidal y la respuesta obtenida es una deformación sinusoidal.

$$\gamma = \gamma_o \text{sen}(\omega t) \qquad \sigma = \sigma_o \text{sen}(\omega t + \delta)$$

Donde:

γ = Deformación en un tiempo t

ω = Frecuencia de oscilación

γ_o = Deformación en el esfuerzo máximo

t = Tiempo

σ = Esfuerzo en un tiempo t

δ = Ángulo de fase entre esfuerzos y deformación

σ_o = Esfuerzo máximo

2.- Fuerza controlada. El estímulo es una fuerza sinusoidal y la respuesta es la deformación.

$$\sigma = \sigma_o \text{sen}(\omega t) \qquad \gamma = \gamma_o \text{sen}(\omega t + \delta)$$

1.2.6.1. Ángulo delta

El ángulo delta representa el desfase que existe entre la onda sinusoidal del estímulo y la respuesta.

En los materiales elásticos el estímulo y la respuesta están en fase y $\delta = 0^\circ$

En los materiales viscoso el estímulo y la respuesta están desfasados y $\delta = 90^\circ$

En los materiales viscoelásticos el desfase es intermedio y δ estará entre 0° y 90°

El módulo del material va a estar compuesto por la combinación de dos módulos:

1.7.3. Módulo de almacenamiento.

Es el módulo que se obtiene del cociente entre el esfuerzo que está en fase con la deformación y la deformación. Este está asociado con la energía almacenada en los enlaces del material. Como se muestra en la figura 20 b)

1.7.4. Módulo de pérdida.

Es el módulo que se obtiene del cociente entre el esfuerzo que está desfasado $\pi/2$ con la deformación y la deformación. Este está asociado con la disipación de energía por el material debido a movimientos internos y a fricción dando lugar a cambios configuracionales, giro de enlaces, entre otros. Esto se observa en la figura 20 c)

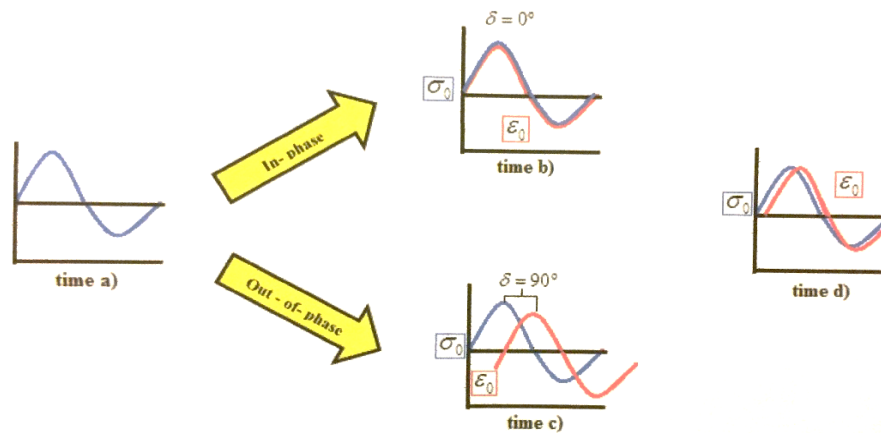


Figura 20 Respuesta de deformación de una muestra sujeta a esfuerzo oscilatorio senoidal.
b) Respuesta elástica c) Respuesta viscosa y d) Respuesta Visco elástica

1.7.5. Amortiguamiento o tangente delta

Es el cociente del módulo de pérdida y el módulo de almacenamiento. Es la disipación de energía en un material. Es una medida de la liberación de energía y este valor indica que tan bueno es el material para absorber energía. Varía con el estado del material, su temperatura y su frecuencia.

El equipo de DMA mide el ángulo de fase delta y la amplitud del pico para calcular el módulo, el damping y otras propiedades.

La capacidad de amortiguamiento de materiales convencionales ingenieriles no tiene generalmente suficiente energía de disipación para limitar la resonancia de vibración. Un ejemplo de gráficas de módulo de almacenamiento, pérdida y tangente delta se muestran en la figura 21.

Las aleaciones de aluminio y titanio de alta resistencia tienen menor amortiguamiento, que las de baja resistencia. Muchas estructuras convencionales tienen muchos recursos adicionales de disipación de energía como uniones soldadas y cojinetes. En aplicaciones espaciales debido a la ausencia de un gas o fluido circundante la amortiguación aerodinámica es esencialmente cero. Esto excluye un importante recurso de disipación de energía, especialmente en las estructuras delgadas.

Las principales fuentes de amortiguamiento interno de un material compuesto que aumenta el fenómeno visco-elástico están asociadas con la matriz y el deslizamiento relativo en la interface entre la matriz y el refuerzo. El amortiguamiento interno del refuerzo será influenciado por:

- Las propiedades y la proporción relativa de la matriz y el refuerzo en el compuesto (representado por la fracción de volumen del refuerzo).
- El tamaño de las inclusiones.
- La orientación de los refuerzos del material en el eje de la carga.
- El tratamiento superficial del refuerzo.

La carga y los factores ambientales, tales como amplitud, frecuencia y temperatura, pueden afectar el amortiguamiento. Los compuestos presentan generalmente mejor amortiguamiento (damping), que los materiales estructurales convencionales.

Un mecanismo de amortiguamiento es la disipación de energía en sitios de-laminados y/o agrietados. El amortiguamiento debido a una doble unión inter-facial, grietas y/o de-laminaciones no puede ser considerado en el diseño de estructuras, pero la medición de este, puede ser la base de una valiosa metodología de evaluación no destructiva. (Nochebuena, 2012) 13

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad \text{Amortiguamiento}$$

E' = Módulo de almacenamiento

E'' = Módulo de pérdida

ASTM D 7028-07ε1

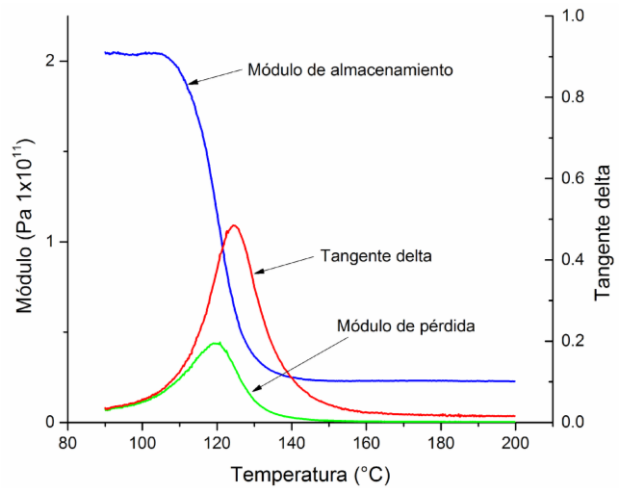


Figura 21 Gráficas de DMA.



CAPITULO II ESTADO DEL ARTE

MÉTODOS DE RECICLADO

Pimenta y Pinho en el 2011 analizaron diferentes métodos de reciclaje para compuestos de fibra de carbono con los trabajos de investigación más destacados hasta ese momento, obteniendo el grado de madurez de su desarrollo, sus ventajas y desventajas e hicieron una intercomparación de las propiedades mecánicas obtenidas sobre un filamento de fibra de carbono obtenido a partir de cada uno de los métodos de reciclaje analizados, el resumen de los resultados se encuentra en la tabla 4 donde se puede observar que el método químico es una opción potencial, ya que es posible obtener una alta retención de propiedades mecánicas en las fibras, especialmente en tensión y flexión donde solo tuvo un 2% de pérdida respecto a las propiedades de un filamento de fibra de carbono virgen (ver figura 22), la infraestructura requerida para su procesamiento es de carácter promedio de un laboratorio químico, la desventaja en la que el autor hace más énfasis es el alto residuo de matriz que permanece en las fibras, el cual puede provocar una reducción en la adhesión superficial de la de interface fibra-matriz, la comparación de las propiedades mecánicas de los filamentos de fibras se encuentra en la tabla 5.

Tabla 4 Análisis Principales Métodos de Reciclaje. (Soraia Pimenta, 2010) 18

Reciclado	Ventajas	Desventajas	Implementación	E
Químico	<ul style="list-style-type: none"> •Muy alta retención de propiedades mecánicas •Potencial en recolección de matriz •Infraestructura promedio LQ 	<ul style="list-style-type: none"> •Reducción de adhesión superficial (refuerzo-matriz) •Baja tolerancia a la contaminación de fibras •Posible impacto ambiental(algunos solventes peligrosos son usados). •Residuos de matriz en fibras 	<ul style="list-style-type: none"> •ATI (1994) •Nakagawa et al. (2009) •Hyde et al. (2006), •Pintero-Hernanz et al. (2008a,b), •Jiang et al. (2009) 	<ul style="list-style-type: none"> P P L L L
Cama de fluidos (Oxidación)	<ul style="list-style-type: none"> •Medianamente amigable c/aambiente •Baja presencia de residuos en fibra •Bien documentado 	<ul style="list-style-type: none"> •Infraestructura costosa •Reducción del esfuerzo de tensión 25%-50% •Degradación de la longitud de las fibras •Imposible recuperación de matriz •Fibras desalineadas 	<ul style="list-style-type: none"> •Kennerley et al. (1998), •Pickering et al.(2000), Yip et al. (2002), •Pickering (2006), •Jiang et al. (2007, 2008), •Wong et al. (2007b), •Turner et al. (2009) 	<ul style="list-style-type: none"> P
Mecánico	<ul style="list-style-type: none"> •Recolección de fibras y matriz •Ambientalmente amigable •Infraestructura promedio 	<ul style="list-style-type: none"> •Significante degradación de propiedades mec. •Espesores no constantes •Arquitectura de las fibras no constante 	<ul style="list-style-type: none"> •ECRC (2003) •Kouparitsas et al. (2002) •Takahashi et al. (2007) •Ogi et al. (2007) 	<ul style="list-style-type: none"> P L L L L
Pirólisis	<ul style="list-style-type: none"> •Alta retención de propiedades mecánica •Potencial en recolección de matriz •Infraestructura promedio LQ 	<ul style="list-style-type: none"> •Posible deposición de partículas quemadas en superficie de fibras •Alto impacto en la contaminación de las FC para reproceso •Ambientalmente peligroso (emisión de gases) 	<ul style="list-style-type: none"> •RCFL (2009) •JCMA (2006) •MIT-RCF (2010) •CFK (2007) •Karborek (1999) •Firebird (2005) •Firebird (2005) •HADEG (1995) 	<ul style="list-style-type: none"> C C C P P P L
P-Planta escala piloto L-laboratorio C-Planta comercial piloto				

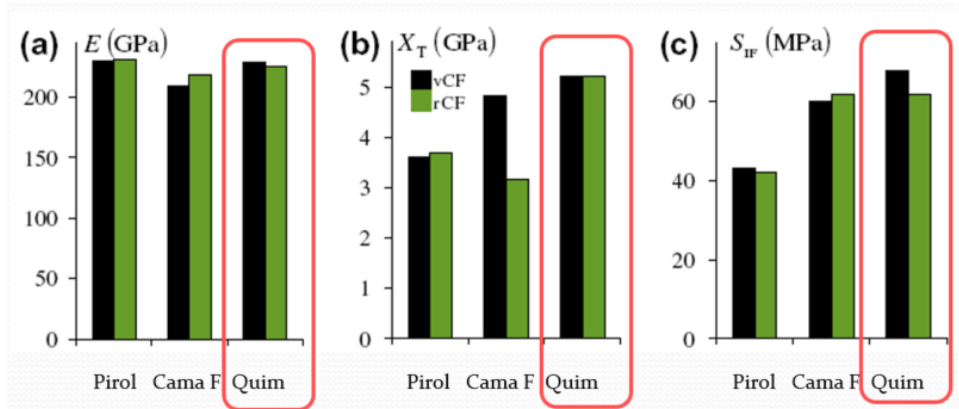


Figura 22 Comparativa de propiedades mecánicas de un filamento de FC reciclada (rCF) vs un filamento de FC virgen (vCF) por proceso de reciclado a) módulo de Young b) esfuerzo-tensión c) esfuerzo cortante.

Tabla 5 Propiedades mecánicas de fibras recicladas.

Proceso	Autor	E (GPa)	X (GPa)	S (MPa)
Pirolisis	RCFL (2009)c	231	3.69	42
	Meyer et al. (2009)		3.57	
	Karborek (1999)d	222	4.62	99
	Lester et al. (2004)	210	3.26	
Cama de fluidos	Jiang et al. (2008); Wong et al. (2007b)	218	3.18	62
Químico	Allred et al. (2001)		3.37	
	Pinero-Hernanz et al. (2008a)	205	4.00	
	Jiang et al. (2009)	225	5.20	62

LIMPIEZA SUPERFICIAL

Meng y Fan en el 2012 propusieron tres métodos de limpieza superficial a fibras de carbono vírgenes para obtener un incremento en las propiedades mecánicas de las fibras, las propiedades de resistencia a esfuerzo de tensión en un filamento de fibra de carbono (monofilamento) proveniente de cada uno de los métodos de limpieza y comparados con los resultados de un filamento de fibra virgen. Los métodos de limpieza consistían en el uso de soluciones con acetona e hidróxido de potasio a altas presiones y temperatura constante dentro de una autoclave, los resultados demostraron un incremento en la resistencia del esfuerzo de tensión (Tabla 6), con las desventajas de que es un método de alto riesgo de explosión, el equipamiento necesario es de alto costo además de encontrarse un daño superficial relativo en las fibras (Linghui Meng, 2012) ¹², las imágenes de las condiciones de los filamentos después de la limpieza superficial se muestran en la figura 23.

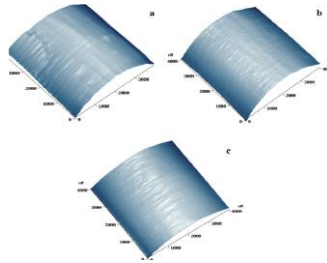


Figura 23 Imágenes superficiales con Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) Limpieza en Fibras: a) Con acetona a condiciones ambientales; b) Con acetona supercrítica; c) Con Hidróxido de potasio supercrítico. (Linghui Meng, 2012) ¹²

Tabla 6 Comparativa de Prueba de resistencia a Tensión en Monofilamento (Linghui Meng, 2012) ¹².

Especímenes	R_a	m	σ_0	Tensión (GPa)
No. 1-I	0.992	-6.23	3.79	4.68
No. 1-II	0.993	-6.15	3.81	4.54
No. 1-III	0.987	-5.74	3.56	4.52
No. 2-I	0.997	-8.29	6.21	3.53
No. 2-II	0.998	-7.77	5.73	3.60
No. 2-III	0.997	-8.41	6.36	3.50
No. 3-I	0.994	-6.48	4.17	4.31
No. 3-II	0.994	-7.49	4.76	4.43
No. 3-III	0.993	-8.08	5.24	4.30
No. 4-I	0.995	-5.03	3.59	3.66
No. 4-II	0.992	-5.30	3.67	3.82
No. 4-III	0.982	-4.96	3.62	3.55

Shi y Bau en el 2012 propusieron un método de limpieza en fibras recicladas de carbono y vidrio para obtener mejoras en el esfuerzo a flexión de un material compuesto re-manufacturado con estas fibras bajo el método de transferencia de resina asistida por vacío, los métodos de limpieza consistieron en sumergir las fibras en soluciones de acetona, jabón y N-methyl-2-pyrrolidinone, a diferentes condiciones de tempera y tiempo con la ayuda de un horno convencional, posteriormente fueron enjuagados en un baño ultrasónico. Los resultados de estos compuestos también fueron comparados con un compuesto de características similares pero hecho con fibras vírgenes, mostrando que las resistencias a la flexión de los compuestos de fibras recicladas y tratadas con limpieza superficial lograron alcanzar aproximadamente un 90% de la resistencia del compuesto de fibras vírgenes en el caso de la fibra de vidrio y de aproximadamente un 80% en el caso de las fibras de carbono. Los diferentes tratamientos se muestran en la tabla 7, las micrografías con imágenes de las condiciones superficiales de las fibras se observan en las figuras 24 y 25 y finalmente en las figuras 26 y 27 observamos la comparación de los resultados de la resistencia a flexión.

Tabla 7 Soluciones para Limpieza Superficial

Fibras Recicladas	Condiciones de tratamiento superficial		
	Solución	Temperatura	Tiempo
R-GFs	Acetona (Junsei Chemical, Japón)	Ambiente	4 horas
	Detergente (Kao, Japón)	Ambiente	24 horas
R-CF	Acetona (Junsei Chemical, Japón)	Ambiente	4 horas
	NMP (Kanto Chemical, Japón)	Ambiente	24 horas

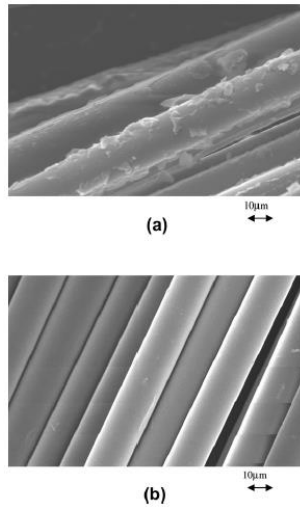


Figura 24 Comparativa de micrografías de las fibras a) Recicladas b) Vírgenes

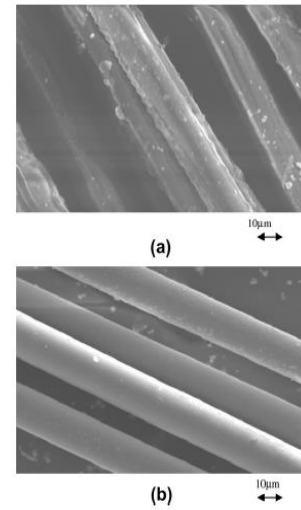


Figura 25 Comparativa de micrografías de las fibras recicladas con limpieza a) Detergente b) Acetona.

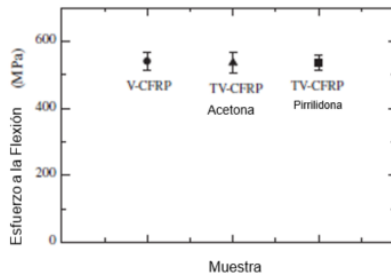


Figura 26 Resistencia a la flexión de Fibra de Carbono Virgen (V-CFRP) Virgen-Acetona (TV-CFRP) Virgen-Pirrilidona (TV-CFRP).

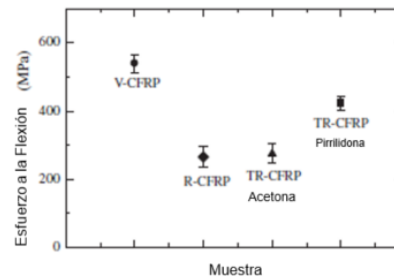


Figura 27 Resistencia a la flexión de Fibra de Carbono Virgen (V-CFRP) Reciclada (R-CFRP) Reciclada-Acetona (TR-CFRP) Reciclada-Pirrilidona (TV-CFRP).

FUNCIONALIZACIÓN

Diferentes estudios en nanotubos o nano partículas de carbono han demostrado atractivas posibilidades para desarrollar materiales compuestos ultrarresistentes, sin embargo para que estos nanotubos sean utilizados de manera correcta en los materiales compuestos es necesario que estos tengan un buen enlace químico con la matriz del compuesto, para lograr una transmisión efectiva de los esfuerzos.

Velasco y Martínez en el 2002 demostraron que a través del acoplamiento de silanos organofuncionales es posible unir químicamente dos materiales mediante enlaces o interacciones físicas aplicadas a nanotubos de carbono y que uno de los grupos de estos silanos organofuncionales puede ser cambiado (Metacrilo, glicidoxi, etc) a voluntad para adaptarlo con resultados similares dependiendo de la matriz polimérica utilizada (C Velasco-Santos, 2002)⁶.

En otro de sus estudios Velasco y Martínez en el 2011 analizaron la influencia que la silanización en nanotubos de Carbono produce en las propiedades termo-mecánicas de los nano compuestos que se forman con ellos, en su estudio evaluaron los resultados en la temperatura de transición vítrea y el módulo de almacenamiento de los nano compuestos, donde encontraron incrementos en ambos parámetro debido a la funcionalización, en su estudio también hacen mención a que en el caso de los nano compuestos de fibra de carbono con matriz epóxica el silano con mejor compatibilidad es el 3-GlycidoxypropyltrimethoxySilano (C Velasco-Santos, 2011)⁷, los resultados se puede apreciar en la tabla 8.

Tabla 8 Resultados del análisis mecánico dinámico (DMA) para tres muestras diferentes de Poly methyl methacrylate (PMMA) puro, PMMA con 1,0% en peso de uCNT no funcionalizados y 1,0% en peso de sCNT silanizados.

Muestra	E'(30°C) (GPa)	E'(90°C) (GPa)	Tg °C (Max Tang Delta)
Pmma1	1.24	3.9MPa	92
Pmma2	1.49	26MPa	100
101Pmma3	1.65	0.519	101
Pmma (prom)	1.46	0.183	97
uCNT Compuesto	2.41	1.25	105
uCNT Compuesto1	2.95	0.925	102
uCNT Compuesto2	3.30	1.94	110
uCNT (prom)	2.88	1.37	105
sCNT Compuesto	3.60	2.06	117
sCNT Compuesto1	4.06	2.55	123
sCNT Compuesto2	4.50	2.90	126
sCNT (prom)	3.87	2.50	122

En resumen los estudios previos en los cuales se soportará la presente investigación se concentran en la tabla 9.

Tabla 9 Resumen del Estado del Arte.

PROCESO	REFERENCIA	APORTACIÓN	OBSERVACIONES
Reciclaje de FC. (Peróxido de Hidrogeno acuoso)	•Pimenta, Soraia, Pinho Silvestre et al (2011) •Jiang et al. (2009)	Métodos de recuperación de fibra de carbono mediante separación química. Pruebas mecánicas sobre filamento.	•Muy alta retención de propiedades mec. Tensión -Flexión(-2% q f. virgen) •Infraestructura promedio LQ •Baja tolerancia a la contaminación de fibras •Residuos de matriz en fibras
Limpieza Superficial de FC (Detergente & Acetona)	Meng et al (2012)	Propone un método de Limpieza superficial de FC (virgen), para obtener un incremento en su resistencia a esfuerzo de flexión respecto a FC sin limpieza.	•Incremento en su resistencia a esfuerzo de flexión •Uso de equipo costoso (autoclave- Muy alta presión y temperatura - Riesgo de explosión •Daño relativo de superficie
Limpieza Superficial de FC (Acetona & N-methyl-2-Pyrrolidinone)	Shi-Bao-Kobayashi-Kato & Kemmochi et al (2012)	Método de Limpieza superficial de FC (reciclada), para obtener un incremento en sus propiedades mecánicas respecto a FCR sin limpieza.	• Incremento del esfuerzo de flexión respecto a fibra reciclada sin limpieza (30% mayor), alcanzando el 80% del valor de las fibras Virgenes
Funcionalización de nanotubos de carbono (3-GlycidoxypropyltrimethoxySilano (GPTMS)	Velasco, Martínez & Castaño. (2013)	Análisis de propiedades visco-elásticas de nanotubos de carbono con diferentes tipos de matriz.	•Compatible con matriz Epóxica •Incremento de la Temperatura de transición vítrea de 25°C (Silanizado al 25%)

CAPITULO III METODOLOGÍA

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La metodología empleada durante la experimentación consta de seis pasos principales que se muestran en la figura 28.

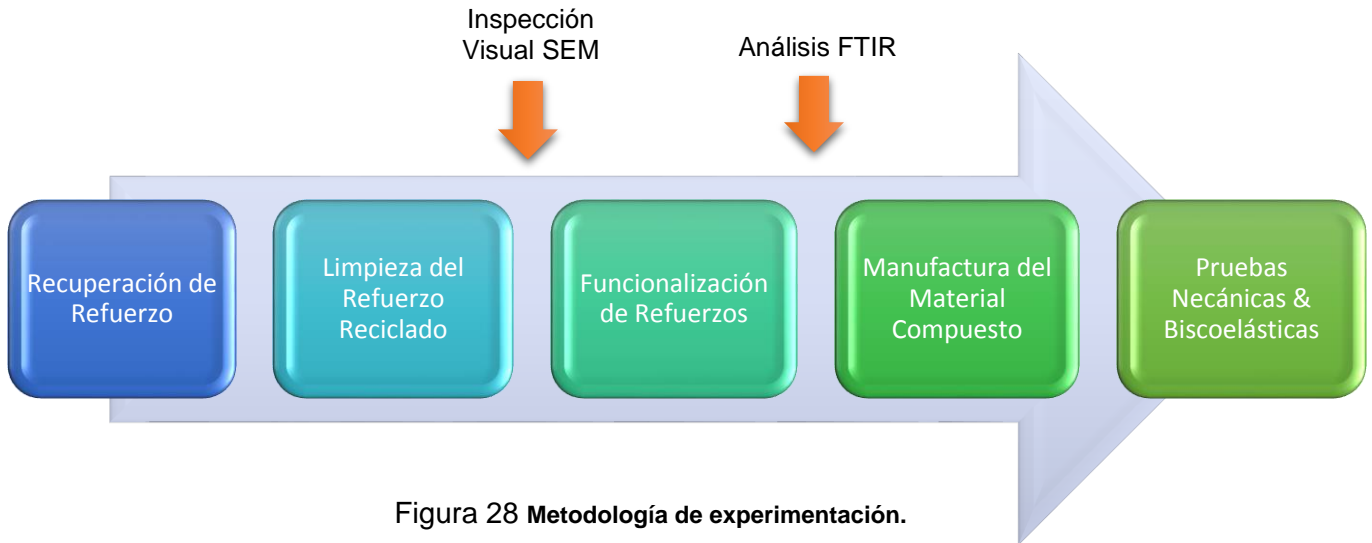
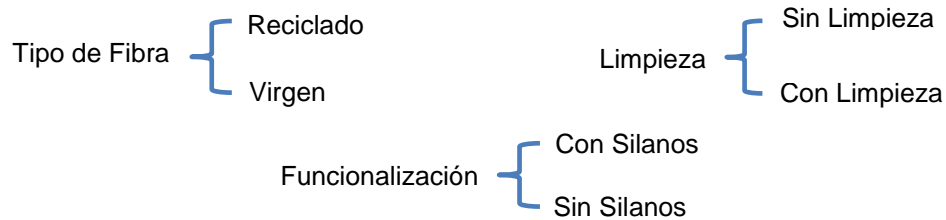


Figura 28 Metodología de experimentación.

Para el desarrollo experimental de esta investigación se consideraron las siguientes variables:

- Tipo de fibra.
- Limpieza superficial de la fibra.
- Funcionalización de la fibra.

Esquematizadas a continuación:



Las tablas 10 y 11 muestran la nomenclatura de las muestras, así como la planeación y combinaciones a realizarse en la manufactura de los compuestos

Tabla 10 Planeación - Combinaciones

CLASIFICACIONES		
Fibra	FR	Fibra Reciclada
	FV	Fibra Virgen
Limpieza	CL	Con Limpieza
	SL	Sin Limpieza
Funcionalización	CS	Con Silanizado
	SS	Sin Silanizado

Tabla 11 Nomenclatura de las muestras

COMBINACIONES	IDENTIFICACIÓN
FV_SL_CS	A
FV_SL_SS	B
FRE_SL_CS	C
FRE_SL_SS	D
FRE_CL_CS	E
FRE_CL_SS	F

Los resultados que serán analizados son en base a las pruebas mostradas en la tabla 12 y conceptualizados en la figura 29.

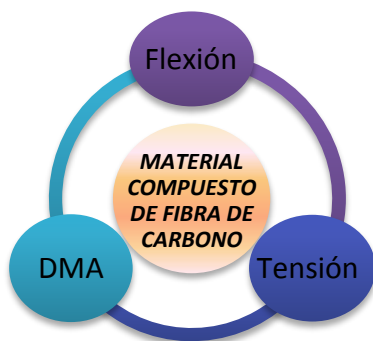


Figura 29 Resultados a analizar en los compuestos.

Tabla 12 Resultados a evaluar.

RESULTADOS DE PRUEBAS		
Mecánicas Visco elásticas	Tg	Pico tangente delta TM
	E''	Módulo de Pérdida y
	E'	Módulo de Almacenamiento
	T	Tensión
	F	Flexión

RECUPERACIÓN DEL REFUERZO

Material:

- I. Deshechos de pre-impregnados de fibra de carbono
- II. Material pre-impregnado de fibra de carbono virgen
- III. Acetona con grado al 99% de sigma-aldrich.
- IV. N-methyl-2-pyrrolidinone de sigma-aldrich.
- V. Matraces y parrillas de calentamiento
- VI. Campana de extracción

La fibra empleada para esta investigación fue donada por la empresa Bombardier Aerospace, tanto la fibra virgen como la reciclada. La fibra reciclada fue obtenida a partir del método de separación químico con peróxido de hidrógeno acuoso, dado que es un procedimiento rutinario para pruebas de aseguramiento de la calidad del contenido de fibra/resina en los compuestos, en la figura 30 observamos del lado izquierdo la fibra virgen y del lado derecho la fibra reciclada una vez que fue recuperada.



Figura 30 Deshechos de pre impregnados de fibra de carbono y fibra de carbono corta recuperada por método químico

LIMPIEZA DEL REFUERZO RECICLADO

Antes de efectuar la limpieza se analizaron las imágenes de fibras vírgenes y fibras recicladas con el microscopio electrónico de barrido SEM para tener un punto comparativo, estas imágenes se pueden observar en las figuras 31 y 32.



Figura 31 Microscopio electrónico de barrido SEM

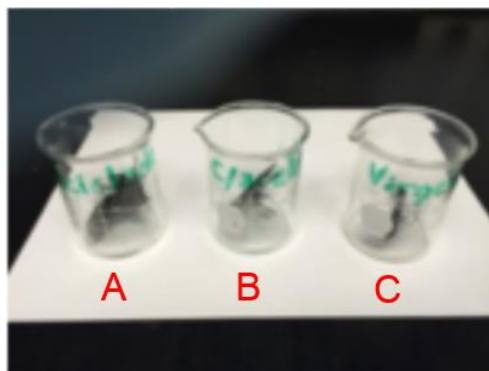


Figura 32 Muestras de fibras de carbono A- reciclada B-con limpieza C- virgen

Muestras de fibras para SEM, en la figura 33 observamos microscopías de fibras vírgenes y en la figura 34 de fibras recicladas

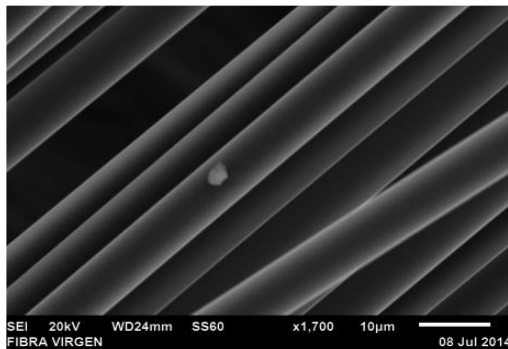


Figura 33 Fibra virgen

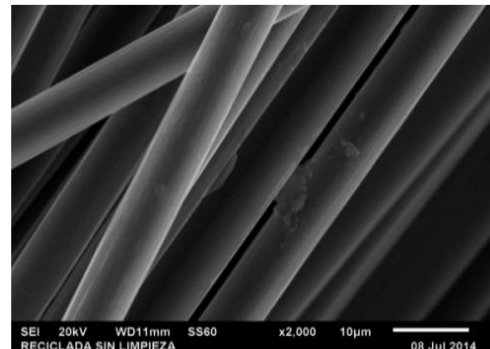
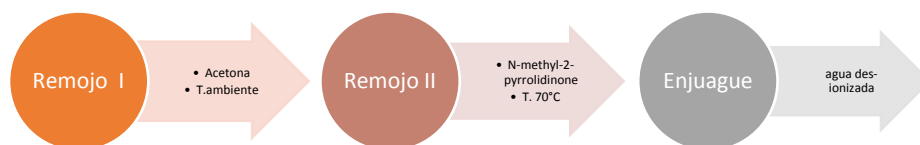


Figura 34 Fibra reciclada

Para asegurar una limpieza efectiva de las fibras recicladas, se evaluaron sus condiciones superficiales después de cada paso de limpieza definido en base a los procedimientos encontrados en el estado del arte, dependiendo de su estado se evaluó la necesidad de agregar métodos alternos complementarios para mejorar la eliminación de residuos contaminantes, tal fue el caso del uso de enjuagues extra que se especificarán más adelante, concluyendo que el proceso de limpieza con mejores resultados consta de tres etapas que son:



- Remojo I .- Las fibras recicladas fueron sumergidas en acetona a temperatura ambiente durante 5 días, permaneciendo en reposo con la solución dentro de un recipiente hermético, la selección de la acetona fue hecha en base al grado de disolución de la resina epóxica. En la figura 35 se observa el remojo de la fibra reciclada en la acetona.

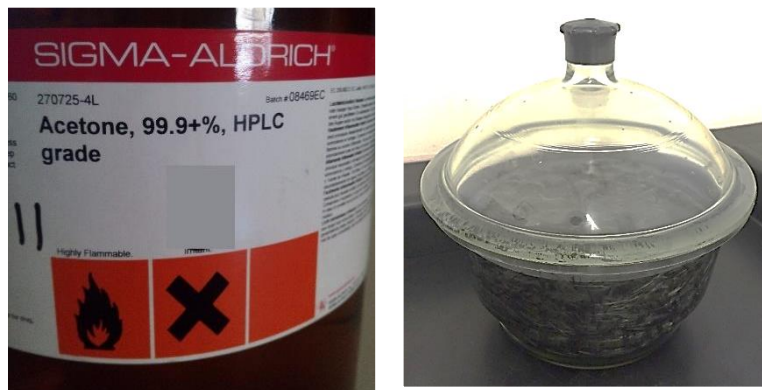


Figura 35 Fibra reciclada en remojo con acetona

- Remojo II .- Posteriormente las fibras se filtraron y fueron sumergidas en N-methyl-2-pyrrolidinone y colocadas en un horno a 70°C por 3 días, durante este proceso las condiciones fueron monitoreadas constantemente para evitar posibles accidentes, este paso se puede observar en la figura 36



Figura 36 Solución de N-methyl-2-pyrrolidinone y horno.

Después del segundo remojo, las fibras se filtraron y secaron a temperatura ambiente, tomando una muestra para observación en el microscopio electrónico de barrido, lo cual se muestra en las figuras 37 y 38.

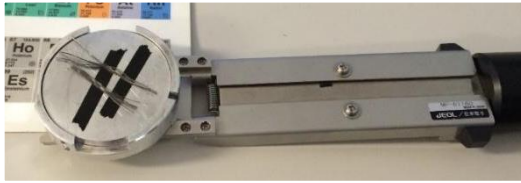


Figura 37 Muestra de fibras para observación en microscopio electrónico de barrido

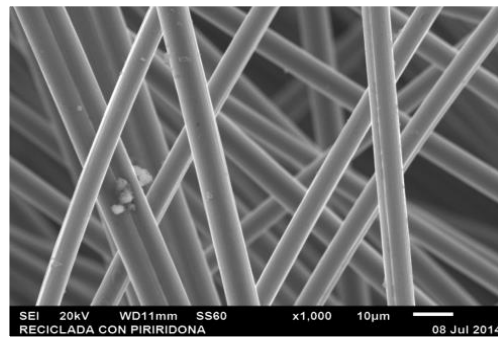


Figura 38 Fibras Recicladas después de limpieza con acetona & N-methyl-2-pyrrolidinone

Donde se observó que la resina residual pudo ser eliminada de las fibras, sin embargo parte de los químicos empleados durante la limpieza quedaron cristalizados sobre la superficie de las fibras, creando una posible afectación en el acoplamiento de las fibras con la nueva matriz, por lo que se buscó un método alternativo de enjuague para su eliminación.

Enjuague.- Después de ocho enjuagues con agua des-ionizada se logró eliminar los químicos residuales de la superficie de las fibras, corroborando que la matriz epóxica también se había eliminado correctamente y que los refuerzos se encontraban en buenas condiciones para su posterior funcionalización, ver figura 39.

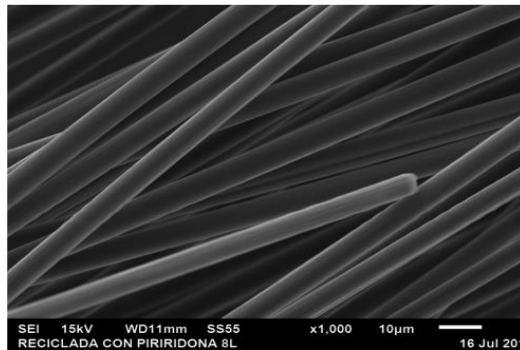


Figura 39 Fibras Recicladadas después de limpieza y enjuague con agua des-ionizada.

FUNCIONALIZACIÓN DE REFUERZOS

Material:

- I. Campana de extracción
- II. Mantilla de calentamiento con controladores
- III. Matraz de 3 bocas
- IV. Sistemas de enfriamiento
- V. Termómetros
- VI. Parrillas de calentamiento con agitación
- VII. Agitadores magnéticos
- VIII. Alcohol etílico absoluto anhidro
- IX. Silanos 3-GlycidoxypopyltrimethoxySilano (GPTMS) de aldrich corporation.
- X. Fibras a funcionalizar
- XI. Soporte universal con pinzas

La funcionalización de los refuerzos de carbono se realizó en una proporción de 2.5 ml de silanos diluidos en alcohol etílico absoluto por cada 5gr de fibras.

El sistema de calentamiento fue armado en la campana de extracción con las parrillas de calentamiento para mantener un arreglo de reflujo a $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, asistido con agitación durante 3 horas, el arreglo puede observarse en la figura 40, la colocación de los químicos se observa en la figura 41.



Figura 40 Arreglo de sistema de reflujo.



Figura 41 Inyección de diluciones de alcohol etílico y silanos para la funcionalización de las fibras.

Repetiendo este proceso para los diferentes tipos de fibras previamente elegidas para funcionalizar:

- | | | |
|--------------|-----|------------------------------|
| a) FV_SL_CS | [A] | Fibra virgen sin limpieza |
| b) FRE_SL_CS | [C] | Fibra reciclada sin limpieza |
| c) FRE_CL_CS | [E] | Fibra reciclada con limpieza |

Posterior a esto las fibras funcionalizadas fueron separadas y secadas a temperatura ambiente.

MANUFACTURA DEL MATERIAL COMPUESTO

Material:

- I. Molde (2 placas de acero con caras planas rectificadas para control de superficie).
- II. Regletas guía para control de espesor (espesor = 3mm)
- III. Fibras de carbón cortas (\approx 3cm) con los diferentes tratamientos definidos en tabla 12).
- IV. Resina epóxica de ARZEN No.85-1
- V. Endurecedor de ARZEN #85-1C
- VI. Desmoldante
- VII. Cinta de sellado para vacío (Butilo)
- VIII. Papel teflón para bolsa de vacío.
- IX. Papel teflón perforado.
- X. Tela desmoldante
- XI. Tela de respiración para vacío y absorción de resina.
- XII. Sistema de vacío
- XIII. Horno

Los pasos que se siguieron en la manufactura del compuesto reciclado son:

1. Las superficies del molde se limpiaron con acetona y espátula para remover contaminantes o residuos, se delimitó el área del compuesto a manufacturar mediante la asistencia de reglas con espesor controlado, se colocó cinta de butilo en el contorno del molde la cual ayudó con el sistema de vacío en pasos futuros, las superficies del molde se cubrieron con desmoldante por su cara herramienta; la preparación del molde puede observarse en la figura 42.

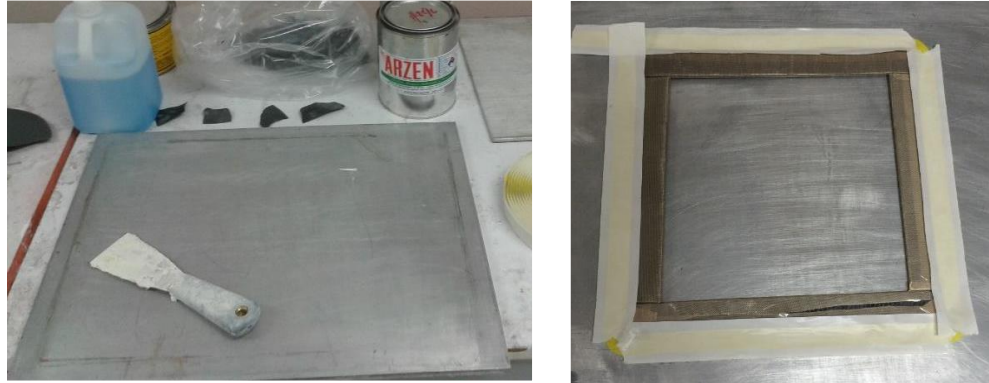


Figura 42 Preparación de molde (limpieza y definición de área para manufactura.)

2. Preparación de la mezcla del compuesto; se preparó la matriz con la resina epóxica y el endurecedor en las proporciones recomendadas por el fabricante, agregando a esta mezcla las fibras de carbono previamente pesadas para lograr un proporción de 50/50, en la figura 43 se muestran la matriz con su catalizador, así como el pesado de los refuerzos.



Figura 43 Preparación de la mezcla del compuesto

3. Arreglo en molde; se colocó la mezcla en el molde con la asistencia de un agitador de cristal para ocupar todos los espacios del molde y evitar la formación de huecos de aire. Ver figura 44.



Figura 44 Vaciado de la mezcla del compuesto en el molde.

4. Colocación de consumibles; se apilaron los consumibles con el siguiente arreglo, ver figura 45:

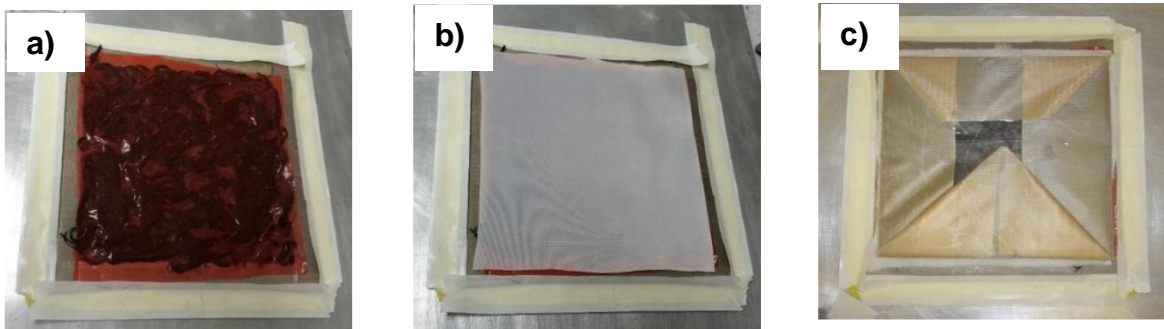


Figura 45 Apilado de consumibles, papel teflón perforado sobre el compuesto no curado (a), tela de respiración (b), contramolde superior forrado con tela desmoldante para su remoción una vez curado el compuesto (c).

5. Colocación de sistema de vacío y curado, el sistema de vacío se colocó con el siguiente arreglo: Tela de respiración para vacío y absorción de resina, válvula de vacío, papel teflón para vacío, este se unió con la cinta de butílo. Al finalizar se conectó la bomba de vacío y se hizo prueba de fuga, ver figura 46.

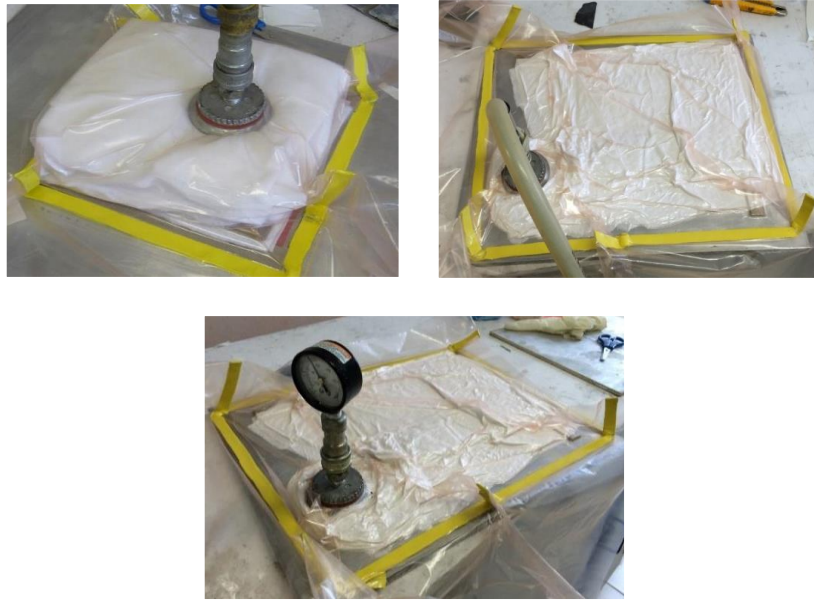


Figura 46 Arreglo de sistema de vacío.

Posteriormente el compuesto en el molde fue colocado en el horno a temperatura de 70°C durante 3 hrs. transcurrido el tiempo se procedió a desmoldar el compuesto reciclado, ver figura 47.



Figura 47 Compuesto curado.

TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

3.1. ANÁLISIS DE LOS REFUERZOS.

3.1.1. Análisis de espectroscopia infrarroja FTIR.

Con el fin de evaluar que los refuerzos se funcionalizaran adecuadamente se realizaron pruebas de FTIR a los diferentes tratamientos de ellos, los cuales fueron seleccionados aleatoriamente. El equipo utilizado fue un Bruker, Tensor 37-ATR, programado con los siguientes parámetros: **32 escaneos, resolución 1 cm⁻¹. 4000-400 cm⁻¹**. En la figura 48 se puede observar el equipo de FTIR

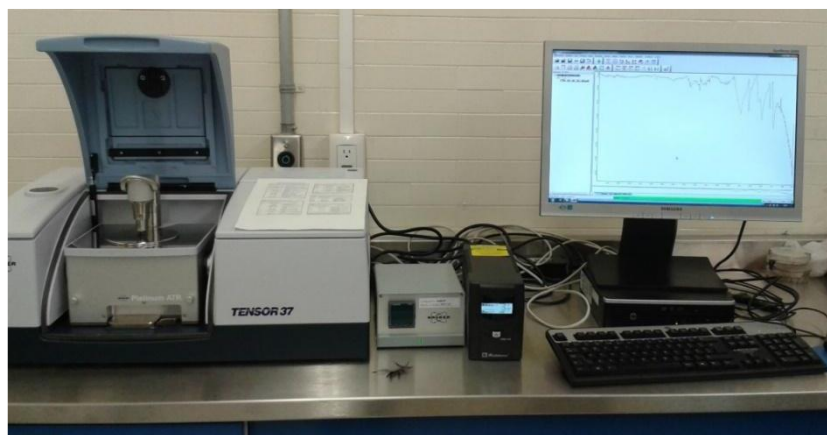


Figura 48 Equipo FTIR de Bruker

3.2. ANÁLISIS DEL COMPUESTO.

3.2.1. Preparativos e identificación de las probetas.

Una vez obtenido el compuesto, se prepararon las probetas para los diferentes tipos de pruebas con ayuda de la sierra de diamante y la pulidora, homogeneizando las dimensiones de cada probeta en base a las normas ASTM D7264 – 07 (Esfuerzo de flexión), ASTM D3039_D3039M-14 (Esfuerzo de tensión), ASTM D7028-07ε1 (Pruebas dinámico mecánicas) las normas se encuentran en el anexo de esta tesis, posteriormente las probetas se acondicionaron en el horno a 70°C durante 5 horas, al final se colocaron en un desecador para evitar absorción de humedad hasta llegar a temperatura ambiente y se identificaron para garantizar la trazabilidad en los resultados. La cinta y las probetas pueden observarse en la figura 50.

3.2.2. Pruebas de flexión.

Las pruebas de resistencia a flexión en tres puntos se llevan a cabo en repeticiones de dos muestras para cada tratamiento y con una relación de espesor y distancia entre apoyos de 1:16 (ASTM, Standar test method for flexural properties of polymer materials composite materials, 2015)⁴, quedando las dimensiones de la probeta como se muestran en la tabla 13.

Tabla 13 Dimensiones en mm de las probetas de flexión en tres puntos.

FLEXIÓN					
	Probeta ID	Ancho (mm), b	Espesor (mm), h	Área (mm ²)	Incremento del espesor
1. FV-SL-SS	1	13.62	3.70	50.36	0.55
	3	13.96	3.87	53.98	0.77
2. FR-SL-SS	1	13.69	4.34	59.43	0.71
	2	14.34	4.63	66.44	1.59
3. FR-CL-SS	2	14.38	3.81	54.81	0.70
	3	14.91	3.38	50.43	1.00
4. FV-SL-CS	3	14.22	3.30	46.86	2.46
	4	14.09	5.05	71.16	1.19
5. FR-CL-CS	3	14.73	4.09	60.19	0.86
	4	14.35	4.87	69.92	0.25
6. FR-SL-CS	1	13.54	5.19	70.29	0.92
	3	12.98	4.82	62.52	1.97

La prueba fue realizada basándose en la norma ASTM D 7264 – 07 (la norma se encuentra en el anexo de esta tesis), usando la máquina Instron como se aprecia en la figura 49.

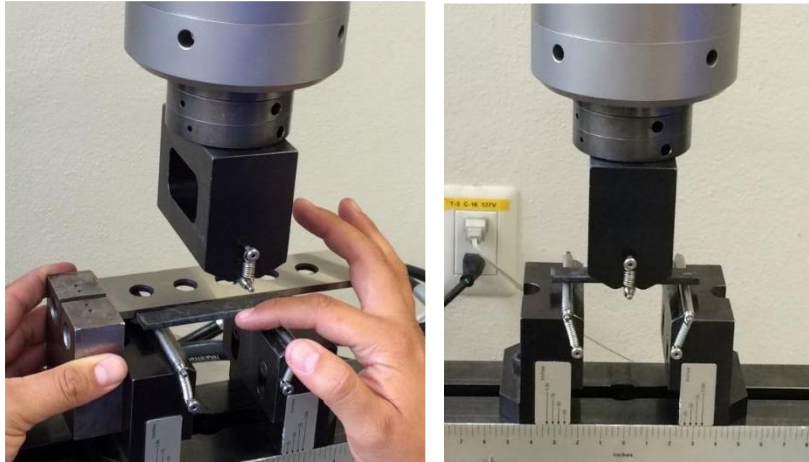


Figura 49 Acomodo de probetas con respecto al rodillo central de aplicación de fuerza.

Posteriormente se aplicaron las cargas hasta romper la probeta para obtener la carga máxima.

3.2.3. Pruebas de tensión.

Las pruebas de tensión se realizaron empleando la máquina MTS-810. El ensayo consistió en colocar la probeta fija a sus extremos y alineada con el eje de tracción de la máquina, con la que se aplicó carga de fuerza a tracción sobre la probeta hasta romperla (ASTM, Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials, 2004)₂. El acomodo y alineación de las probetas se puede observar en la figura 50, las dimensiones de las probetas usadas se encuentran en la tabla 14.



Figura 50 Alineación de probetas con respecto a mordazas de cabezales en MTS.

Tabla 14 Dimensiones de probetas para Tensión.

Tabla 14 Dimensiones en mm de las probetas de Tensión. TENSIÓN					
	Probeta ID	Ancho (mm)	Espesor (mm)	área (mm ²)	Incremento del espesor
1. FV-SL-SS	1	13.45	3.67	49.29	0.67
	2	14.63	3.62	53.01	0.65
2. FR-SL-SS	2	14.18	4.13	58.59	2.15
	3	14.45	3.98	57.54	2.52
3. FR-CL-SS	2	14.91	4.75	70.75	0.67
	3	14.69	4.20	61.71	1.13
4. FV-SL-CS	1	14.20	4.61	65.51	2.89
	2	14.77	5.04	74.40	1.10
5. FR-CL-CS	1	13.98	4.39	61.41	1.17
	3	15.07	3.61	54.37	1.82
6. FR-SL-CS	2	14.54	3.94	57.27	2.19
	3	14.21	4.77	67.82	2.54

3.2.4. Pruebas de DMA (Dinamic Mechanical Analysis).

Las pruebas dinámico mecánicas se realizaron empleando un equipo DMA 8000 Perkin Elmer en el modo de flexión en tres puntos (ver figura 51), realizando la prueba a tres probetas por cada tratamiento (ASTM, Standar test metod for glass transition temperature (dma Tg) of polymer matrix composite by dynamic mechanical analysis., 2007)₃, las dimensiones de las probetas quedaron como lo muestra la tabla 15.

Tabla 15 Dimensiones en mm de las probetas para DMA.

PRUEBAS DINÁMICO MECÁNICAS DMA				
	Probeta ID	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Largo (mm)
1. FV-SL-SS	1	10.53	3.25	45.09
	2	10.60	3.12	43.44
	3	11.62	3.14	44.39
2. FR-SL-SS	1	10.60	2.51	43.14
	2	10.62	2.61	42.57
	3	9.84	2.54	41.47
3. FR-CL-SS	1	10.59	3.10	45.15
	2	10.53	2.86	45.61
	4	10.72	3.17	45.92
4. FV-SL-CS	1	10.25	3.11	44.01
	3	10.46	3.51	45.12
	4	11.49	3.27	45.43
5. FR-CL-CS	1	9.90	3.18	45.51
	2	10.35	3.08	45.56
	4	10.33	3.31	44.54
6. FR-SL-CS	1	9.85	3.11	45.15
	2	10.52	3.26	44.96
	3	10.48	3.07	44.74

Antes de ser usadas las probetas, estas fueron acondicionadas durante 5 horas a 70°C para eliminar la humedad en ellas y posteriormente puestas a enfriar en un desecador.

Los parámetros de programación del equipo de DMA fueron los mostrados en la tabla 16.

Tabla 16 Parámetros de programación para DMA

Rango de temperatura de prueba	20-290°C
Velocidad de calentamiento	3 °C/m
Frecuencia	1 Hz
Amplitud de desplazamiento	0.02 mm
Modo de prueba	Flexión en tres puntos

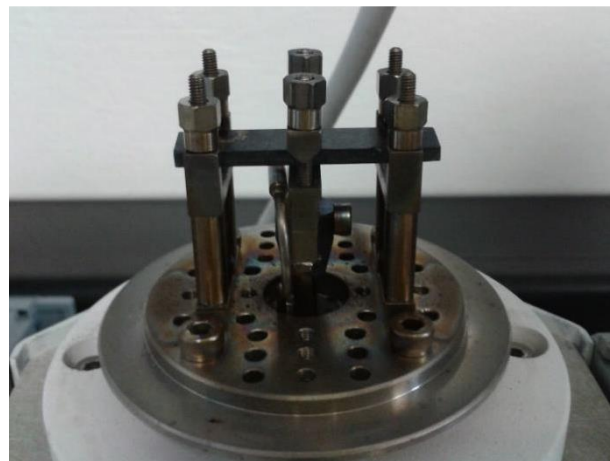
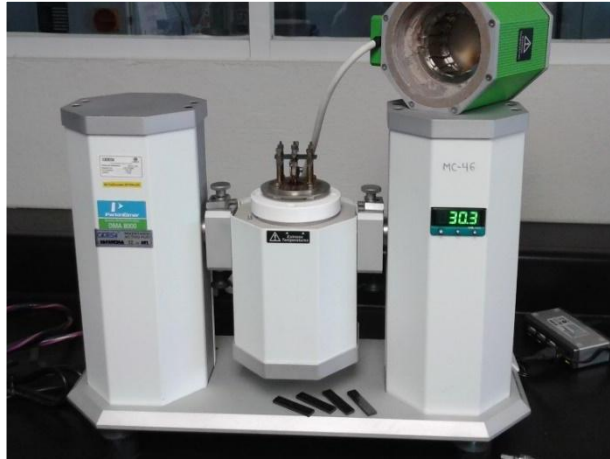


Figura 51 Equipo de DMA y acomodo de probeta en modo de flexión en tres puntos.

CAPITULO IV RESULTADOS Y CONCLUSIONES

RESULTADOS

4.1. RESULTADOS DE FTIR

La figura 52 muestra las gráficas resultantes de las pruebas de escaneo por Infra rojo (IR) realizadas a muestras de fibras con los diferentes tratamientos, el recuadro rojo muestra el rango de interés de valores con número de onda comprendidos entre 800 a 1500 cm^{-1} , el cual analizaremos con acercamientos en la tabla 17 para determinar lo que sucede en la zona Silicio Oxígeno Silicio.

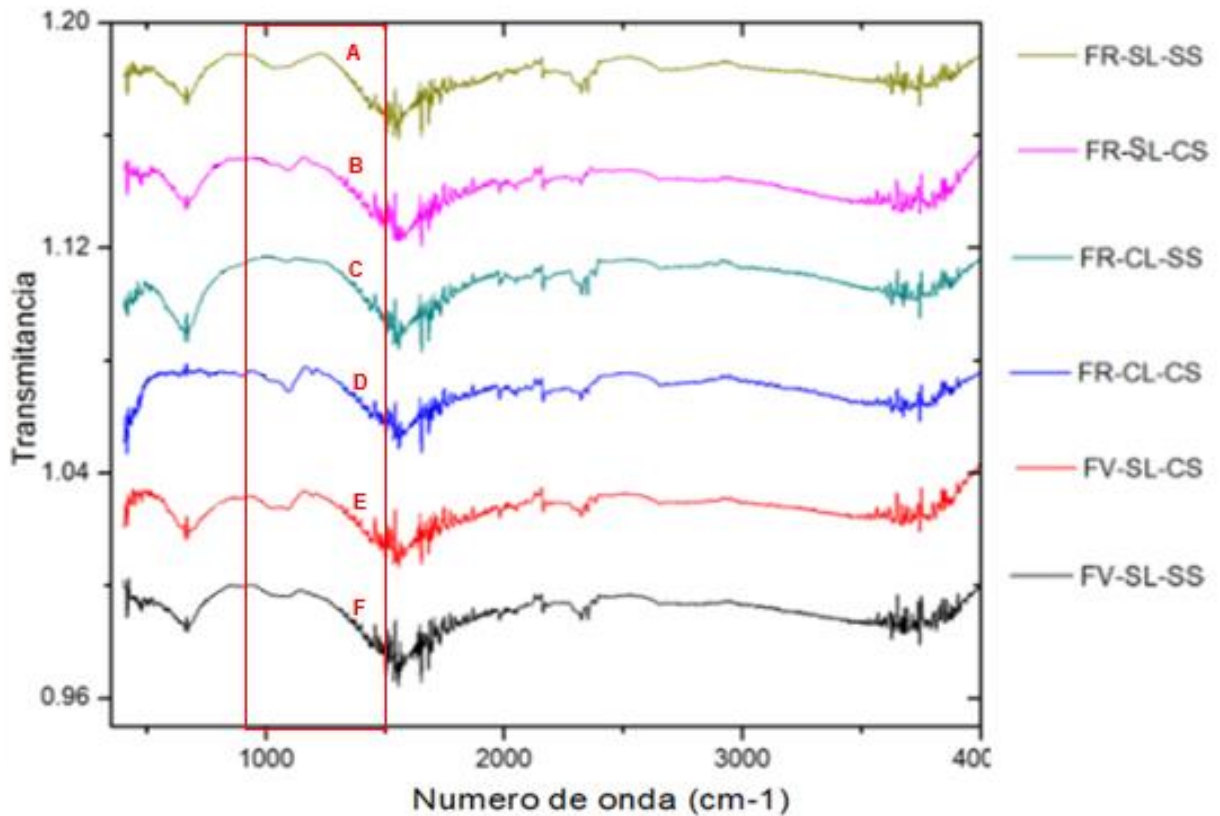
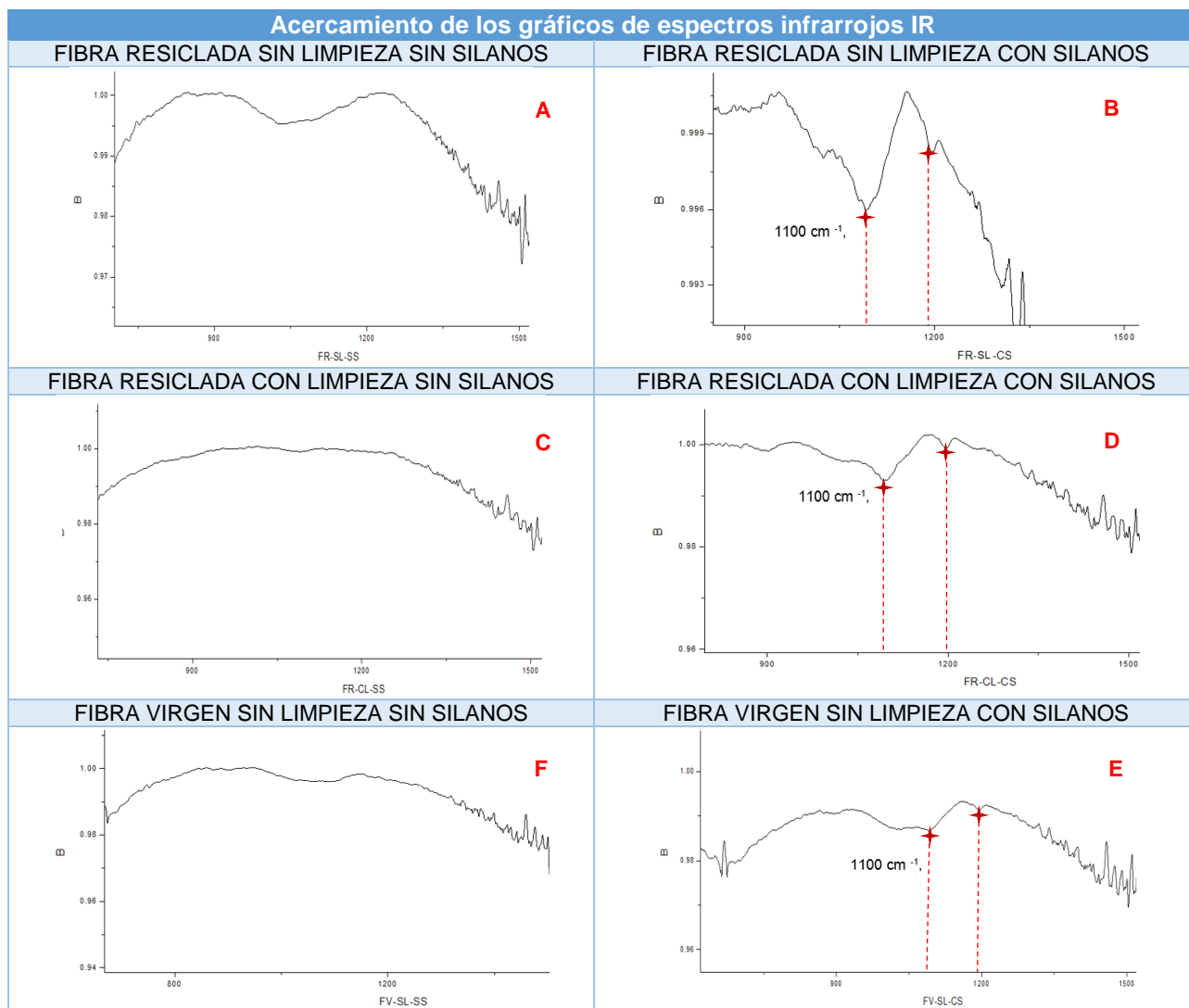


Figura 52 Gráfica de FTIR

Tabla 17 Acercamiento de los gráficos de espectros infrarrojos IR



En la tabla 17 podemos observar que para los casos de las fibras funcionalizadas con silanos (espectros B, D y E) es evidente la aparición de una banda con pico alrededor de los 1100 cm^{-1} , de acuerdo a la literatura (Coates, 2000), este pico se le asigna a la vibración de estiramiento del grupo funcional de los compuestos orgánicos de Silicio-Oxígeno (Si-O-Si / Si-O-C) y es el responsable principal de la silanización de las fibras, adicional a este pico se encuentra una banda de menor intensidad a localizado alrededor de 1250 cm^{-1} , el cual está asignado a la misma familia de los Órgano-Silanos (Si-CH_3), por lo que concluimos que el tratamiento de silanización fue llevado a acabo de manera efectiva.

4.2. RESULTADOS DE PRUEBAS DE TENSIÓN

En la tabla 18 se muestran los resultados de la resistencia a la tensión de los seis diferentes compuestos obtenida durante la experimentación con dos probetas ensayadas por cada tratamiento.

Tabla 18 Resultados de pruebas de tensión

	Probeta ID	Carga Max (N), P	Esfuerzo Max (MPa), σ	Promedio (Mpa), σ
1. FV-SL-SS	1	4385.66	89.07	78.0
	2	3545.49	66.86	
2. FR-SL-SS	2	2595.06	44.28	49.5
	3	3272.14	54.76	
3. FR-CL-SS	2	4392.77	62.18	60.1
	3	3575.91	57.98	
4. FV-SL-CS	1	2281.42	34.84	52.3
	2	3876.52	69.83	
5. FR-CL-CS	1	5005.93	81.54	72.9
	3	3483.70	64.19	
6. FR-SL-CS	2	2080.44	35.87	43.5
	3	3464.12	51.09	

La figura 53 muestra la comparativa de los promedios obtenidos del esfuerzo máximo a tensión de los seis diferentes compuestos con sus respectivos tratamientos y el error calculado.

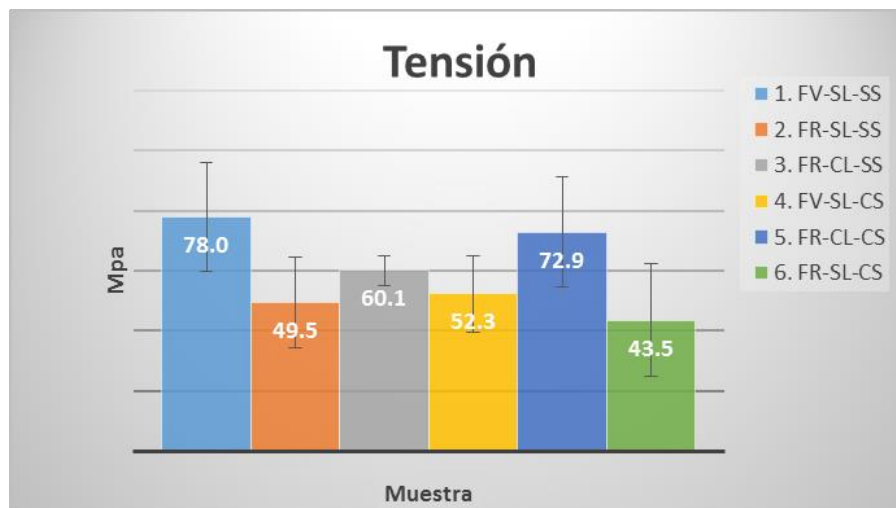


Figura 53 Esfuerzo de tensión.

Como podemos observar el esfuerzo resulta mayor siempre para el compuesto manufacturado con fibra virgen y menor para el de fibra reciclada sin tratamiento, sin embargo tenemos una serie de mejoras al aplicar los tratamientos químicos a las fibras (limpieza y funcionalización), en el caso del compuesto con fibras recicladas y tratadas con ambos procesos el esfuerzo quedó con un resultado muy cercano al obtenido con el de fibras vírgenes (93%), también es evidente que con la simple limpieza de las fibras recicladas es posible lograr un incremento de hasta el 13% en su resistencia a tensión con respecto a las fibras recicladas sin tratamiento, por último observamos que el tratamiento de silanización sin una previa limpieza de las fibras tiene resultados contraproducentes en las propiedades del compuesto ya que en lugar de incrementar la resistencia a la tensión esta se ve reducida con respecto a la del manufacturado con fibras sin tratamiento, esto aplica tanto con las fibras vírgenes como recicladas.

4.3. RESULTADOS DE PRUEBAS DE FLEXIÓN

La tabla 19 muestra la resistencia a la tensión de los seis diferentes compuestos obtenidos durante la experimentación con dos probetas ensayadas por cada tratamiento.

Tabla 19 Resultados de pruebas de flexión

	Probeta ID	Carga Max (N), P	Esfuerzo Max (MPa), σ	Promedio (Mpa), σ
1. FV-SL-SS	1	317.33	255.69	314.7
	3	520.04	373.81	
2. FR-SL-SS	1	395.61	229.94	229.3
	2	469.25	228.71	
3. FR-CL-SS	2	426.05	305.95	329.2
	3	400.65	352.42	
4. FV-SL-CS	3	375.92	365.04	418.5
	4	1130.67	471.88	
5. FR-CL-CS	3	564.87	344.55	400.6
	4	1037.00	456.56	
6. FR-SL-CS	1	419.48	172.49	169.6
	3	334.60	166.64	

La figura 54 muestra la comparación de los promedios obtenidos del esfuerzo máximo a flexión de los seis diferentes compuestos con sus respectivos tratamientos y el error calculado.

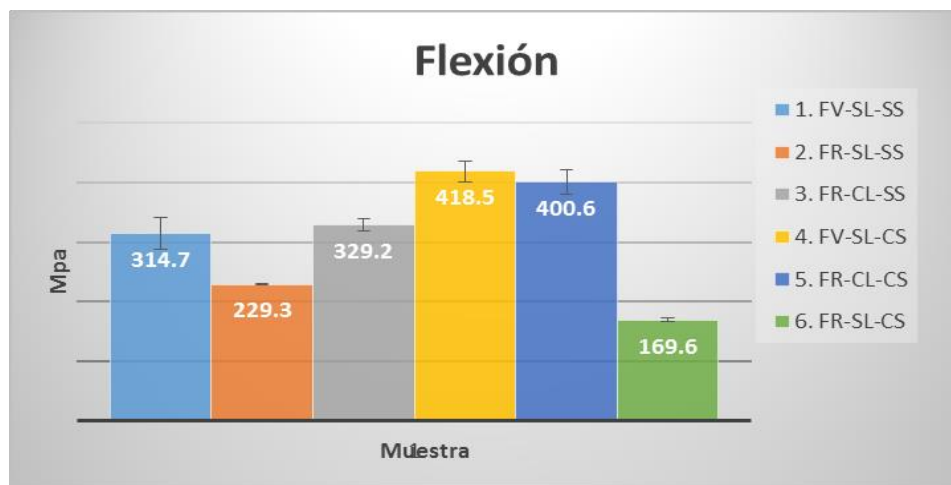


Figura 54 Esfuerzo de flexión.

En la figura 54 observamos una tendencia favorable al aplicar el tratamiento químico de funcionalización (silanizado) en casi todos los compuestos donde se utilizó, a excepción del manufacturado con fibra reciclada sin previa limpieza superficial en donde existe una reducción del esfuerzo a flexión, en el caso del compuesto con fibra reciclada sometida a ambos tratamientos químicos (limpieza y silanización) se observa una mejora considerable con respecto a la fibra reciclada sin tratar que supera los resultados en un 74% y respecto a la fibra virgen sin tratamientos también logró superar su resultado por un 27%; el tratamiento de silanizado por si solo también mostró un efecto favorable sobre la fibra virgen ayudándole a obtener el mejor resultado del estudio, superando el valor obtenido con el compuesto de fibra virgen sin tratamientos en un 32%, por último también se identificó que como en el mismo caso del esfuerzo a tensión el uso de los silanos en la fibra reciclada sin un previo tratamiento de limpieza resulta en una reducción de las propiedades del compuesto.

4.4. RESULTADOS DE PRUEBAS DINÁMICAS MECÁNICAS (DMA).

4.4.1. Resultados de Tg.

Se obtuvieron las curvas de tangente delta (o amortiguamiento) y del módulo de almacenamiento como resultado de las pruebas de DMA, esto para cada compuesto manufacturado con los diferentes tipos de fibras y sus respectivos tratamientos, los ensayos se efectuaron por triplicado.

En la figura 55 podemos observar las gráficas de la temperatura de transición vítrea de los seis diferentes tratamientos, tomando el promedio representativo de las tres repeticiones realizadas por cada tratamiento.

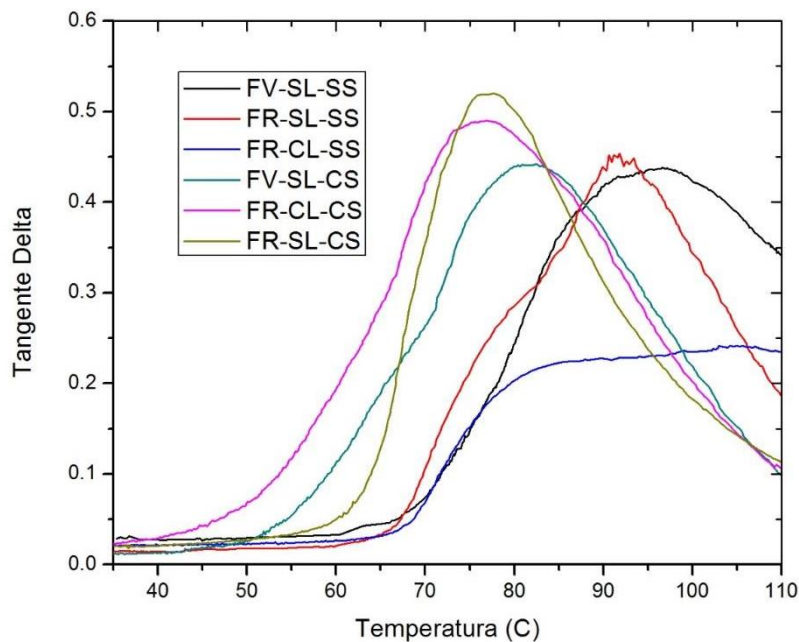


Figura 55 Tangente delta de los seis tratamientos

En el anexo I se muestran las gráficas individuales obtenidas de tangente delta Tg para los diferentes compuestos con sus tratamientos.

En esta gráfica podemos observar que el efecto del tratamiento con Silanos produce materiales con mayor estabilidad y homogeneidad en su comportamiento, además del incremento en los valores de la tangente delta, el cuál es un factor que nos permite tener una idea de la capacidad de -

los materiales para amortiguar o reducir las vibraciones provocadas por los esfuerzos inducidos durante la prueba mediante la absorción de energía, en especial en este caso en el cuál los valores de los compuestos manufacturados con fibras sin silanizar y los silanizados no tienen una gran diferencia que nos pudiera hacer pensar en una incorrecta interface entre la fibra y la matriz del material, dicho de otro modo al incrementar los valores de la tangente delta de los compuestos funcionalizados podemos esperar un aumento en la vida útil de los componentes en que serán empleados y a su vez mejorar la seguridad de los mismos, esto pese a que también observamos que la temperatura de transición vítrea de los materiales funcionalizados sufrió una leve degradación desplazándose a un valor promedio aproximado de 78°C, mientras que para los materiales sin funcionalizar se obtuvo un valor promedio de 85°C; Este último dato también deberá tomarse en cuenta para definir el rango de temperatura optima de funcionamiento de los materiales.

La tabla 20 contiene los valores de la temperatura máxima de transición vítrea y su promedio para los seis diferentes compuestos obtenidos durante la experimentación.

Tabla 20 Temperatura de transición vítrea Tg

	<i>PROBETA ID</i>	<i>T_G (°C)</i>	<i>PROMEDIO (°C)</i>
1. FV-SL-SS	1	82.5	88.50
	2	91.8	
	3	91.2	
2. FR-SL-SS	1	81.5	82.40
	2	83.4	
	3	82.3	
3. FR-CL-SS	1	93.6	83.67
	2	87.1	
	4	70.3	
4. FV-SL-CS	1	80.6	79.00
	3	81.3	
	4	75.1	
5. FR-CL-CS	1	82.1	77.17
	2	78.7	
	4	70.7	
6. FR-SL-CS	1	75.6	76.80
	2	77.4	
	3	77.4	

La comparativa de dichos promedios y su respectivo error calculado se muestran en la figura 56.



Figura 56 Comparativa de promedios prueba de Tg.

4.4.2. Módulo de almacenamiento.

La figura 57 muestra los resultados obtenidos en las gráficas de módulo de almacenamiento para los diferentes compuestos y sus tratamientos.

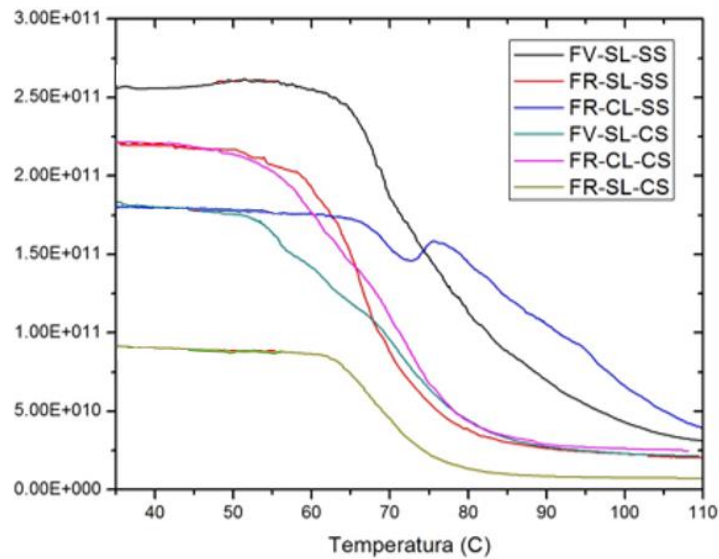


Figura 57 Módulo de almacenamiento

Como su nombre lo indica el módulo de almacenamiento representa el almacenamiento de energía del material al ser sometido a esfuerzos. Los movimientos de las fibras en el compuesto generan rozamiento o fricción de estas con la resina, si tenemos mayor fricción durante las pruebas, existirá mayor pérdida de energía y por ende mayor disipación de esta.

El resumen de los resultados se encuentra concentrado en la tabla 21.

Tabla 21 Resultados de pruebas mecánicas y viscoelásticas

COMPUESTOS Y TRATAMIENTOS	TENSIÓN (MPA)	FLEXIÓN (MPA)	T _G (°C)	M. ALMACEN (MPA)
1. FV-SL-SS	78.0	314.7	88.5	2.75E+11
2. FR-SL-SS	49.5	229.3	82.4	2.23E+11
3. FR-CL-SS	60.1	329.2	83.7	1.80E+11
4. FV-SL-CS	52.3	418.5	79.0	1.79E+11
5. FR-CL-CS	72.9	400.6	77.2	2.24E+11
6. FR-SL-CS	43.5	169.6	76.8	1.90E+10

De esta tabla podemos observar que del mismo modo que con la temperatura de transición vítrea el módulo de almacenamiento sufre degradación durante el procedimiento de reciclado de la resina, pero que este es mínimo, por lo que en determinado momento podría ser viable el uso de las fibras recicladas sin tratamientos, si el resto de los resultados de sus propiedades satisfacen los requerimientos para los que se pretende aplicar, observamos que el uso de la funcionalización en las fibras no es compatible sin antes pasar por el proceso de limpieza de las fibras ya que se obtienen valores menores a los de las fibras virgen y reciclada sin tratamientos, pese a ello la combinación de los dos tratamientos en las fibras (limpieza y funcionalización) presentan un resultado muy satisfactorio en el módulo de almacenamiento, ya que casi iguala el valor del compuesto de fibra virgen y del mismo modo que se mencionó en los resultados de la tangente delta la diferencia de valores en el módulo de almacenamiento es mínima y puede ser revertida con los efectos positivos en el amortiguamiento de las cargas del material.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

Resultaron ser viables y exitosos los tratamientos químicos de limpieza superficial y funcionalización con silanos aplicada a fibras de carbono cortas y recicladas, teniendo estas, buena compatibilidad con una nueva resina epóxica para implementarse en la manufactura de nuevos compuestos, se obtuvieron resultados favorables en la recuperación de las propiedades mecánicas. Los compuestos obtenidos tienen como principal aportación la protección del medio ambiente, motivando el reaprovechamiento de materiales de desecho para su aplicación por diferentes industrias como la automotriz o construcción, reduciendo así la sobreexplotación de las fuentes de recursos naturales.

Al evaluar el comportamiento estructural del material compuesto fabricado con fibra de carbono reciclada (FCR) y los dos tratamientos químicos empleados en el presente estudio, observamos una evidente mejoría en ambas respuestas mecánicas tensión y flexión, esto en comparación con los resultados obtenidos con el material compuesto con fibras de carbono vírgenes; en el caso de la tensión, el valor obtenido fue muy cercano al de la fibra virgen y el de la flexión tuvo incluso resultados superiores respecto a ella.

También observamos que con solo aplicar el tratamiento de limpieza superficial a las fibras recicladas, el compuesto que estas constituyen, obtiene un incremento de un 13% de su resistencia a la tensión con respecto al compuesto de fibras recicladas sin tratamiento, por lo que también puede ser un método viable dependiendo de las necesidades de uso en las que se emplee.

En el caso de la temperatura de transición vítrea, se observa que el rango de trabajo para los compuestos con fibras recicladas y tratadas bajo los métodos de estudio, se encuentra por debajo de los 76°C, este valor deberá ser tomado en cuenta como factor de seguridad durante el proceso de selección de materiales de un nuevo diseño.

El módulo de almacenamiento sufre una mínima degradación durante el procedimiento de reciclado de la resina, por lo que podría ser viable el uso de las fibras recicladas sin tratamientos si el resto de las propiedades satisfacen los requerimientos para los que se pretende aplicar, observamos que el uso de la funcionalización en las fibras no es compatible sin antes pasar por el proceso de limpieza de las mismas ya que se obtienen valores menores a los de las fibras virgen y reciclada sin tratamientos, pese a ello la combinación de los dos tratamientos en la fibras (limpieza y funcionalización) presentan resultados favorables en el módulo de almacenamiento, casi igualando el valor del compósito de fibra virgen, esta diferencia puede ser revertida con los efectos positivos que se ganan en el resto de las propiedades del material, además del incremento esperado en la capacidad de reducir vibraciones e incrementar la vida útil del material.

En los resultados del módulo de almacenamiento primeramente podemos observar que existe un comportamiento similar a lo largo de todas las pruebas, por lo que se concluye que son térmicamente estables; También observamos que en casi todos los casos existe una interface similar, las diferencias de disipación de energía resultaron mínimas para los diferentes compuestos, con pequeñas diferencias entre los manufacturados con fibras recicladas, las cuales disipan ligeramente más energía. Del mismo modo que con la temperatura de transición vítrea el módulo de almacenamiento sufre degradación durante el procedimiento de reciclado de la resina, e inclusive el mismo efecto de la funcionalización de la fibra sin reciclar puede ser no tan compatible sin antes pasar por el proceso de limpieza de las fibras, pese a ello la combinación de los dos tratamientos en la fibras (limpieza y funcionalización) presentan un resultado muy satisfactorio en el módulo de almacenamiento, ya que casi iguala el valor del compósito de fibra virgen y del mismo modo que se mencionó en los resultados de la tangente delta la diferencia de valores en el módulo de almacenamiento es mínima y puede ser revertida con los efectos positivos en el amortiguamiento de las cargas del material.

Otro factor a destacar es que se encontró que el control de la planicidad en las caras de las placas del compuesto, durante la manufactura, juega un papel muy importante en los resultados de las pruebas mecánicas, por lo que se recomienda considerar esta variable en futuros trabajos.

ANEXOS

ANEXO 1 Gráficas de DMA a compuestos con fibras vírgenes, sin proceso de limpieza y sin silanizar FV-SL-SS.

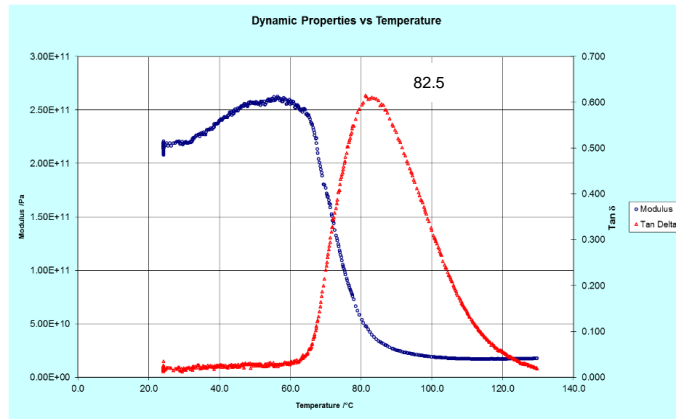


Figura 58 Gráfica de Tg FV-SL-SS-1

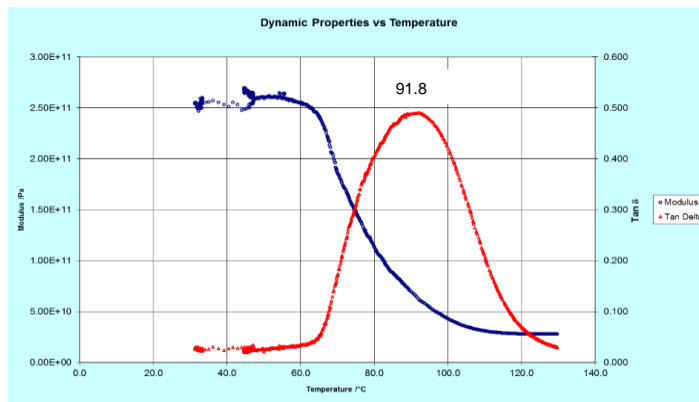


Figura 59 Gráfica de Tg FV-SL-SS-2

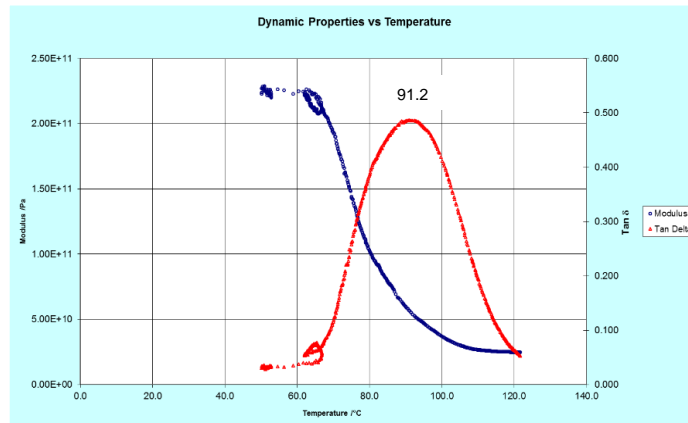


Figura 60 Gráfica de Tg FV-SL-SS-3

ANEXO 2 Gráficas de DMA a compuestos con fibras recicladas, sin proceso de limpieza y sin silanizar FR-SL-SS.

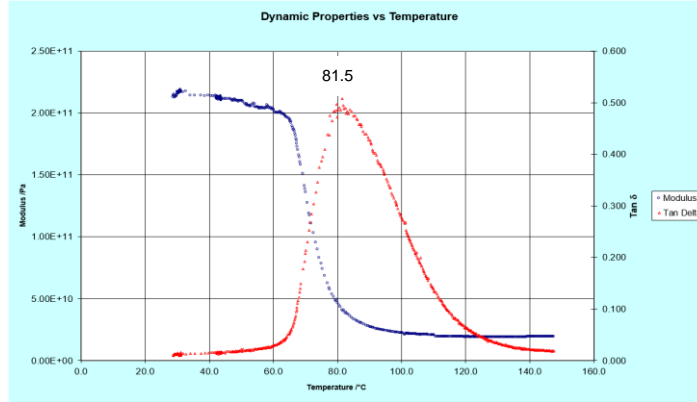


Figura 61 Gráfica de Tg FR-SL-SS-1

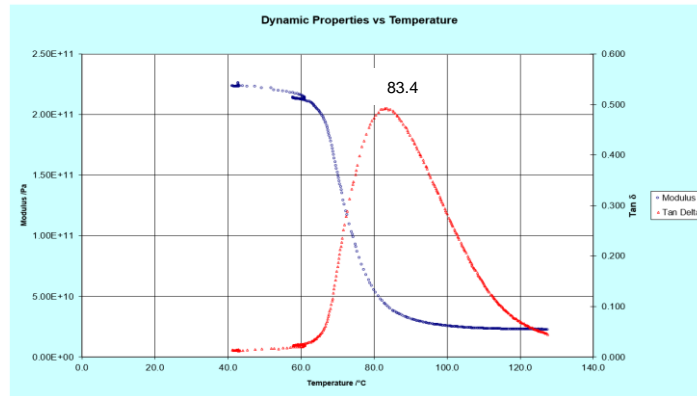


Figura 62 Gráfica de Tg FR-SL-SS-2

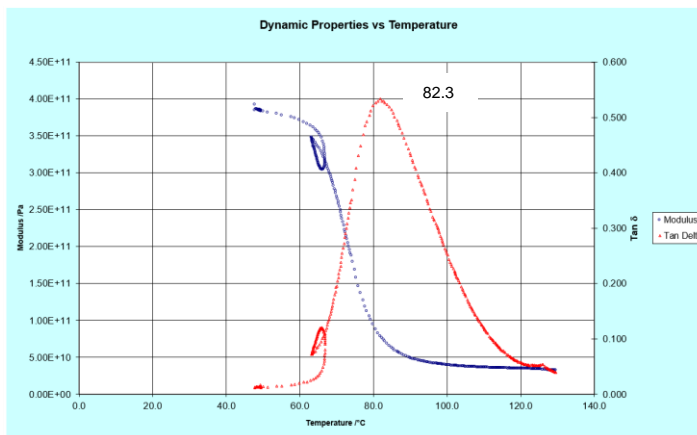


Figura 63 Gráfica de Tg FR-SL-SS-3

ANEXO 3 Gráficas de DMA a compuestos con fibras recicladas, con proceso de limpieza y sin silanizar FR-CL-SS.

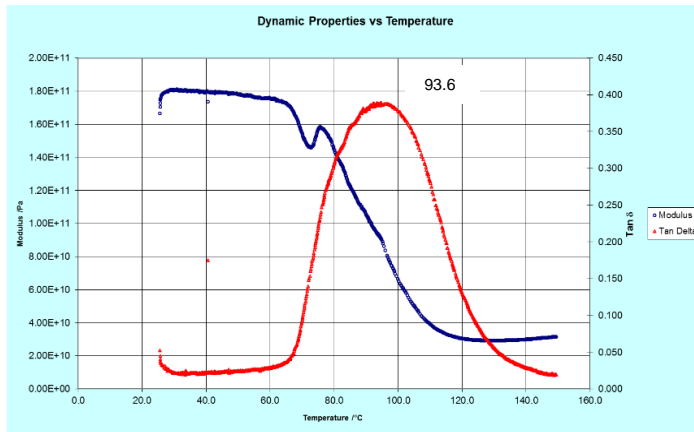


Figura 64 Gráfica de Tg FR-CL-SS-1

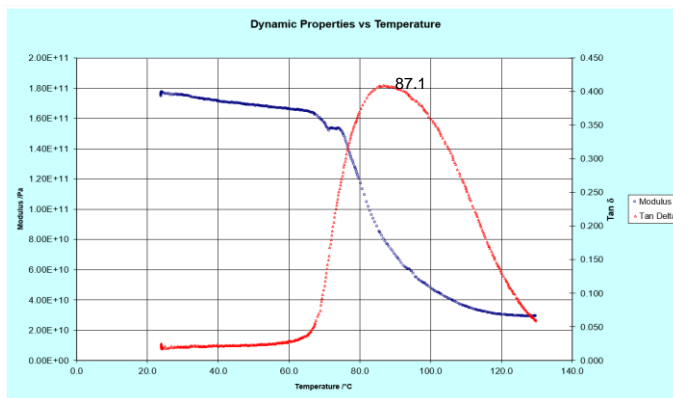


Figura 65 Gráfica de Tg FR-CL-SS-2

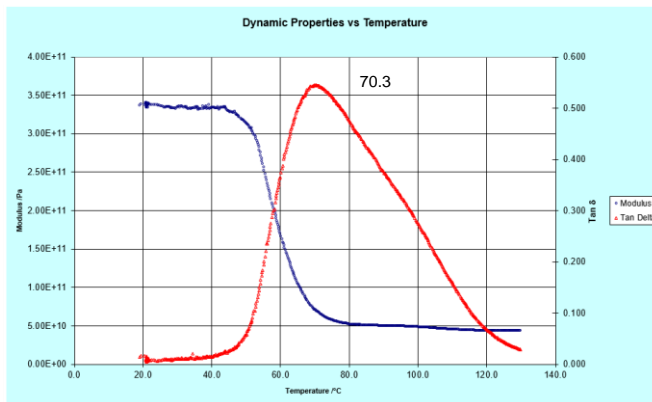


Figura 66 Gráfica de Tg FR-CL-SS-4

ANEXO 4 Gráficas de DMA a compuestos con fibras vírgenes, sin proceso de limpieza y con silanizado FV-SL-CS.

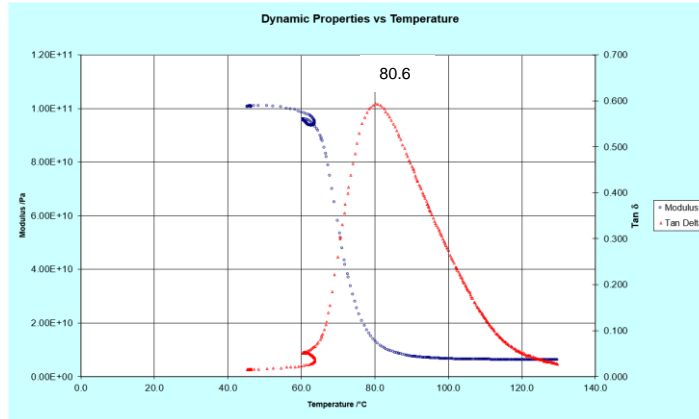


Figura 67 Gráfica de Tg FV-SL-CS-1

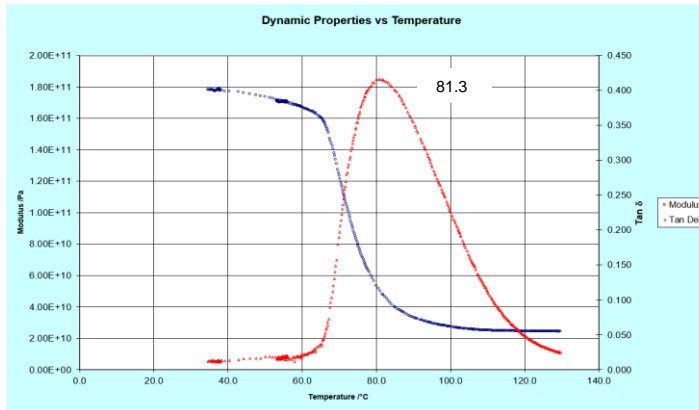


Figura 68 Gráfica de Tg FV-SL-CS-3

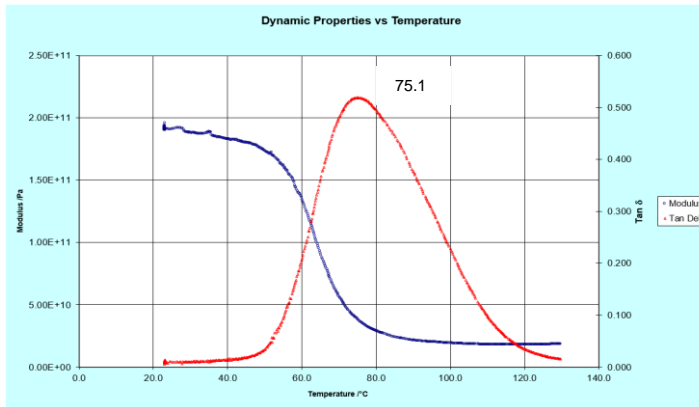


Figura 69 Gráfica de Tg FV-SL-CS-4

ANEXO 5 Gráficas de DMA a compuestos con fibras recicladas, con proceso de limpieza y con silanizado FR-CL-CS.

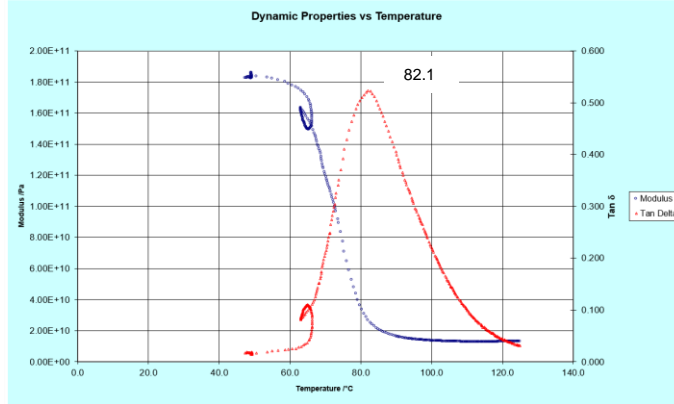


Figura 70 Gráfica de Tg FR-CL-CS-1

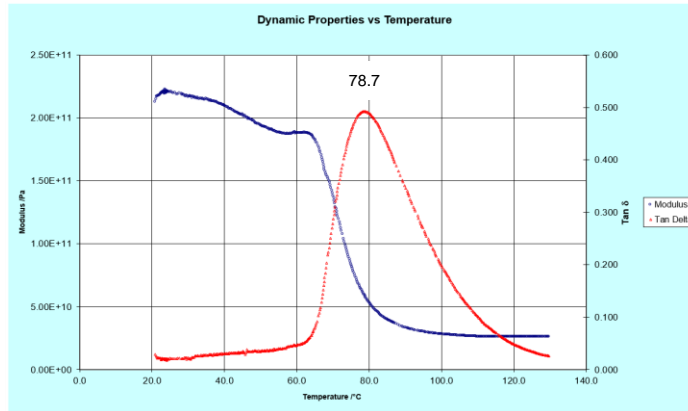


Figura 71 Gráfica de Tg FR-CL-CS-2

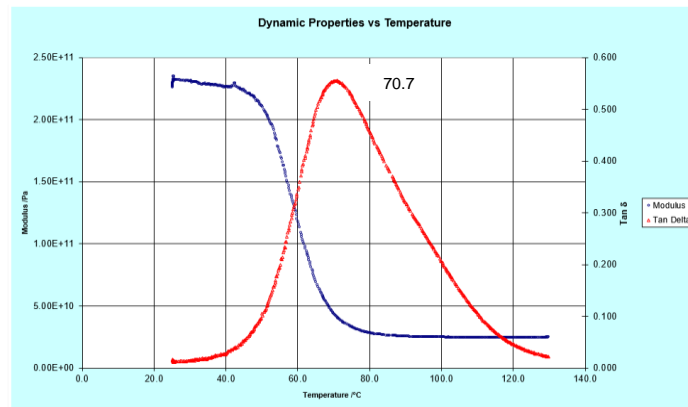


Figura 72 Gráfica de Tg FR-CL-CS-4

ANEXO 6 Gráficas de DMA a compuestos con fibras recicladas, sin proceso de limpieza y con silanizado FR-SL-CS.

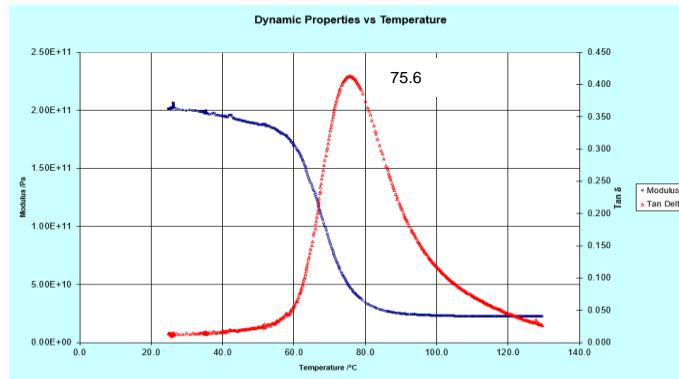


Figura 73 Gráfica de Tg FR-SL-CS-1

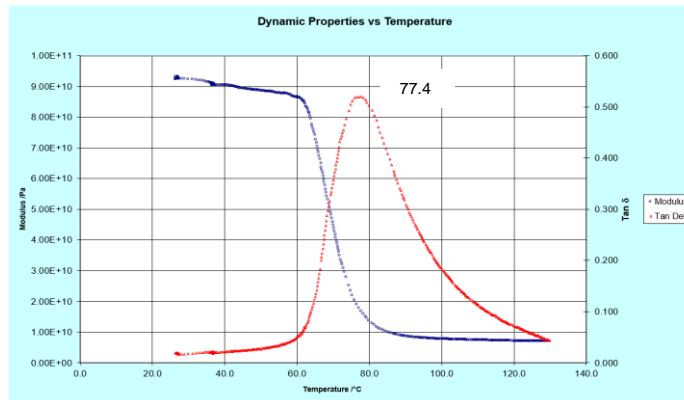


Figura 74 Gráfica de Tg FR-SL-CS-2

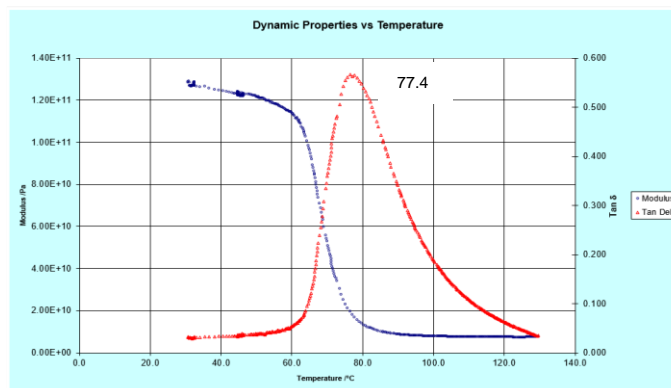


Figura 75 Gráfica de Tg FR-SL-CS-3



Designation: D7264/D7264M – 15

Standard Test Method for Flexural Properties of Polymer Matrix Composite Materials¹

This standard is issued under the fixed designation D7264/D7264M; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method determines the flexural stiffness and strength properties of polymer matrix composites.

1.1.1 *Procedure A*—A three-point loading system utilizing center loading on a simply supported beam.

1.1.2 *Procedure B*—A four-point loading system utilizing two load points equally spaced from their adjacent support points, with a distance between load points of one-half of the support span.

Note 1—Unlike Test Method D6272, which allows loading at both one-third and one-half of the support span, in order to standardize geometry and simplify calculations this standard permits loading at only one-half the support span.

1.2 For comparison purposes, tests may be conducted according to either test procedure, provided that the same procedure is used for all tests, since the two procedures generally give slightly different property values.

1.3 The values stated in either SI units or inch-pound units are to be regarded separately as standard. Within the text, the inch-pound units are shown in brackets. The values stated in each system are not exact equivalents; therefore, each system must be used independently of the other. Combining values from the two systems may result in nonconformance with the standard.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

D790 Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced

and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials

D2344/D2344M Test Method for Short-Beam Strength of Polymer Matrix Composite Materials and Their Laminates

D3878 Terminology for Composite Materials

D5229/D5229M Test Method for Moisture Absorption Properties and Equilibrium Conditioning of Polymer Matrix Composite Materials

D5687/D5687M Guide for Preparation of Flat Composite Panels with Processing Guidelines for Specimen Preparation

D6272 Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials by Four-Point Bending

D6856 Guide for Testing Fabric-Reinforced “Textile” Composite Materials

E4 Practices for Force Verification of Testing Machines

E6 Terminology Relating to Methods of Mechanical Testing

E18 Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials

E122 Practice for Calculating Sample Size to Estimate, With Specified Precision, the Average for a Characteristic of a Lot or Process

E177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods

E456 Terminology Relating to Quality and Statistics

E1309 Guide for Identification of Fiber-Reinforced Polymer-Matrix Composite Materials in Databases

E1434 Guide for Recording Mechanical Test Data of Fiber-Reinforced Composite Materials in Databases

2.2 Other Documents:

ANSI Y14.5-1999 Dimensioning and Tolerancing—Includes Inch and Metric³

ANSI B46.1-1995 Surface Texture (Surface Roughness, Waviness and Lay)³

3. Terminology

3.1 *Definitions*—Terminology D3878 defines the terms relating to high-modulus fibers and their composites. Terminology E6 defines terms relating to mechanical testing. Terminology E456 and Practice E177 define terms relating to statistics

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D30 on Composite Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D30.04 on Laminas and Laminated Test Methods.

Current edition approved April 1, 2015. Published May 2015. Originally approved in 2006. Last previous edition approved in 2007 as D7264/D7264M-07. DOI: 10.1520/D7264_D7264M-15.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036, <http://www.ansi.org>.

In the event of a conflict between terms, Terminology D3878 shall have precedence over the other documents.

3.2 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.2.1 flexural strength, n —the maximum stress at the outer surface of a flexure test specimen corresponding to the peak applied force prior to flexural failure.

3.2.2 flexural modulus, n —the ratio of stress range to corresponding strain range for a test specimen loaded in flexure.

3.3 Symbols:

- b = specimen width
- CV = sample coefficient of variation, in percent
- E_c^{nom} = flexural chord modulus of elasticity
- E_f^{secant} = flexural secant modulus of elasticity
- h = specimen thickness
- L = support span
- m = slope of the secant of the load-deflection curve
- n = number of specimens
- P = applied force
- s_{n-1} = sample standard deviation
- x_i = measured or derived property
- \bar{x} = sample mean
- δ = mid-span deflection of the specimen
- ϵ = strain at the outer surface at mid-span of the specimen
- σ = stress at the outer surface at mid-span of the specimen

4. Summary of Test Method

4.1 A bar of rectangular cross section, supported as a beam, is deflected at a constant rate as follows:

4.1.1 Procedure A—The bar rests on two supports and is loaded by means of a loading nose midway between the supports (see Fig. 1).

4.1.2 Procedure B—The bar rests on two supports and is loaded at two points (by means of two loading noses), each an equal distance from the adjacent support point. The distance between the loading noses (that is, the load span) is one-half of the support span (see Fig. 2).

4.2 Force applied to the specimen and resulting specimen deflection at the center of span are measured and recorded until the failure occurs on either one of the outer surfaces, or the deformation reaches some pre-determined value.

4.3 The major difference between four-point and three-point loading configurations is the location of maximum bending moment and maximum flexural stress. With the four-point configuration the bending moment is constant between the

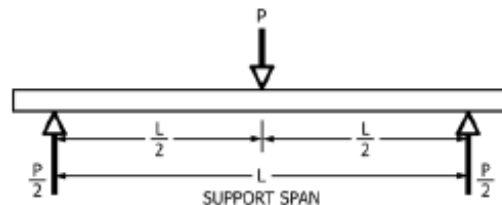


FIG. 1 Procedure A—Loading Diagram

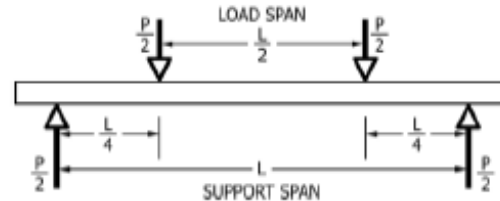


FIG. 2 Procedure B—Loading Diagram

central force application members. Consequently, the maximum flexural stress is uniform between the central force application members. In the three-point configuration, the maximum flexural stress is located directly under the center force application member. Another difference between the three-point and four-point configurations is the presence of resultant vertical shear force in the three-point configuration everywhere in the beam except right under the mid-point force application member whereas in the four-point configuration, the area between the central force application members has no resultant vertical shear force. The distance between the outer support members is the same as in the equivalent three-point configuration.

4.4 The test geometry is chosen to limit out-of-plane shear deformations and avoid the type of short beam failure modes that are interrogated in Test Method D2344/D2344M.

5. Significance and Use

5.1 This test method determines the flexural properties (including strength, stiffness, and load/deflection behavior) of polymer matrix composite materials under the conditions defined. Procedure A is used for three-point loading and Procedure B is used for four-point loading. This test method was developed for optimum use with continuous-fiber-reinforced polymer matrix composites and differs in several respects from other flexure methods, including the use of a standard span-to-thickness ratio of 32:1 versus the 16:1 ratio used by Test Methods D790 (a plastics-focused method covering three-point flexure) and D6272 (a plastics-focused method covering four-point flexure).

5.2 This test method is intended to interrogate long-beam strength in contrast to the short-beam strength evaluated by Test Method D2344/D2344M.

5.3 Flexural properties determined by these procedures can be used for quality control and specification purposes, and may find design applications.

5.4 These procedures can be useful in the evaluation of multiple environmental conditions to determine which are design drivers and may require further testing.

5.5 These procedures may also be used to determine flexural properties of structures.

6. Interferences

6.1 Flexural properties may vary depending on which surface of the specimen is in compression, as no laminate is

perfectly symmetric (even when full symmetry is intended); such differences will shift the neutral axis and will be further affected by even modest asymmetry in the laminate. Flexural properties may also vary with specimen thickness, conditioning and/or testing environments, and rate of straining. When evaluating several datasets these parameters should be equivalent for all data in the comparison.

6.2 For multidirectional laminates with a small or moderate number of laminae, flexural modulus and flexural strength may be affected by the ply-stacking sequence and will not necessarily correlate with extensional modulus, which is not stacking-sequence dependent.

6.3 The calculation of the flexural properties in Section 13 of this standard is based on beam theory, while the specimens in general may be described as plates. The differences may in some cases be significant, particularly for laminates containing a large number of plies in the $\pm 45^\circ$ direction. The deviations from beam theory decrease with decreasing width.

6.4 Loading noses may be fixed, rotatable or rolling. Typically, for testing composites, fixed or rotatable loading noses are used. The type of loading nose can affect results, since non-rolling paired supports on either the tension or compression side of the specimen introduce slight longitudinal forces and resisting moments on the beam, which superpose with the intended loading. The type of supports used is to be reported as described in Section 14. The loading noses should also uniformly contact the specimen across its width. Lack of uniform contact can affect flexural properties by initiating damage by crushing and by non-uniformly loading the beam.

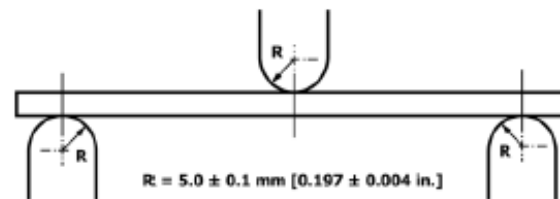
Formulas used in this standard assume a uniform line loading at the specimen supports across the entire specimen width; deviations from this type of loading is beyond the scope of this standard.

7. Apparatus

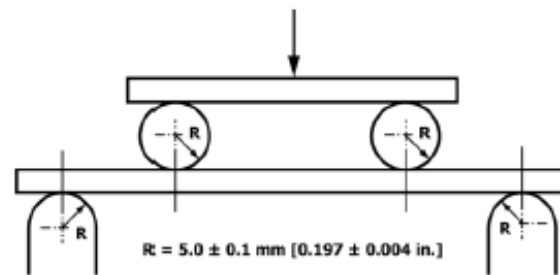
7.1 *Testing Machine*—Properly calibrated, which can be operated at a constant rate of crosshead motion, and in which the error in the force application system shall not exceed $\pm 1\%$ of the full scale. The force indicating mechanism shall be essentially free of inertia lag at the crosshead rate used. Inertia lag shall not exceed 1% of the measured force. The accuracy of the testing machine shall be verified in accordance with Practices E4.

7.2 *Loading Noses and Supports*—The loading noses and supports shall have cylindrical contact surfaces with a hardness ≥ 55 HRC and shall have finely ground surfaces free of indentation and burrs, with all sharp edges relieved. The radii of the loading nose and supports shall be 5.0 ± 1.0 mm [0.197 ± 0.004 in.], as shown in Fig. 3, unless otherwise specified or agreed upon between the interested parties. Loading noses and supports may be arranged in a fixed, rotatable or rolling arrangement. Typically, with composites, rotatable or fixed arrangements are used.

7.3 *Micrometers*—For width and thickness measurements the micrometers shall use a 4 to 7 mm [0.16 to 0.28 in.] nominal diameter ball-interface on an irregular surface such as the bag side of a laminate, and a flat anvil interface on machined edges or very smooth boled surfaces. A micrometer



Three-Point Loading Configuration with Fixed Supports and Loading Nose



Four-Point Loading Configuration with Fixed Supports and Rolling Loading Noses

FIG. 3 Example Loading Nose and Supports for Procedures A (top) and B (bottom)

Copyright by ASTM Int'l (all rights reserved). Thu Feb 25 16:33:32 EST 2016 3
 Downloaded/printed by
 Centro de Ingenieria y Desarrollo Industrial (Centro de Ingenieria y Desarrollo Industrial) pursuant to License Agreement. No further reproductions authorized.

or caliper with flat anvil faces shall be used to measure the length of the specimen. The accuracy of the instrument(s) shall be suitable for reading to within 1 % or better of the specimen dimensions. For typical section geometries, an instrument with an accuracy of ± 0.02 mm [± 0.001 in.] is desirable for thickness and width measurement, while an instrument with an accuracy of ± 0.1 mm [± 0.004 in.] is adequate for length measurement.

7.4 Deflection Measurement—Specimen deflection at the common center of the loading span shall be measured by a properly calibrated device having an accuracy of ± 1 % or better of the expected maximum displacement. The device shall automatically and continuously record the deflection during the test.

7.5 Conditioning Chamber—When conditioning materials at non-laboratory environments, a temperature/vapor-level controlled environmental conditioning chamber is required that shall be capable of maintaining the required temperature to within $\pm 1^\circ\text{C}$ [$\pm 2^\circ\text{F}$] and the required vapor level to within ± 3 % relative humidity, as outlined in Test Method D5229/D5229M. Chamber conditions shall be monitored either on an automated continuous basis or on a manual basis at regular intervals.

7.6 Environmental Test Chamber—An environmental test chamber is required for test environments other than ambient testing laboratory conditions. This chamber shall be capable of maintaining the test specimen at the required temperature within $\pm 3^\circ\text{C}$ [$\pm 5^\circ\text{F}$] and the required vapor level to within ± 5 % relative humidity.

8. Test Specimens

8.1 Specimen Preparation—Guide D5687/D5687M provides recommended specimen preparation practices and should be followed when practical.

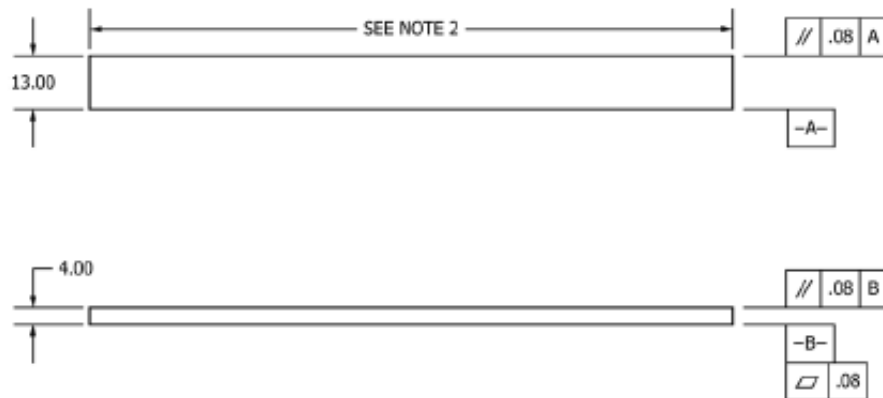
8.2 Specimen Size is chosen such that the flexural properties are determined accurately from the tests. For flexural strength,

the standard support span-to-thickness ratio is chosen such that failure occurs at the outer surface of the specimens, due only to the bending moment (see Notes 2 and 3). The standard span-to-thickness ratio is 32:1, the standard specimen thickness is 4 mm [0.16 in.], and the standard specimen width is 13 mm [0.5 in.] with the specimen length being about 20 % longer than the support span. See Figs. 4 and 5 for a drawing of the standard test specimen in SI and inch-pound units, respectively. For fabric-reinforced textile composite materials, the width of the specimen shall be at least two unit cells, as defined in Guide D6856. If the standard specimen thickness cannot be obtained in a given material system, an alternate specimen thickness shall be used while maintaining the support span-to-thickness ratio [32:1] and specimen width. Optional support span-to-thickness ratios of 16:1, 20:1, 40:1, and 60:1 may also be used provided it is so noted in the report. Also, the data obtained from a test using one support span-to-thickness ratio may not be compared with the data from another test using a different support span-to-thickness ratio.

8.2.1 Shear deformations can significantly reduce the apparent modulus of highly orthotropic laminates when they are tested at low support span-to-thickness ratios. For this reason, a high support span-to-thickness ratio is recommended for flexural modulus determinations. In some cases, separate sets of specimens may have to be used for modulus and strength determination.

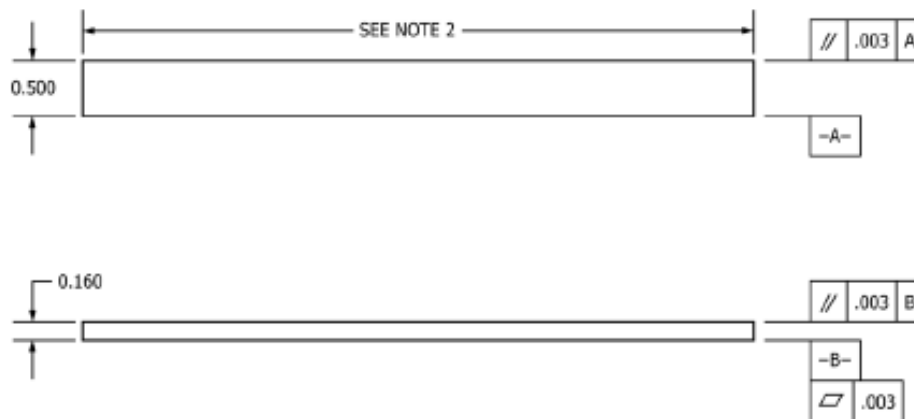
Note 2—A support span-to-thickness ratio of less than 32:1 may be acceptable for obtaining the desired flexural failure mode when the ratio of the lower of the compressive and tensile strength to out-of-plane shear strength is less than 8, but the support span-to-thickness ratio must be increased for composite laminates having relatively low out-of-plane shear strength and relatively high in-plane tensile or compressive strength parallel to the support span.

Note 3—While laminate stacking sequence is not limited by this test method, significant deviations from a lay-up of nominal balance and symmetry may induce unusual test behaviors and a shift in the neutral axis.



Note 1—Drawing Interpretation per ANSI Y14.5-1999 and ANSI B46.1-1995.
Note 2—See 8.2 and 11.3 of this test standard for the required values of span and overall length.

FIG. 4 Standard Flexural Test Specimen Drawing (SI)



NOTE 1—Drawing Interpretation per ANSI Y14.5-1999 and ANSI B46.1-1995.

NOTE 2—See 8.2 and 11.3 of this test standard for the required values of span and overall length.

FIG. 5 Standard Flexural Test Specimen Drawing (Inch-Pound)

9. Number of Test Specimens

9.1 Test at least five specimens per test condition unless valid results can be gained through the use of fewer specimens, such as in the case of a designed experiment. For statistically significant data the procedures outlined in Practice E122 should be consulted. Report the method of sampling.

10. Conditioning

10.1 The recommended pre-test specimen condition is effective moisture equilibrium at a specific relative humidity as established by Test Method D5229/D5229M; however, if the test requester does not explicitly specify a pre-test conditioning environment, conditioning is not required and the test specimens may be tested as prepared.

NOTE 4—The term *moisture*, as used in Test Method D5229/D5229M, includes not only the vapor of a liquid and its condensate, but the liquid itself in large quantities, as for immersion.

10.2 The pre-test specimen conditioning process, to include specified environmental exposure levels and resulting moisture content, shall be reported with the data.

10.3 If there is no explicit conditioning process, the conditioning process shall be reported as “unconditioned” and the moisture content as “unknown.”

11. Procedure

11.1 Condition the specimens as required. Store the specimens in the conditioned environment until test time.

11.2 Following final specimen machining and any conditioning but before testing, measure and record the specimen width and thickness at the specimen mid-section, and the specimen length, to the specified accuracy.

11.3 Measure the span accurately to the nearest 0.1 mm [0.004 in.] for spans less than 63 mm [2.5 in.] and the nearest

0.3 mm [0.012 in.] for spans greater than or equal to 63 mm [2.5 in.]. Use the measured span for all calculations. See Annex A1 for information on the determination of and setting of the span.

11.4 *Speed of Testing*—Set the speed of testing at a rate of crosshead movement of 1.0 mm/min [0.05 in./min] for a specimen with standard dimensions. For specimens with dimensions that vary greatly from the standard dimensions, a crosshead rate that will give a similar rate of straining at the outer surface can be obtained via the method outlined in Test Methods D790 for Procedure A and Test Method D6272 for Procedure B.

11.5 Align the loading nose(s) and supports so that the axes of the cylindrical surfaces are parallel. For Procedure A, the loading nose shall be midway between the supports. For Procedure B, the load span shall be one-half of the support span and symmetrically placed between the supports. The parallelism may be checked by means of plates with parallel grooves into which the loading nose(s) and supports will fit when properly aligned. Center the specimen on the supports, with the long axis of the specimen perpendicular to the loading noses and supports. See Annex A1 for setting and measuring span.

11.6 Apply the force to the specimen at the specified crosshead rate. Measure and record force-deflection data at a rate such that a minimum of 50 data points comprise the force deflection curve. (A higher sampling rate may be required to properly capture any nonlinearities or progressive failure of the specimen.) Measure deflection by a transducer under the specimen in contact with it at the center of the support span, the transducer being mounted stationary relative to the specimen supports. Do not use the measurement of the motion of the loading nose relative to the supports as this will not take into

account the rotation of the specimen about the load and support noses, nor account for the compliance in the loading nose or crosshead.

11.7 Failure Modes—To obtain valid flexural strength, it is necessary that the specimen failure occurs on either one of its outer surfaces, without a preceding interlaminar shear failure or a crushing failure under a support or loading nose. Failure on the tension surface may be a crack while that on the compression surface may be local buckling. Buckling may be manifested as fiber micro-buckling or ply-level buckling. Ply-level buckling may result in, or be preceded by delamination of the outer ply.

11.7.1 Failure Identification Codes—Record the mode, area, and location of failure for each specimen. Choose a standard failure identification code based on the three-part code shown in Fig. 6. A multimode failure can be described by including each of the appropriate failure-mode codes between the parentheses of the M failure mode.

12. Validation

12.1 Values for properties at failure shall not be calculated for any specimen that breaks at some obvious, fortuitous flaw, unless such flaws constitute a variable being studied. Specimens that fail in an unacceptable failure mode shall not be included in the flexural property calculations. Retests shall be made for any specimen for which values are not calculated. If a significant fraction (>50 %) of the specimens fail in an unacceptable failure mode then the span-to-thickness ratio (for excessive shear failures) or the loading nose diameter (crushing under the loading nose) should be reexamined.

13. Calculation

Note 5—In determination of the calculated value of some of the properties listed in this section it is necessary to determine if the toe compensation (see Annex A2) adjustment must be made. This toe compensation correction shall be made only when it has been shown that the toe region of the curve is due to take up of the slack, alignment, or seating of the specimen and is not an authentic material response.

13.1 Maximum Flexural Stress, Procedure A—When a beam of homogenous, elastic material is tested in flexure as a beam simply supported at two points and loaded at the midpoint, the maximum stress at the outer surface occurs at mid-span. The stress may be calculated for any point on the load-deflection curve by the following equation (Note 6):

$$\sigma = \frac{3PL}{2bh^2} \tag{1}$$

where:

- σ = stress at the outer surface at mid-span, MPa [psi],
- P = applied force, N [lbf],
- L = support span, mm [in.],
- b = width of beam, mm [in.], and
- h = thickness of beam, mm [in.].

Note 6—Eq 1 applies strictly to materials for which the stress is linearly proportional to strain up to the point of rupture and for which the strains are small. Since this is not always the case, a slight error will be introduced in the use of this equation. The equation will however, be valid for comparison data and specification values up to the maximum fiber strain of 2% for specimens tested by the procedure herein described. It should be noted that the maximum ply stress may not occur at the outer surface of a multidirectional laminate.⁴ Laminated beam theory must be applied to determine the maximum tensile stress at failure. Thus, Eq 1 yields an apparent strength based on homogeneous beam theory. This apparent strength is highly dependent on the ply-stacking sequence for multidirectional laminates.

13.2 Maximum Flexural Stress, Procedure B—When a beam of homogeneous, elastic material is tested in flexure as a beam simply supported at two outer points and loaded at two central points separated by a distance equal to 1/2 the support span and at equal distance from the adjacent support point, the maximum stress at the outer surface occurs between the two central loading points that define the load span (Fig. 2). The stress may be calculated for any point on the load-deflection curve by the following equation (Note 7):

$$\sigma = \frac{3PL}{4bh^2} \tag{2}$$

where:

- σ = stress at the outer surface in the load span region, MPa [psi],
- P = applied force, N [lbf],
- L = support span, mm [in.],
- b = width of beam, mm [in.], and
- h = thickness of beam, mm [in.].

Note 7—The limitations defined for Eq 1 in Note 6 apply also to Eq 2.

13.3 Flexural Strength—The flexural strength is equal to the maximum stress at the outer surface corresponding to the peak applied force prior to failure. (for multidirectional laminates, see Note 6). It is calculated in accordance with Eq 1 and 2 by letting P equal the peak applied force.

⁴ For the theoretical details, see Whitney, J. M., Browning, C. E., and Mait, A., "Analysis of the Flexure Test for Laminated Composite Materials," *Composite Materials: Testing and Design (Third Conference)*, ASTM STP 546, 1974, pp. 30-45.

First Character		Second Character		Third Character	
Failure Mode	Code	Failure Area	Code	Failure Location	Code
Tension	T	At loading nose	A	Top	T
Compression	C	Between loading noses	B	Bottom	B
Buckling	B	at Support nose	S	Left	L
Interlaminar Shear	S	between Load and support nose	L	Right	R
Multi-mode	M(xyz)	Unknown	U	Middle	M
Other	O			Various	V
				Unknown	U

FIG. 6 Flexure Test Specimen Three-Part Failure Identification Code

13.4 Flexural Stress at a Given Strain—The maximum flexural stress at any given strain may be calculated in accordance with Eq 1 and 2 by letting P equal the applied force read from the force-deflection curve at the deflection corresponding to the desired strain (for multidirectional laminates, see Note 6). Equations for calculating strains from the measured deflection are given in 13.5 and 13.6.

13.5 Maximum Strain, Procedure A—The maximum strain at the outer surface also occurs at mid-span, and it may be calculated as follows:

$$\epsilon = \frac{6\delta h}{L^2} \quad (3)$$

where:

ϵ = maximum strain at the outer surface, mm/mm [in./in.],
 δ = mid-span deflection, mm [in.],
 L = support span, mm [in.], and
 h = thickness of beam, mm [in.]

13.6 Maximum Strain, Procedure B—The maximum strain at the outer surface also occurs at mid-span, and it may be calculated as follows:

$$\epsilon = \frac{4.36\delta h}{L^2} \quad (4)$$

where:

δ = mid-span deflection, mm [in.],
 ϵ = maximum strain at the outer surface, mm/mm [in./in.],
 L = support span, mm [in.], and
 h = thickness of beam, mm [in.]

13.7 Flexural Modulus of Elasticity:

13.7.1 Flexural Chord Modulus of Elasticity—The flexural chord modulus of elasticity is the ratio of stress range and corresponding strain range. For calculation of flexural chord modulus, the recommended strain range is 0.002 with a start point of 0.001 and an end point 0.003. If the data is not available at the exact strain range end points (as often occurs with digital data), use the closest available data point. Calculate the flexural chord modulus of elasticity from the stress-strain data using Eq 5 (for multidirectional or highly orthotropic composites, see Note 8).

$$E_f^{\text{chord}} = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon} \quad (5)$$

where:

E_f^{chord} = flexural chord modulus of elasticity, MPa [psi],
 $\Delta\sigma$ = difference in flexural stress between the two selected strain points, MPa [psi], and
 $\Delta\epsilon$ = difference between the two selected strain points (nominally 0.002).

13.7.1.1 Report the chord modulus of elasticity in MPa [psi] for the strain range 0.001 to 0.003. If a different strain range is used in the calculations, also report the strain range used.

NOTE 8—Shear deformation can seriously reduce the apparent flexural modulus of highly orthotropic laminates when they are tested at low

span-to-thickness ratios.⁵ For this reason, a high span-to-thickness ratio is recommended for flexural modulus determinations. In some cases, separate sets of specimens may have to be used for modulus and strength determination.

13.7.2 Flexural Secant Modulus of Elasticity—The flexural secant modulus of elasticity is the ratio of stress to corresponding strain at any given point on the stress-strain curve. The flexural secant modulus is same as the flexural chord modulus in which the initial strain point is zero. It shall be expressed in MPa [psi]. It is calculated as follows (for multidirectional or highly orthotropic composites, see Note 8):

13.7.2.1 For Procedure A:

$$E_f^{\text{secant}} = \frac{L^3 m}{4bh^3} \quad (6)$$

where:

E_f^{secant} = flexural secant modulus of elasticity, MPa [psi],
 L = support span, mm [in.],
 b = width of beam, mm [in.],
 h = thickness of beam, mm [in.] and
 m = slope of the secant of the force-deflection curve.

13.7.2.2 For Procedure B:

$$E_f^{\text{secant}} = \frac{0.17L^3 m}{bh^3} \quad (7)$$

where E_f^{secant} , m , L , b , and h are the same as for Eq 6.

13.7.3 Chord modulus of elasticity shall be reported although other definitions of moduli may also be used. However, when other definitions of moduli are used, it should be clearly indicated in the report.

13.8 Statistics—For each series of tests calculate the average value, standard deviation, and coefficient of variation for each property determined

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) \quad (8)$$

$$s_{n-1} = \sqrt{\frac{\left(\sum_{i=1}^n x_i^2 - n\bar{x}^2 \right)}{n-1}}$$

$$CV = 100 \frac{s_{n-1}}{\bar{x}}$$

where:

\bar{x} = average value or sample mean,
 x_i = value of single measured or derived property,
 n = number of specimens,
 s_{n-1} = estimated standard deviation,
 CV = coefficient of variation in percentage.

14. Report

14.1 The information reported for this test method includes material identification and mechanical testing data. These data

⁵ For discussion of these effects, see Zweben C, Smith, W. S., and Wierle, M. W., "Test Methods for Fiber Tensile Strength, Composite Flexural Modulus, and Properties of Fabric-Reinforced Laminates," *Composite Materials: Testing and Design (Fifth Conference)*, ASTM STP 674, 1979, pp. 228-262.

shall be reported in accordance with Guides E1309 and E1434. At a minimum, the following should be reported:

14.1.1 The revision level or date of issue of the test method used.

14.1.2 The date(s) and location(s) of the testing.

14.1.3 The name(s) of the test operator(s).

14.1.4 The test Procedure used (A or B).

14.1.5 Any variations to this test method, anomalies noticed during testing, or equipment problems occurring during testing.

14.1.6 Identification of the material tested including: material specification, material type, material designation, manufacturer, manufacturer's lot or batch number, source (if not from the manufacturer), date of certification, expiration of certification, filament diameter, tow or yarn filament count and twist, sizing, form or weave, fiber areal weight, matrix type, prepreg matrix content, and prepreg volatiles content.

14.1.7 Description of the fabrication steps used to prepare the laminate including: fabrication start date, fabrication end date, process specification, cure cycle, consolidation method, and a description of the equipment used.

14.1.8 Ply orientation stacking sequence of the laminate.

14.1.9 If requested, report density, reinforcement volume fraction, and void content test methods, specimen sampling method and geometries, test parameters, and test data.

14.1.10 Average ply thickness of the material.

14.1.11 Results of any nondestructive evaluation tests.

14.1.12 Method of preparing the test specimens, including specimen labeling scheme and method, specimen geometry, sampling method, and specimen cutting method.

14.1.13 Calibration dates and methods for all measurement and test equipment.

14.1.14 Type of test machine, grips, jaws, alignment data, and data acquisition sampling rate and equipment type.

14.1.15 Dimensions of each specimen to at least three significant figures, including specimen width, thickness, and overall length.

14.1.16 Conditioning parameters and results, and the procedure used if other than that specified in this test method.

14.1.17 Relative humidity and temperature of the testing laboratory.

14.1.18 Environment of the test machine environmental chamber (if used) and soak time at environment.

14.1.19 Number of specimens tested.

14.1.20 Load-span length, support-span length, and support span-to-thickness ratio.

14.1.21 Loading and support nose type and dimensions.

14.1.22 Speed of testing.

14.1.23 Transducer placement on the specimen, transducer type, and calibration data for each transducer used.

14.1.24 Force-deflection curves for each specimen. Note method and offset value if toe compensation was applied to force-deflection curve.

14.1.25 Tabulated data of flexural stress versus strain for each specimen.

14.1.26 Individual flexural strengths and average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population. Note if the failure load was less than the maximum load prior to failure.

14.1.27 Individual strains at failure and the average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population.

14.1.28 Strain range used for the flexural chord modulus of elasticity determination.

14.1.29 Individual values of flexural chord modulus of elasticity, and the average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population.

14.1.30 If an alternate definition of flexural modulus of elasticity is used in addition to chord modulus, describe the method used, the resulting correlation coefficient (if applicable), and the strain range used for the evaluation.

14.1.31 Individual values of the alternate (see above) flexural modulus of elasticity, and the average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population.

14.1.32 Individual maximum flexural stresses, and the average, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) values for the population. Note any test in which the failure load was less than the maximum load before failure.

14.1.33 For flexural modulus only tests: maximum load applied, strain at maximum applied load, and calculated flexural modulus of elasticity (E_f).

14.1.34 Individual maximum flexural strains and the average, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) values for the population. Note any test that was truncated to 2 % strain.

14.1.35 Failure mode and location of failure for each specimen.

15. Precision and Bias

15.1 *Precision*—The data required for the development of precision is not currently available for this test method.

15.2 *Bias*—Bias cannot be determined for this test method as no acceptable reference standard exists.

16. Keywords

16.1 fiber-reinforced composites; flexural properties; stiffness; strength

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. MEASURING AND SETTING SPAN

A1.1 For flexural fixtures that have adjustable spans, it is important that the span between the supports is maintained constant or the actual measured span is used in the calculation of flexural stress, flexural modulus and strain, and the loading noses are positioned and aligned properly with respect to the supports. Some simple steps as follows can improve the repeatability of results when using adjustable span fixtures.

A1.2 *Measurement of Span:*

A1.2.1 This technique is needed to ensure that the correct span, not an estimated span, is used in calculation of results.

A1.2.2 Scribe a permanent line or mark at the exact center of the support where the specimen makes complete contact. The type of mark depends on whether the supports are fixed or rotatable (see Figs. A1.1 and A1.2).

A1.2.3 Using a vernier caliper with pointed tips that is readable to at least 0.1 mm [0.004 in.], measure the distance between the supports, and use this measurement of span in the calculations.

A1.3 *Setting the Span and Alignment of Loading Nose(s)*—To ensure a constant day-to-day setup of the span and ensure the alignment and proper positioning of the loading nose(s), simple jigs should be manufactured for each of the standard setups used. An example of a jig found to be useful is shown in Fig. A1.3.

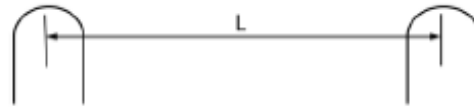


FIG. A1.1 Markings on Fixed Specimen Supports

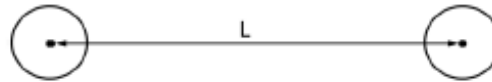


FIG. A1.2 Markings on Rotatable Specimen Supports

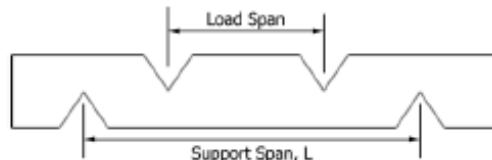


FIG. A1.3 Fixture Used to Align Loading Noses and Supports

A2. TOE COMPENSATION

A2.1 In a typical force-deflection curve (see Fig. A2.1) there is a toe region, AC, which does not represent a property of the material. It is an artifact caused by a take-up of slack and alignment, or seating of the specimen. In order to obtain correct values of such parameters as flexural modulus, and deflection at failure, this artifact must be compensated for to give the corrected zero point on the deflection, or extension axis.

A2.2 In the case of a material exhibiting a region of Hookean (linear) behavior (see Fig. A2.2), a continuation of the linear (CD) region is constructed through the zero axis. This intersection (B) is the corrected zero deflection point from which all deflections must be measured. The slope can be

determined by dividing the change in force between any two points along the line CD (or its extension) by the change in deflection at the same two points (measured from Point B, defined as zero-deflection).

A2.3 In the case of a material that does not exhibit any linear region (see Fig. A2.2), the same kind of toe correction of zero-deflection point can be made by constructing a tangent to the maximum slope at the inflection Point H'. This is extended to intersect the deflection axis at Point B', the corrected zero-deflection point. Using Point B' as zero deflection, the force at any point (G') on the curve can be divided by the deflection at that point to obtain a flexural chord modulus (slope of Line B'G').

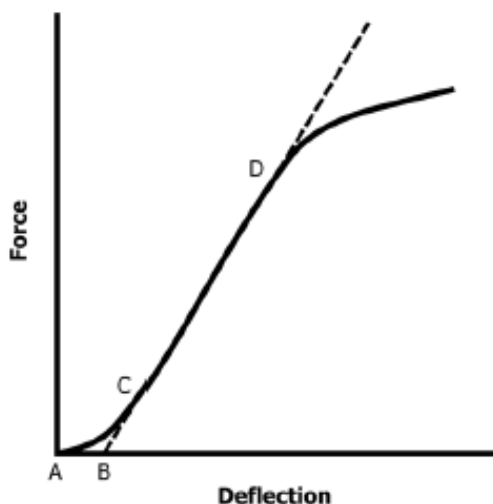


FIG. A2.1 Material with a Hookean Region

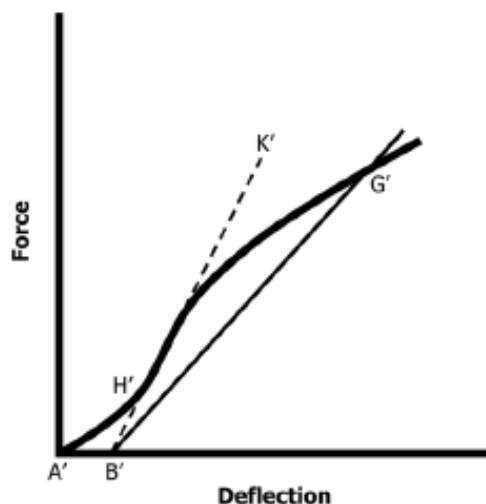


FIG. A2.2 Material without a Hookean Region

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either approved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2959. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9586 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 846-2600; <http://www.copyright.com/>

ANEXO 8 Norma ASTM D3039 (ASTM, Standar test method for tensile properties of polymer matrix composite materials, 2004)²



Designation: D3039/D3039M – 14

Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials¹

This standard is issued under the fixed designation D3039/D3039M; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript ϵ indicates an editorial change since the last revision or approval.

This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.

1. Scope

1.1 This test method determines the in-plane tensile properties of polymer matrix composite materials reinforced by high-modulus fibers. The composite material forms are limited to continuous fiber or discontinuous fiber-reinforced composites in which the laminate is balanced and symmetric with respect to the test direction.

1.2 The values stated in either SI units or inch-pound units are to be regarded separately as standard. Within the text, the inch-pound units are shown in brackets. The values stated in each system are not exact equivalents; therefore, each system must be used independently of the other. Combining values from the two systems may result in nonconformance with the standard.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

- D792 Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement
- D883 Terminology Relating to Plastics
- D2584 Test Method for Ignition Loss of Cured Reinforced Resins
- D2734 Test Methods for Void Content of Reinforced Plastics
- D3171 Test Methods for Constituent Content of Composite Materials
- D3878 Terminology for Composite Materials
- D5229/D5229M Test Method for Moisture Absorption Prop-

erties and Equilibrium Conditioning of Polymer Matrix Composite Materials

E4 Practices for Force Verification of Testing Machines

E6 Terminology Relating to Methods of Mechanical Testing

E83 Practice for Verification and Classification of Extensometer Systems

E111 Test Method for Young's Modulus, Tangent Modulus, and Chord Modulus

E122 Practice for Calculating Sample Size to Estimate, With Specified Precision, the Average for a Characteristic of a Lot or Process

E132 Test Method for Poisson's Ratio at Room Temperature

E177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods

E251 Test Methods for Performance Characteristics of Metallic Bonded Resistance Strain Gauges

E456 Terminology Relating to Quality and Statistics

E1012 Practice for Verification of Testing Frame and Specimen Alignment Under Tensile and Compressive Axial Force Application

E1237 Guide for Installing Bonded Resistance Strain Gages

3. Terminology

3.1 *Definitions*—Terminology D3878 defines terms relating to high-modulus fibers and their composites. Terminology D883 defines terms relating to plastics. Terminology E6 defines terms relating to mechanical testing. Terminology E456 and Practice E177 define terms relating to statistics. In the event of a conflict between terms, Terminology D3878 shall have precedence over the other standards.

3.2 *Definitions of Terms Specific to This Standard:*

3.2.1 *Note*—If the term represents a physical quantity, its analytical dimensions are stated immediately following the term (or letter symbol) in fundamental dimension form, using the following ASTM standard symbology for fundamental dimensions, shown within square brackets: $[M]$ for mass, $[L]$ for length, $[T]$ for time, $[\theta]$ for thermodynamic temperature, and $[nd]$ for nondimensional quantities. Use of these symbols is restricted to analytical dimensions when used with square brackets, as the symbols may have other definitions when used without the brackets.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D30 on Composite Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D30.04 on Laminas and Laminate Test Methods.

Current edition approved May 15, 2014. Published May 2014. Originally approved in 1971. Last previous edition approved in 2008 as D3039–08. DOI: 10.1520/D3039_D3039M-14.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

3.2.2 *nominal value, n*—a value, existing in name only, assigned to a measurable property for the purpose of convenient designation. Tolerances may be applied to a nominal value to define an acceptable range for the property.

3.2.3 *transition region, n*—a strain region of a stress-strain or strain-strain curve over which a significant change in the slope of the curve occurs within a small strain range.

3.2.4 *transition strain, $e^{transition}$ [nd], n*—the strain value at the mid range of the transition region between the two essentially linear portions of a bilinear stress-strain or strain-strain curve.

3.2.4.1 *Discussion*—Many filamentary composite materials show essentially bilinear behavior during force application, such as seen in plots of either longitudinal stress versus longitudinal strain or transverse strain versus long longitudinal strain. There are varying physical reasons for the existence of a transition region. Common examples include: matrix cracking under tensile force application and ply delamination.

3.3 *Symbols:*

- A —minimum cross-sectional area of a coupon.
- B_y —percent bending for a uniaxial coupon of rectangular cross section about y axis of the specimen (about the narrow direction).
- B_z —percent bending for a uniaxial coupon of rectangular cross section about z axis of the specimen (about the wide direction).
- CV—coefficient of variation statistic of a sample population for a given property (in percent).
- E —modulus of elasticity in the test direction.
- F^u —ultimate tensile strength in the test direction.
- F^s —ultimate shear strength in the test direction.
- h —coupon thickness.
- L_g —extensometer gage length.
- L_{min} —minimum required bonded tab length.
- n —number of coupons per sample population.
- P —force carried by test coupon.
- P^f —force carried by test coupon at failure.
- P^{max} —maximum force carried by test coupon before failure.
- s_{n-1} —standard deviation statistic of a sample population for a given property.
- w —coupon width.
- x_i —test result for an individual coupon from the sample population for a given property.
- \bar{x} —mean or average (estimate of mean) of a sample population for a given property.
- δ —extensional displacement.
- ϵ —general symbol for strain, whether normal strain or shear strain.
- ϵ —indicated normal strain from strain transducer or extensometer.
- σ —normal stress.
- ν —Poisson's ratio.

4. Summary of Test Method

4.1 A thin flat strip of material having a constant rectangular cross section is mounted in the grips of a mechanical testing machine and monotonically loaded in tension while recording the force. The ultimate strength of the material can be

determined from the maximum force carried before failure. If the coupon strain is monitored with strain or displacement transducers then the stress-strain response of the material can be determined, from which the ultimate tensile strain, tensile modulus of elasticity, Poisson's ratio, and transition strain can be derived.

5. Significance and Use

5.1 This test method is designed to produce tensile property data for material specifications, research and development, quality assurance, and structural design and analysis. Factors that influence the tensile response and should therefore be reported include the following: material, methods of material preparation and lay-up, specimen stacking sequence, specimen preparation, specimen conditioning, environment of testing, specimen alignment and gripping, speed of testing, time at temperature, void content, and volume percent reinforcement. Properties, in the test direction, which may be obtained from this test method include the following:

- 5.1.1 Ultimate tensile strength,
- 5.1.2 Ultimate tensile strain,
- 5.1.3 Tensile chord modulus of elasticity,
- 5.1.4 Poisson's ratio, and
- 5.1.5 Transition strain.

6. Interferences

6.1 *Material and Specimen Preparation*—Poor material fabrication practices, lack of control of fiber alignment, and damage induced by improper coupon machining are known causes of high material data scatter in composites.

6.2 *Gripping*—A high percentage of grip-induced failures, especially when combined with high material data scatter, is an indicator of specimen gripping problems. Specimen gripping methods are discussed further in 7.2.4, 8.2, and 11.5.

6.3 *System Alignment*—Excessive bending will cause premature failure, as well as highly inaccurate modulus of elasticity determination. Every effort should be made to eliminate excess bending from the test system. Bending may occur as a result of misaligned grips or from specimens themselves if improperly installed in the grips or out-of-tolerance caused by poor specimen preparation. If there is any doubt as to the alignment inherent in a given test machine, then the alignment should be checked as discussed in 7.2.5.

6.4 *Edge Effects in Angle Ply Laminates*—Premature failure and lower stiffnesses are observed as a result of edge softening in laminates containing off-axis plies. Because of this, the strength and modulus for angle ply laminates can be drastically underestimated. For quasi-isotropic laminates containing significant 0° plies, the effect is not as significant.

7. Apparatus

7.1 *Micrometers and Calipers*—A micrometer with a 4 to 7 mm [0.16 to 0.28 in] nominal diameter ball interface shall be used to measure the specimen thickness when at least one surface is irregular (such as the bag-side of a laminate). A micrometer with a 4 to 7 mm [0.16 to 0.28 in.] nominal diameter ball interface or with a flat anvil interface shall be

used to measure the specimen thickness when both surfaces are smooth (such as tooling surfaces). A micrometer or caliper, with a flat anvil interface, shall be used to measure the width of the specimen. The accuracy of the instruments shall be suitable for reading to within 1% of the sample dimensions. For typical specimen geometries, an instrument with an accuracy of ± 0.0025 mm [± 0.0001 in.] is adequate for thickness measurement, while an instrument with an accuracy of ± 0.025 mm [± 0.001 in.] is adequate for width measurement.

7.2 Testing Machine—The testing machine shall be in conformance with Practices E4 and shall satisfy the following requirements:

7.2.1 Testing Machine Heads—The testing machine shall have both an essentially stationary head and a movable head.

7.2.2 Drive Mechanism—The testing machine drive mechanism shall be capable of imparting to the movable head a controlled velocity with respect to the stationary head. The velocity of the movable head shall be capable of being regulated as specified in 11.3.

7.2.3 Force Indicator—The testing machine force-sensing device shall be capable of indicating the total force being carried by the test specimen. This device shall be essentially free from inertia lag at the specified rate of testing and shall indicate the force with an accuracy over the force range(s) of interest of within $\pm 1\%$ of the indicated value. The force range(s) of interest may be fairly low for modulus evaluation, much higher for strength evaluation, or both, as required.

NOTE 1—Obtaining precision force data over a large range of interest in the same test, such as when both elastic modulus and ultimate force are being determined, place extreme requirements on the load cell and its calibration. For some equipment, a special calibration may be required. For some combinations of material and load cell, simultaneous precision measurement of both elastic modulus and ultimate strength may not be possible and measurement of modulus and strength may have to be performed in separate tests using a different load cell range for each test.

7.2.4 Grips—Each head of the testing machine shall carry one grip for holding the test specimen so that the direction of force applied to the specimen is coincident with the longitudinal axis of the specimen. The grips shall apply sufficient lateral pressure to prevent slippage between the grip face and the coupon. If tabs are used the grips should be long enough that they overhang the beveled portion of the tab by approximately 10 to 15 mm [0.5 in.]. It is highly desirable to use grips that are rotationally self-aligning to minimize bending stresses in the coupon.

NOTE 2—Grip surfaces that are lightly serrated, approximately 1 serration/mm [25 serrations/in.], have been found satisfactory for use in wedge-action grips when kept clean and sharp; coarse serrations may produce grip-induced failures in untabbed coupons. Smooth gripping surfaces have been used successfully with either hydraulic grips or an emery cloth interface, or both.

7.2.5 System Alignment—Poor system alignment can be a major contributor to premature failure, to elastic property data scatter, or both. Practice E1012 describes bending evaluation guidelines and describes potential sources of misalignment during tensile testing. In addition to Practice E1012, the degree of bending in a tensile system can also be evaluated using the following related procedure. Specimen bending is considered separately in 11.6.1.

7.2.5.1 A rectangular alignment coupon, preferably similar in size and stiffness to the test specimen of interest, is instrumented with a minimum of three longitudinal strain gages of similar type, two on the front face across the width and one on the back face of the specimen, as shown in Fig. 1. Any difference in indicated strain between these gages during loading provides a measure of the amount of bending in the thickness plane (B_x) and width plane (B_z) of the coupon. The strain gage location should normally be located in the middle of the coupon gage section (if modulus determination is a concern), near a grip (if premature grip failures are a problem), or any combination of these areas.

7.2.5.2 When evaluating system alignment, it is advisable to perform the alignment check with the same coupon inserted in each of the four possible installation permutations (described relative to the initial position): initial (top-front facing observer), rotated back to front only (top back facing observer), rotated end for end only (bottom front facing observer), and rotated both front to back and end to end (bottom back facing observer). These four data sets provide an indication of whether the bending is due to the system itself or to tolerance in the alignment check coupon or gaging.

7.2.5.3 The zero strain point may be taken either before gripping or after gripping. The strain response of the alignment coupon is subsequently monitored during the gripping process, the tensile loading process, or both. Eq 1 and Eq 2 use these indicated strains to calculate the ratio of the percentage of bending strain to average extensional strain for each bending plane of the alignment coupon. Plotting percent bending versus axial average strain is useful in understanding trends in the bending behavior of the system.

7.2.5.4 Problems with failures during gripping would be reason to examine bending strains during the gripping process in the location near the grip. Concern over modulus data scatter would be reason to evaluate bending strains over the modulus evaluation force range for the typical transducer location. Excessive failures near the grips would be reason to evaluate bending strains near the grip at high loading levels. While the

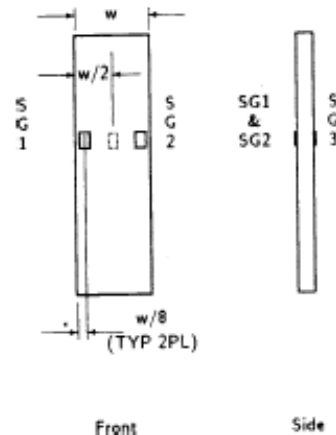


FIG. 1 Gage Locations for System Alignment Check Coupon

maximum advisable amount of system misalignment is material and location dependent, good testing practice is generally able to limit percent bending to a range of 3 to 5 % at moderate strain levels (>1000 $\mu\epsilon$). A system showing excessive bending for the given application should be readjusted or modified.

$$B_y = \frac{\epsilon_{ax} - \epsilon_b}{\epsilon_{ave}} \times 100 \quad (1)$$

$$B_z = \frac{2/3 (\epsilon_2 - \epsilon_1)}{\epsilon_{ave}} \times 100 \quad (2)$$

where:

- B_y = percent bending about system y axis (about the narrow plane), as calculated by Eq 1, %;
- B_z = percent bending about system z axis (about the wide plane), as calculated by Eq 2, %;
- ϵ_1, ϵ_2 , and ϵ_3 = indicated longitudinal strains displayed by Gages 1, 2, and 3, respectively, of Fig. 1, $\mu\epsilon$; and
- ϵ_{ave} = $((\epsilon_1 + \epsilon_2)/2 + \epsilon_3)/2$

NOTE 3—Experimental error may be introduced by sources such as poor system alignment, specimen preparation and strain gage precision and calibration. These sources of error may result in an average calculated strain (ϵ_{ave}) of 0, causing B_y and B_z (Eq 1 and Eq 2) to approach infinity as the average calculated strain is the denominator. To minimize the potential for this occurrence during system alignment evaluation, it is recommended that force be applied to the alignment coupon until all three strain gages measure positive strain of no less than 500 $\mu\epsilon$ with an ϵ_{ave} of no less than 1000 $\mu\epsilon$. If these conditions can not be met, the test configuration should be adjusted prior to performing further system alignment evaluation.

7.3 Strain-Indicating Device—Force-strain data, if required, shall be determined by means of either a strain transducer or an extensometer. Attachment of the strain-indicating device to the coupon shall not cause damage to the specimen surface. If Poisson's ratio is to be determined, the specimen shall be instrumented to measure strain in both longitudinal and lateral directions. If the modulus of elasticity is to be determined, the longitudinal strain should be simultaneously measured on opposite faces of the specimen to allow for a correction as a result of any bending of the specimen (see 11.6 for further guidance).

7.3.1 Bonded Resistance Strain Gage Selection—Strain gage selection is a compromise based on the type of material. An active gage length of 6 mm [0.25 in.] is recommended for most materials. Active gage lengths should not be less than 3 mm [0.125 in.].³ Gage calibration certification shall comply with Test Methods E251. When testing woven fabric laminates, gage selection should consider the use of an active gage length that is at least as great as the characteristic repeating unit of the weave. Some guidelines on the use of strain gages on composites follow. A general reference on the subject is Tuttle and Brinson.⁴

7.3.1.1 Surface preparation of fiber-reinforced composites in accordance with Practice E1237 can penetrate the matrix

³ A typical gage would have a 0.25-in. active gage length, 350- Ω resistance, a strain rating of 3 % or better, and the appropriate environmental resistance and thermal coefficient.

⁴ Tuttle, M. E. and Brinson, H. F., "Resistance-Foil Strain-Gage Technology as Applied to Composite Materials," *Experimental Mechanics*, Vol 24, No. 1, March 1984; pp. 54-66; errata noted in Vol 26, No 2, June 1986, pp. 153-154.

material and cause damage to the reinforcing fibers resulting in improper coupon failures. Reinforcing fibers should not be exposed or damaged during the surface preparation process. The strain gage manufacturer should be consulted regarding surface preparation guidelines and recommended bonding agents for composites pending the development of a set of standard practices for strain gage installation surface preparation of fiber-reinforced composite materials.

7.3.1.2 Consideration should be given to the selection of gages having larger resistances to reduce heating effects on low-conductivity materials. Resistances of 350 Ω or higher are preferred. Additional consideration should be given to the use of the minimum possible gage excitation voltage consistent with the desired accuracy (1 to 2 V is recommended) to reduce further the power consumed by the gage. Heating of the coupon by the gage may affect the performance of the material directly, or it may affect the indicated strain as a result of a difference between the gage temperature compensation factor and the coefficient of thermal expansion of the coupon material.

7.3.1.3 Consideration of some form of temperature compensation is recommended, even when testing at standard laboratory atmosphere. Temperature compensation is required when testing in nonambient temperature environments.

7.3.1.4 Consideration should be given to the transverse sensitivity of the selected strain gage. The strain gage manufacturer should be consulted for recommendations on transverse sensitivity corrections and effects on composites. This is particularly important for a transversely mounted gage used to determine Poisson's ratio, as discussed in Note 13.

7.3.2 Extensometers—For most purposes, the extensometer gage length should be in the range of 10 to 50 mm [0.5 to 2.0 in.]. Extensometers shall satisfy, at a minimum, Practice E83, Class B-1 requirements for the strain range of interest and shall be calibrated over that strain range in accordance with Practice E83. For extremely stiff materials, or for measurement of transverse strains, the fixed error allowed by Class B-1 extensometers may be significant, in which case Class A extensometers should be considered. The extensometer shall be essentially free of inertia lag at the specified speed of testing, and the weight of the extensometer should not induce bending strains greater than those allowed in 6.3.

NOTE 4—It is generally less difficult to perform strain calibration on extensometers of longer gage length as less precision in displacement is required of the extensometer calibration device.

7.4 Conditioning Chamber—When conditioning materials at nonlaboratory environments, a temperature/vapor-level-controlled environmental conditioning chamber is required that shall be capable of maintaining the required temperature to within $\pm 3^\circ\text{C}$ [$\pm 5^\circ\text{F}$] and the required relative vapor level to within $\pm 3\%$. Chamber conditions shall be monitored either on an automated continuous basis or on a manual basis at regular intervals.

7.5 Environmental Test Chamber—An environmental test chamber is required for test environments other than ambient testing laboratory conditions. This chamber shall be capable of maintaining the gage section of the test specimen at the required test environment during the mechanical test.

8. Sampling and Test Specimens

8.1 *Sampling*—Test at least five specimens per test condition unless valid results can be gained through the use of fewer specimens, such as in the case of a designed experiment. For statistically significant data, the procedures outlined in Practice E122 should be consulted. Report the method of sampling.

NOTE 5—If specimens are to undergo environmental conditioning to equilibrium, and are of such type or geometry that the weight change of the material cannot be properly measured by weighing the specimen itself (such as a tabbed mechanical coupon) then use another traveler coupon of the same nominal thickness and appropriate size (but without tabs) to determine when equilibrium has been reached for the specimens being conditioned.

8.2 *Geometry*—Design of mechanical test coupons, especially those using end tabs, remains to a large extent an art rather than a science, with no industry consensus on how to approach the engineering of the gripping interface. Each major composite testing laboratory has developed gripping methods for the specific material systems and environments commonly encountered within that laboratory. Comparison of these methods shows them to differ widely, making it extremely difficult to recommend a universally useful approach or set of approaches. Because of this difficulty, definition of the geometry of the test coupon is broken down into the following three levels, which are discussed further in each appropriate section:

Purpose	Degree of Geometry Definition
8.2.1 General Requirements	Mandatory Shape and Tolerances
8.2.2 Specific Recommendations	Nonmandatory Suggested Dimensions
8.2.3 Detailed Examples	Nonmandatory Typical Practices

8.2.1 General Requirements:

8.2.1.1 *Shape, Dimensions, and Tolerances*—The complete list of requirements for specimen shape, dimensions, and tolerances is shown in Table 1.

8.2.1.2 *Use of Tabs*—Tabs are not required. The key factor in the selection of specimen tolerances and gripping methods is the successful introduction of force into the specimen and the prevention of premature failure as a result of a significant discontinuity. Therefore, determine the need to use tabs, and specification of the major tab design parameters, by the end result: acceptable failure mode and location. If acceptable

failure modes occur with reasonable frequency, then there is no reason to change a given gripping method.

8.2.2 Specific Recommendations:

8.2.2.1 *Width, Thickness, and Length*—Select the specimen width and thickness to promote failure in the gage section and assure that the specimen contains a sufficient number of fibers in the cross section to be statistically representative of the bulk material. The specimen length should normally be substantially longer than the minimum requirement to minimize bending stresses caused by minor grip eccentricities. Keep the gage section as far from the grips as reasonably possible and provide a significant amount of material under stress and therefore produce a more statistically significant result. The minimum requirements for specimen design shown in Table 1 are by themselves insufficient to create a properly dimensioned and toleranced coupon drawing. Therefore, recommendations on other important dimensions are provided for typical material configurations in Table 2. These geometries have been found by a number of testing laboratories to produce acceptable failure modes on a wide variety of material systems, but use of them does not guarantee success for every existing or future material system.

8.2.2.2 *Gripping/Use of Tabs*—There are many material configurations, such as multidirectional laminates, fabric-based materials, or randomly reinforced sheet-molding compounds, which can be successfully tested without tabs. However, tabs are strongly recommended when testing unidirectional materials (or strongly unidirectionally dominated laminates) to failure in the fiber direction. Tabs may also be required when testing unidirectional materials in the matrix direction to prevent gripping damage.

8.2.2.3 *Tab Geometry*—Recommendations on important dimensions are provided for typical material configurations in Table 2. These dimensions have been found by a number of testing laboratories to produce acceptable failure modes on a wide variety of material systems, but use of them does not guarantee success for every existing or future material system. The selection of a tab configuration that can successfully produce a gage section tensile failure is dependent upon the coupon material, coupon ply orientation, and the type of grips being used. When pressure-operated nonwedge grips are used with care, squared-off 90° tabs have been used successfully. Wedge-operated grips have been used most successfully with tabs having low bevel angles (7 to 10°) and a feathered smooth transition into the coupon. For alignment purposes, it is essential that the tabs be of matched thickness.

8.2.2.4 *Friction Tabs*—Tabs need not always be bonded to the material under test to be effective in introducing the force into the specimen. Friction tabs, essentially nonbonded tabs held in place by the pressure of the grip, and often used with emery cloth or some other light abrasive between the tab and the coupon, have been successfully used in some applications. In specific cases, lightly serrated wedge grips (see Note 2) have been successfully used with only emery cloth as the interface between the grip and the coupon. However, the abrasive used must be able to withstand significant compressive forces. Some types of emery cloth have been found ineffective in this application because of disintegration of the abrasive.

TABLE 1 Tensile Specimen Geometry Requirements

Parameter	Requirement
Coupon Requirements:	
shape	constant rectangular cross-section
minimum length	gripping +2 times width + gage length
specimen width	as needed ^a
specimen width tolerance	±1 % of width
specimen thickness	as needed
specimen thickness tolerance	±4 % of thickness
specimen flatness	flat with light finger pressure
Tab Requirements (if used):	
tab material	as needed
fiber orientation (composite tabs)	as needed
tab thickness	as needed
tab thickness variation between	±1 % tab thickness
tabs	
tab bevel angle	5 to 90°, inclusive
tab stop at bevel to specimen	feathered without damaging specimen

^a See 8.2.2 or Table 2 for recommendations.

TABLE 2 Tensile Specimen Geometry Recommendations^a

Fiber Orientation	Width, mm [in.]	Overall Length, mm [in.]	Thickness, mm [in.]	Tab Length, mm [in.]	Tab Thickness, mm [in.]	Tab Bevel Angle, ^b
0° unidirectional	15 [0.5]	250 [100]	1.0 [0.040]	56 [2.25]	1.5 [0.062]	7 or 90
90° unidirectional	25 [1.0]	175 [7.0]	2.0 [0.080]	25 [1.0]	1.5 [0.062]	90
balanced and symmetric	25 [1.0]	250 [100]	2.5 [0.100]	emery cloth	—	—
random-discontinuous	25 [1.0]	250 [100]	2.5 [0.100]	emery cloth	—	—

^aDimensions in this table and the tolerances of Fig. 2 or Fig. 3 are recommendations only and may be varied so long as the requirements of Table 1 are met.

8.2.2.5 *Tab Material*—The most consistently used bonded tab material has been continuous E-glass fiber-reinforced polymer matrix materials (woven or unwoven) in a [0°/90]ns laminate configuration. The tab material is commonly applied at 45° to the force direction to provide a soft interface. Other configurations that have reportedly been successfully used have incorporated steel tabs or tabs made of the same material as is being tested.

8.2.2.6 *Bonded Tab Length*—When using bonded tabs, estimate the minimum suggested tab length for bonded tabs by the following simple equation. As this equation does not account for the peaking stresses that are known to exist at the ends of bonded joints. The tab length calculated by this equation should normally be increased by some factor to reduce the chances of joint failure:

$$L_{\min} = P_{\text{tab}}/2F_{\text{su}} \quad (3)$$

where:

- L_{\min} = minimum required bonded tab length, mm [in.];
- F_{su} = ultimate tensile strength of coupon material, MPa [psi];
- h = coupon thickness, mm [in.]; and
- F_{su} = ultimate shear strength of adhesive, coupon material, or tab material (whichever is lowest), MPa [psi].

8.2.2.7 *Bonded Tab Adhesive*—Any high-elongation (tough) adhesive system that meets the environmental requirements may be used when bonding tabs to the material under test. A uniform bondline of minimum thickness is desirable to reduce undesirable stresses in the assembly.

8.2.3 *Detailed Examples*—The minimum requirements for specimen design discussed in 8.2.1 are by themselves insufficient to create a properly dimensioned and toleranced coupon drawing. Dimensionally toleranced specimen drawings for both tabbed and untabbed forms are shown as examples in Fig. 2 (SI) and Fig. 3 (inch-pound). The tolerances on these drawings are fixed, but satisfy the requirements of Table 1 for all of the recommended configurations of Table 2. For a specific configuration, the tolerances on Fig. 2 and Fig. 3 might be able to be relaxed.

8.3 Specimen Preparation:

8.3.1 *Panel Fabrication*—Control of fiber alignment is critical. Improper fiber alignment will reduce the measured properties. Erratic fiber alignment will also increase the coefficient of variation. The specimen preparation method shall be reported.

8.3.2 *Machining Methods*—Specimen preparation is extremely important for this specimen. Mold the specimens individually to avoid edge and cutting effects or cut them from plates. If they are cut from plates, take precautions to avoid

notches, undercuts, rough or uneven surfaces, or delaminations caused by inappropriate machining methods. Obtain final dimensions by water-lubricated precision sawing, milling, or grinding. The use of diamond tooling has been found to be extremely effective for many material systems. Edges should be flat and parallel within the specified tolerances.

8.3.3 *Labeling*—Label the coupons so that they will be distinct from each other and traceable back to the raw material and in a manner that will both be unaffected by the test and not influence the test.

9. Calibration

9.1 The accuracy of all measuring equipment shall have certified calibrations that are current at the time of use of the equipment.

10. Conditioning

10.1 The recommended pre-test condition is effective moisture equilibrium at a specific relative humidity as established by Test Method D5229/D5229M; however, if the test requestor does not explicitly specify a pre-test conditioning environment, no conditioning is required and the test specimens may be tested as prepared.

10.2 The pre-test specimen conditioning process, to include specified environmental exposure levels and resulting moisture content, shall be reported with the test data.

Note 6—The term moisture, as used in Test Method D5229/D5229M, includes not only the vapor of a liquid and its condensate, but the liquid itself in large quantities, as for immersion.

10.3 If no explicit conditioning process is performed, the specimen conditioning process shall be reported as “unconditioned” and the moisture content as “unknown.”

11. Procedure

11.1 Parameters To Be Specified Before Test:

11.1.1 The tension specimen sampling method, coupon type and geometry, and conditioning travelers (if required).


11.1.2 The tensile properties and data reporting format desired.

Note 7—Determine specific material property, accuracy, and data reporting requirements before test for proper selection of instrumentation and data-recording equipment. Estimate operating stress and strain levels to aid in transducer selection, calibration of equipment, and determination of equipment settings.

11.1.3 The environmental conditioning test parameters.

11.1.4 If performed, the sampling method, coupon geometry, and test parameters used to determine density and reinforcement volume.

11.2 General Instructions:

 **D3039/D3039M - 14**

- DRAWING NOTES:**
1. INTERPRET DRAWING IN ACCORDANCE WITH ANSI Y14.5M-1982, SUBJECT TO THE FOLLOWING:
 2. ALL DIMENSIONS IN MILLIMETRES WITH DECIMAL TOLERANCES AS FOLLOWS:
NO DECIMAL X XX
 ±.3 ±.1 ±.3
 3. ALL ANGLES HAVE TOLERANCE OF ±.5°.
 4. PLY ORIENTATION DIRECTION TOLERANCE RELATIVE TO [A] WITHIN ±.5°.
 5. FINISH ON MACHINED EDGES NOT TO EXCEED 1.6 \sqrt{R} (SYMBOLOLOGY IN ACCORDANCE WITH ASA B46.1, WITH ROUGHNESS HEIGHT IN MICROMETRES.)
 6. VALUES TO BE PROVIDED FOR THE FOLLOWING, SUBJECT TO ANY RANGES SHOWN ON THE FIELD OF DRAWING: MATERIAL, LAY-UP, PLY ORIENTATION REFERENCE RELATIVE TO [A], OVERALL LENGTH, GAGE LENGTH, COUPON THICKNESS, TAB MATERIAL, TAB THICKNESS, TAB LENGTH, TAB BEVEL ANGLE, TAB ADHESIVE.
 7. NO ADHESIVE BUILDUP ALLOWED IN THIS AREA.

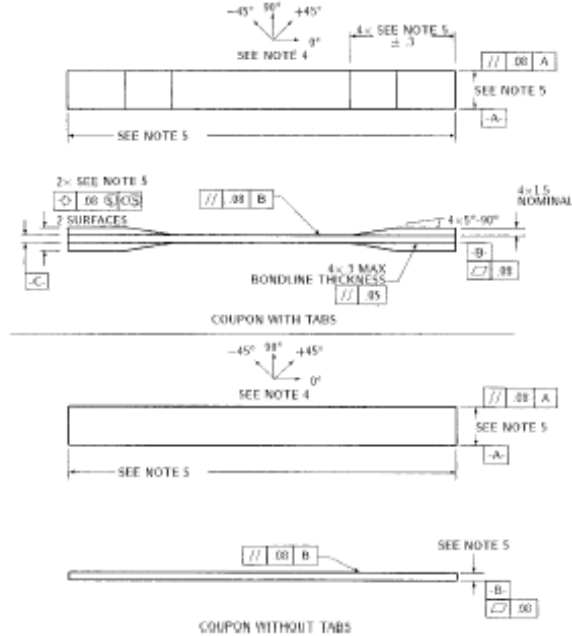


FIG. 2 Tension Test Specimen Drawing (S)

11.2.1 Report any deviations from this test method, whether intentional or inadvertent.

11.2.2 If specific gravity, density, reinforcement volume, or void volume are to be reported, then obtain these samples from the same panels being tension tested. Specific gravity and density may be evaluated by means of Test Methods D792. Volume percent of the constituents may be evaluated by one of the matrix digestion procedures of Test Method D3171, or, for certain reinforcement materials such as glass and ceramics, by the matrix burn-off technique of Test Method D2584. The void content equations of Test Methods D2734 are applicable to both Test Method D2584 and the matrix digestion procedures.

11.2.3 Following final specimen machining and any conditioning, but before the tension testing, determine the specimen area as $A = w \times h$, at three places in the gage section, and report the area as the average of these three determinations to the accuracy in 7.1. Record the average area in units of mm^2 (in^2).


11.3 *Speed of Testing*—Set the speed of testing to effect a nearly constant strain rate in the gage section. If strain control

is not available on the testing machine, this may be approximated by repeated monitoring and adjusting of the rate of force application to maintain a nearly constant strain rate, as measured by strain transducer response versus time. The strain rate should be selected so as to produce failure within 1 to 10 min. If the ultimate strain of the material cannot be reasonably estimated, initial trials should be conducted using standard speeds until the ultimate strain of the material and the compliance of the system are known, and the strain rate can be adjusted. The suggested standard speeds are:

11.3.1 *Strain-Controlled Tests*—A standard strain rate of 0.01 min^{-1} .

11.3.2 *Constant Head-Speed Tests*—A standard head displacement rate of 2 mm/min [0.05 in./min].

NOTE 8—Use of a fixed head speed in testing machine systems with a high compliance may result in a strain rate that is much lower than required. Use of wedge grips can cause extreme compliance in the system, especially when using compliant tab materials. In some such cases, actual strain rates 10 to 50 times lower than estimated by head speeds have been observed.

 D3039/D3039M - 14

DRAWING NOTES:

1. INTERPRET DRAWING IN ACCORDANCE WITH ANSI Y14.5M-1982, SUBJECT TO THE FOLLOWING:
2. ALL DIMENSIONS IN INCHES WITH DECIMAL TOLERANCES AS FOLLOWS:

.X	.XX	.XXX
±.1	±.05	±.01
3. ALL ANGLES HAVE TOLERANCE OF ± 5°.
4. PLY ORIENTATION DIRECTION TOLERANCE RELATIVE TO [-A-] WITHIN ± 5°.
5. FINISH ON MACHINED EDGES NOT TO EXCEED 64√ (SYMBOLY IN ACCORDANCE WITH ASA B46.1), WITH ROUGHNESS HEIGHT IN MICROINCHES.)
5. VALUES TO BE PROVIDED FOR THE FOLLOWING, SUBJECT TO ANY RANGES SHOWN ON THE FIELD OF DRAWING: MATERIAL, LAY-UP, PLY ORIENTATION REFERENCE RELATIVE TO [-A-], OVERALL LENGTH, GAGE LENGTH, COUPON THICKNESS, TAB MATERIAL, TAB THICKNESS, TAB LENGTH, TAB BEVEL ANGLE, TAB ADHESIVE.
6. NO ADHESIVE BUILDUP ALLOWED IN THIS AREA.

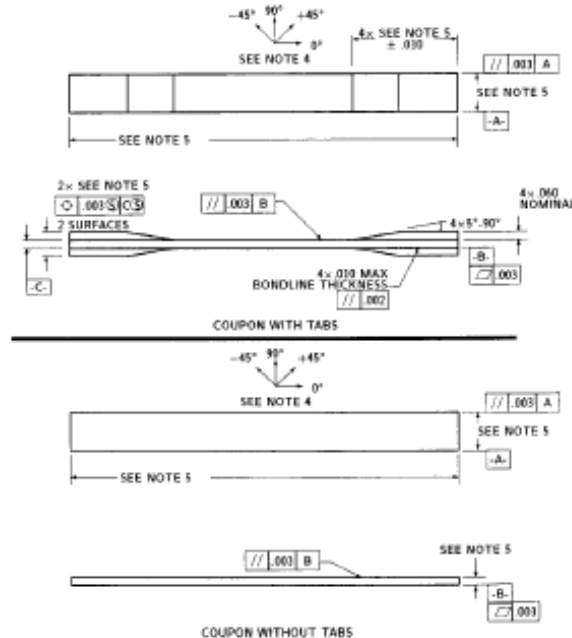


FIG. 3 Tension Test Specimen Drawing (inch-pound)

11.4 *Test Environment*—Condition the specimen to the desired moisture profile and, if possible, test under the same conditioning fluid exposure level. However, cases such as elevated temperature testing of a moist specimen place unrealistic requirements on the capabilities of common testing machine environmental chambers. In such cases, the mechanical test environment may need to be modified, for example, by testing at elevated temperature with no fluid exposure control, but with a specified limit on time to failure from withdrawal from the conditioning chamber. Modifications to the test environment shall be recorded. In the case where there is no fluid exposure control, the percentage moisture loss of the specimen prior to test completion may be estimated by placing a conditioned traveler coupon of known weight within the test chamber at the same time as the specimen is placed in the chamber. Upon completion of the test, the traveler coupon is removed from the chamber, weighed, and the percentage weight calculated and reported.

11.4.1 Store the specimen in the conditioned environment until test time, if the testing area environment is different than the conditioning environment.

11.5 *Specimen Insertion*—Place the specimen in the grips of the testing machine, taking care to align the long axis of the gripped specimen with the test direction. Tighten the grips, recording the pressure used on pressure controllable (hydraulic or pneumatic) grips.

NOTE 9—The ends of the grip jaws on wedge-type grips should be even with each other following insertion to avoid inducing a bending moment that results in premature failure of the specimen at the grip. When using untabbed specimens, a folded strip of medium grade (80 to 150 grit) emery cloth between the specimen faces and the grip jaws (grit-side toward specimen) provides a nonslip grip on the specimen without jaw serration damage to the surface of the specimen. When using tabbed specimens, insert the coupon so that the grip jaws extend approximately 1.0 to 1.5 mm [0.04 to 0.06 in.] past the beginning of the tapered portion of the tab. Coupons having tabs that extend beyond the grips are prone to failure at the tab ends because of excessive interlaminar stresses.

11.6 *Transducer Installation*—If strain response is to be determined attach the strain-indication transducer(s) to the specimen, symmetrically about the mid-span, mid-width location. Attach the strain-recording instrumentation to the transducers on the specimen.

11.6.1 When determining modulus of elasticity, it is recommended that at least one specimen per like sample be evaluated with back-to-back axial transducers to evaluate the percent bending, using Eq 4, at the average axial strain checkpoint value (the mid range of the appropriate chord modulus strain range) shown in Table 3. A single transducer can be used if the percent bending is no more than 3%. When bending is greater than 3% averaged strains from back-to-back transducers of like kind are recommended.

$$B_p = \frac{|\epsilon_f - \epsilon_b|}{|\epsilon_f + \epsilon_b|} \quad (4)$$

where:

ϵ_f = indicated strain from front transducer, $\mu\epsilon$;
 ϵ_b = indicated strain from back transducer, $\mu\epsilon$; and
 B_p = percent bending in specimen.

11.7 *Loading*—Apply the force to the specimen at the specified rate until failure, while recording data.

11.8 *Data Recording*—Record force versus crosshead displacement (and force versus strain, if extensometers are utilized) continuously or at frequent regular intervals. For this test method, a sampling rate of 2 to 3 data recordings per second and a target minimum of 100 data points per test are recommended. If a transition region or initial ply failures are noted, record the force, strain, and mode of damage at such points. Record the method used to determine the initial failure (visual, acoustic emission, etc.). If the specimen is to be failed, record the maximum force, the failure force, and the strain (or transducer displacement) at, or as near as possible to, the moment of rupture.

NOTE 10—Other valuable data that can be useful in understanding testing anomalies and gripping or specimen slipping problems includes force versus head displacement data and force versus time data.

11.9 *Failure Mode*—Record the mode and location of failure of the specimen. Choose, if possible, a standard description using the three-part failure mode code that is shown in Fig. 4.

12. Validation

12.1 Values for ultimate properties shall not be calculated for any specimen that breaks at some obvious flaw, unless such

flaw constitutes a variable being studied. Retests shall be performed for any specimen on which values are not calculated.

12.2 *Grip/Tab Failures*—Reexamine the means of force introduction into the material if a significant fraction of failures in a sample population occur within one specimen width of the tab or grip. Factors considered should include the tab alignment, tab material, tab angle, tab adhesive, grip type, grip pressure, and grip alignment.

13. Calculation

13.1 *Tensile Stress/Tensile Strength*—Calculate the ultimate tensile strength using Eq 5 and report the results to three significant figures. If the tensile modulus is to be calculated, determine the tensile stress at each required data point using Eq 6.

$$f^m = P^{max}/A \quad (5)$$

$$\sigma_i = P_i/A \quad (6)$$

where:

f^m = ultimate tensile strength, MPa [psi];
 P^{max} = maximum force before failure, N [lbf];
 σ_i = tensile stress at i th data point, MPa [psi];
 P_i = force at i th data point, N [lbf]; and
 A = average cross-sectional area from 11.2.3, mm^2 [$in.^2$].

13.2 *Tensile Strain/Ultimate Tensile Strain*—If tensile modulus or ultimate tensile strain is to be calculated, and material response is being determined by an extensometer, determine the tensile strain from the indicated displacement at each required data point using Eq 7 and report the results to three significant figures.

$$\epsilon_i = \delta_i/L_g \quad (7)$$

where:

ϵ_i = tensile strain at i th data point, $\mu\epsilon$;
 δ_i = extensometer displacement at i th data point, mm [in.]; and
 L_g = extensometer gage length, mm [in.].

13.3 Tensile Modulus of Elasticity

NOTE 11—To minimize potential effects of bending it is recommended that the strain data used for modulus of elasticity determination be the average of the indicated strains from each side of the specimen, as discussed in 7.3 and 11.6.

13.3.1 *Tensile Chord Modulus of Elasticity*—Select the appropriate chord modulus strain range from Table 3. Calculate the tensile chord modulus of elasticity from the stress-strain data using Eq 8. If data is not available at the exact strain range end points (as often occurs with digital data), use the closest available data point. Report the tensile chord modulus of elasticity to three significant figures. Also report the strain range used in the calculation. A graphical example of chord modulus is shown in Fig. 5.

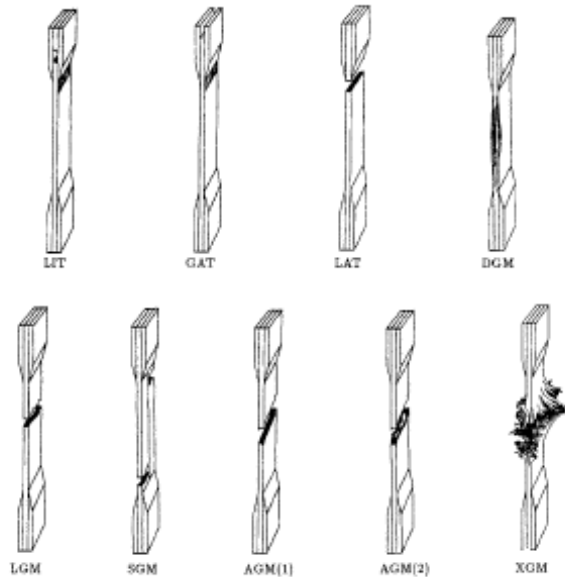
13.3.1.1 The tabulated strain ranges should only be used for materials that do not exhibit a transition region (a significant change in the slope of the stress-strain curve) within the given strain range. If a transition region occurs within the recommended strain range, then a more suitable strain range shall be used and reported.

TABLE 3 Specimen Alignment and Chord Modulus Calculation Strain Ranges

Tensile Chord Modulus Calculation Longitudinal Strain Range		Longitudinal Strain Checkpoint for Bending
Start Point $\mu\epsilon^a$	End Point $\mu\epsilon$	$\mu\epsilon$
1000 ^b	3000	2000

^a 1000 $\mu\epsilon$ = 0.001 absolute strain.

^b This strain range is to be contained in the lower half of the stress-strain curve. For materials that fail below 6000 $\mu\epsilon$, a strain range of 25 to 50% of ultimate is recommended.



First Character		Second Character		Third Character	
Failure Type	Code	Failure Area	Code	Failure Location	Code
Angled	A	Inside grip/tab	I	Bottom	B
edge Delamination	D	At grip/tab	A	Top	T
Grip/tab	G	< 1W from grip/tab	W	Left	L
Lateral	L	Gage	G	Right	R
Multi-mode	N(xyz)	Multiple areas	M	Middle	M
long. Splitting	S	Various	V	Various	V
explode	X	Unknown	U	Unknown	U
Other	O				

FIG. 4 Tensile Test Failure Codes/Typical Modes

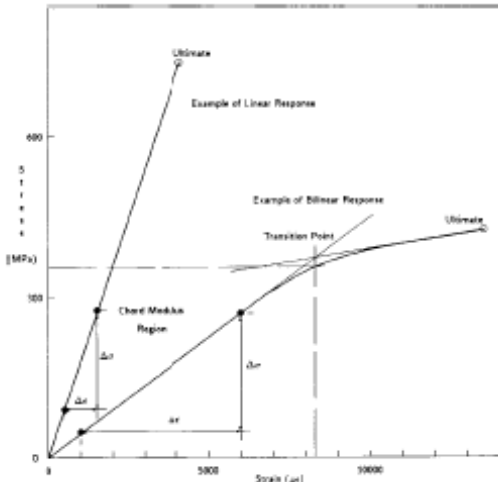


FIG. 5 Typical Tensile Stress-Strain Curves

$$E^{chord} = \Delta\sigma / \Delta\epsilon \quad (8)$$

where:

- E^{chord} = tensile chord modulus of elasticity, GPa [psi];
- $\Delta\sigma$ = difference in applied tensile stress between the two strain points of Table 3, MPa [psi]; and
- $\Delta\epsilon$ = difference between the two strain points of Table 3 (nominally 0.002).

13.3.2 *Tensile Modulus of Elasticity (Other Definitions)*—Other definitions of elastic modulus may be evaluated and reported at the user's discretion. If such data is generated and reported, report also the definition used, the strain range used, and the results to three significant figures. Test Method E111 provides additional guidance in the determination of modulus of elasticity.

NOTE 12—An example of another modulus definition is the secondary chord modulus of elasticity for materials that exhibit essentially bilinear stress-strain behavior. An example of secondary chord modulus is shown in Fig. 5.

13.4 *Poisson's Ratio:*

NOTE 13—If bonded resistance strain gages are being used, the error produced by the transverse sensitivity effect on the transverse gage will

generally be much larger for composites than for metals. An accurate measurement of Poisson's ratio requires correction for this effect. The strain gage manufacturer should be contacted for information on the use of correction factors for transverse sensitivity.

13.4.1 *Poisson's Ratio By Chord Method*—Select the appropriate chord modulus longitudinal strain range from Table 3. Determine (by plotting or otherwise) the transverse strain (measured perpendicular to the applied force), ϵ_p , at each of the two longitudinal strains (measured parallel to the applied force), ϵ_l , strain range end points. If data is not available at the exact strain range end points (as often occurs with digital data), use the closest available data point. Calculate Poisson's ratio by Eq 9 and report to three significant figures. Also report the strain range used.

$$v = -\Delta\epsilon_p/\Delta\epsilon_l \quad (9)$$

where:

- v = Poisson's ratio;
- $\Delta\epsilon_p$ = difference in lateral strain between the two longitudinal strain points of Table 3, $\mu\epsilon$; and
- $\Delta\epsilon_l$ = difference between the two longitudinal strain points of Table 3 (nominally either 0.001, 0.002, or 0.005).

13.4.2 *Tensile Poisson's Ratio (Other Definitions)*—Other definitions of Poisson's ratio may be evaluated and reported at the user's direction. If such data is generated and reported, report also the definition used, the strain range used, and the results to three significant figures. Test Method E132 provides additional guidance in the determination of Poisson's ratio.

13.5 *Transition Strain*—Where applicable, determine the transition strain from either the bilinear longitudinal stress versus longitudinal strain curve or the bilinear transverse strain versus longitudinal strain curve. Create a best linear fit or chord line for each of the two linear regions and extend the lines until they intersect. Determine to three significant digits the longitudinal strain that corresponds to the intersection point and record this value as the transition strain. Report also the method of linear fit (if used) and the strain ranges over which the linear fit or chord lines were determined. A graphical example of transition strain is shown in Fig. 5.

13.6 *Statistics*—For each series of tests calculate the average value, standard deviation and coefficient of variation (in percent) for each property determined:

$$\bar{x} = \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) / n \quad (10)$$

$$s_{n-1} = \sqrt{\left(\sum_{i=1}^n x_i^2 - n\bar{x}^2 \right) / (n-1)} \quad (11)$$

$$CV = 100 \times s_{n-1} / \bar{x} \quad (12)$$

where:

- \bar{x} = sample mean (average);
- s_{n-1} = sample standard deviation;
- CV = sample coefficient of variation, in percent;
- n = number of specimens; and
- x_i = measured or derived property.

14. Report

14.1 Report the following information, or references pointing to other documentation containing this information, to the

maximum extent applicable (reporting of items beyond the control of a given testing laboratory, such as might occur with material details or panel fabrication parameters, shall be the responsibility of the requestor):

- 14.1.1 The revision level or date of issue of this test method.
- 14.1.2 The date(s) and location(s) of the test.
- 14.1.3 The name(s) of the test operator(s).
- 14.1.4 Any variations to this test method, anomalies noticed during testing, or equipment problems occurring during testing.
- 14.1.5 Identification of the material tested including: material specification, material type, material designation, manufacturer, manufacturer's lot or batch number, source (if not from manufacturer), date of certification, expiration of certification, filament diameter, tow or yarn filament count and twist, sizing, form or weave, fiber areal weight, matrix type, prepreg matrix content, and prepreg volatiles content.
- 14.1.6 Description of the fabrication steps used to prepare the laminate including fabrication start date, fabrication end date, process specification, cure cycle, consolidation method, and a description of the equipment used.
- 14.1.7 Ply orientation stacking sequence of the laminate.
- 14.1.8 If requested, report density, volume percent reinforcement, and void content test methods, specimen sampling method and geometries, test parameters, and test results.
- 14.1.9 Average ply thickness of the material.
- 14.1.10 Results of any nondestructive evaluation tests.
- 14.1.11 Method of preparing the test specimen, including specimen labeling scheme and method, specimen geometry, sampling method, coupon cutting method, identification of tab geometry, tab material and tab adhesive used.
- 14.1.12 Calibration dates and methods for all measurement and test equipment.
- 14.1.13 Type of test machine, grips, jaws, grip pressure, alignment results, and data acquisition sampling rate and equipment type.
- 14.1.14 Results of system alignment evaluations, if any such were done.
- 14.1.15 Dimensions of each test specimen.
- 14.1.16 Conditioning parameters and results, use of travelers and traveler geometry, and the procedure used if other than that specified in the test method.
- 14.1.17 Relative humidity and temperature of the testing laboratory.
- 14.1.18 Environment of the test machine environmental chamber (if used) and soak time at environment.
- 14.1.19 Number of specimens tested.
- 14.1.20 Speed of testing.
- 14.1.21 Transducer placement on the specimen and transducer type for each transducer used.
- 14.1.22 If strain gages were used, the type, resistance, size, gage factor, temperature compensation method, transverse sensitivity, lead-wire resistance, and any correction factors used.
- 14.1.23 Stress-strain curves and tabulated data of stress versus strain for each specimen.
- 14.1.24 Percent bending results for each specimen so evaluated.

TABLE 4 Precision Statistics

Material	\bar{X}	$s\bar{X}$	S_p	S_n	$S_p/\bar{X}, \%$	$S_n/\bar{X}, \%$
Strength, ksi						
A	942.69	8.49	10.68	12.78	3.12	3.73
B	8.52	0.52	0.85	0.92	9.94	10.84
C	158.37	3.84	10.85	10.85	6.94	6.94
F	66.18	3.20	1.52	3.48	2.90	5.26
G	121.52	1.59	3.92	3.92	3.23	3.23
Modulus, Msi						
A	23.57	0.65	0.63	0.86	2.69	3.66
B	1.30	0.05	0.04	0.06	3.12	4.57
C	12.38	0.29	0.37	0.44	2.98	3.54
F	3.95	0.08	0.04	0.09	1.01	2.28
G	9.47	0.16	0.12	0.20	1.29	2.06
Failure Strain, %						
A	1.38	0.06	0.07	0.08	4.95	6.15
B	0.66	0.04	0.08	0.09	12.47	13.02
C	1.22	0.03	0.06	0.06	5.25	5.27
F	2.04	0.15	0.07	0.16	3.19	8.08
G	1.27	0.03	0.05	0.05	3.83	4.13

14.1.25 Individual strengths and average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population. Note if the failure force was less than the maximum force before failure.

14.1.26 Individual strains at failure and the average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population.

14.1.27 Strain range used for chord modulus and Poisson's ratio determination.

14.1.28 If another definition of modulus of elasticity is used in addition to chord modulus, describe the method used, the resulting correlation coefficient (if applicable), and the strain range used for the evaluation.

14.1.29 Individual values of modulus of elasticity, and the average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population.

14.1.30 If another definition of Poisson's ratio is used in addition to the chordwise definition, describe the method used, the resulting correlation coefficient (if applicable), and the strain range used for the evaluation.

14.1.31 Individual values of Poisson's ratio, and the average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population.

14.1.32 If transition strain is determined, the method of linear fit (if used) and the strain ranges over which the linear fit or chord lines were determined.

14.1.33 Individual values of transition strain (if applicable), and the average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population.

14.1.34 Failure mode and location of failure for each specimen.

15. Precision and Bias⁵

15.1 Precision:

15.1.1 The precision and bias of tension test strength and modulus measurements depend on strict adherence to the Test

Method D3039/D3039M and are influenced by mechanical and material factors, specimen preparation, and measurement errors.

15.1.2 Mechanical factors that can affect the test results include: the physical characteristics of the testing machine (stiffness, damping, and mass), accuracy of force application and displacement/strain measurement, speed of force application, alignment of test specimen with applied force, parallelism of the grips, grip pressure, and type of force control (displacement, strain, or force).

15.1.3 Material factors that can affect test results include: material quality and representativeness, sampling scheme, and specimen preparation (dimensional accuracy, tab material, tab taper, tab adhesive, and so forth).

15.1.4 The mean tensile strength for a strain rate sensitive, glass/epoxy tape composite testing in the fiber direction was found to increase by approximately two standard deviations with decreasing time to failure tested at the limits of the recommended time to failure prescribed in Test Method D3039/D3039M. This result suggest that caution must be used when comparing test data obtained for strain rate sensitive composite materials tested in accordance with this standard.

15.1.5 Measurement errors arise from the use of specialized measuring instruments such as load cells, extensometers and strain gages, micrometers, data acquisition devices, and so forth.

15.1.6 Data obtained from specimens that fracture outside the gage are should be used with caution as this data may not be representative of the material. Failure in the grip region indicates the stress concentration at the tab is greater than the natural strength variation of the material in the gage section. A tapered tab, bonded with a ductile low-modulus adhesive has a relatively low-stress concentration and should result in the lowest frequency of grip failures. Low-strength bias increases with the frequency of grip failures by an amount proportional to the stress concentration at the tab.

15.1.7 An interlaboratory test program was conducted where an average of five specimens each, of six different materials and lay-up configurations, were tested by nine different laboratories.⁶ Table 4 presents the precision statistics generated from this study as defined in Practice E691 for tensile strength, modulus, and failure strain. All data except that for Material B (90° lay-up) was normalized with respect to an average thickness. The materials listed in Table 4 are defined as:

- A IM-63501-6 uni-tape (0)n
- B IM-63501-6 uni-tape (90)n
- C IM-63501-6 uni-tape (90/0)n
- F Glass/epoxy fabric (7781 glass/Ciba R 7376 Epoxy)-warp aligned
- G Carbon/epoxy fabric (66108 carbon/Ciba R 6376)

15.1.8 The averages of the coefficients of variation are in Table 5. The values of S_p/\bar{X} and S_n/\bar{X} represent the repeatability and the reproducibility coefficients of variation, respectively.

⁵ A research report is available from ASTM International Headquarters. Request RR:D30-1003.

⁶ International Harmonization of Composite Materials—Phase I: Harmonization of ASTM D3039/D3039M and ISO 527-5, Final Report, ASTM Institute for Standards Research, April 1997.

TABLE 5 Averages of the Coefficients of Variation

Parameter	Average of $S_{n,R}$, %	Average of $S_{n,R}$, %
Strength	5.11	6.00
Modulus	2.22	3.22
Failure strain	5.94	7.32

These averages permit a relative comparison of the repeatability (within laboratory precision) and reproducibility (between laboratory precision) of the tension test parameters. Overall, this indicates that the failure strain measurements exhibit the least repeatability and reproducibility of all the parameters

measured while modulus was found to provide the highest repeatability and reproducibility of the parameters measured.

15.1.9 The consistency of agreement for repeated tests of the same material is dependent on lay-up configuration, material and specimen preparation techniques, test conditions, and measurements of the tension test parameters.

15.2 *Bias*—Bias cannot be determined for this test method as no acceptable reference standard exists.

16. Keywords

16.1 composite materials; modulus of elasticity; Poisson's ratio; tensile properties; tensile strength

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the ASTM website (www.astm.org/COPYRIGHT).

ANEXO 9 Norma ASTM D7028 (ASTM, Standar test metod for glass transition temperature (dma Tg) of polymer matrix composite by dynamic mechanical analysis., 2007);³



Designation: D7028 – 07 (Reapproved 2015)

Standard Test Method for Glass Transition Temperature (DMA Tg) of Polymer Matrix Composites by Dynamic Mechanical Analysis (DMA)¹

This standard is issued under the fixed designation D7028; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the procedure for the determination of the dry or wet (moisture conditioned) glass transition temperature (T_g) of polymer matrix composites containing high-modulus, 20 GPa ($> 3 \times 10^6$ psi), fibers using a dynamic mechanical analyzer (DMA) under flexural oscillation mode, which is a specific subset of the Dynamic Mechanical Analysis (DMA) method.

1.2 The glass transition temperature is dependent upon the physical property measured, the type of measuring apparatus and the experimental parameters used. The glass transition temperature determined by this test method (referred to as “DMA Tg”) may not be the same as that reported by other measurement techniques on the same test specimen.

1.3 This test method is primarily intended for polymer matrix composites reinforced by continuous, oriented, high-modulus fibers. Other materials, such as neat resin, may require non-standard deviations from this test method to achieve meaningful results.

1.4 The values stated in SI units are standard. The values given in parentheses are non-standard mathematical conversions to common units that are provided for information only.

1.5 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*²

D3878 Terminology for Composite Materials

D4065 Practice for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: Determination and Report of Procedures

D4092 Terminology for Plastics: Dynamic Mechanical Properties

D5229/D5229M Test Method for Moisture Absorption Properties and Equilibrium Conditioning of Polymer Matrix Composite Materials

E177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods

E691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

E1309 Guide for Identification of Fiber-Reinforced Polymer-Matrix Composite Materials in Databases (Withdrawn 2015)³

E1434 Guide for Recording Mechanical Test Data of Fiber-Reinforced Composite Materials in Databases (Withdrawn 2015)³

E1471 Guide for Identification of Fibers, Fillers, and Core Materials in Computerized Material Property Databases (Withdrawn 2015)³

E1640 Test Method for Assignment of the Glass Transition Temperature By Dynamic Mechanical Analysis

E1867 Test Method for Temperature Calibration of Dynamic Mechanical Analyzers

3. Terminology

3.1 *Definitions*—Terminology D3878 defines terms relating to polymer matrix composites. Terminology D4092 defines terms relating to dynamic mechanical property measurements on polymeric materials.

3.2 *Symbols:* E' = storage modulus

E'' = loss modulus

$\tan \delta = E''/E'$ = tangent delta

DMA Tg = glass transition temperature defined from dynamic mechanical analysis measurement

L = length of specimen

W = width of specimen

T = thickness of specimen

T_p = peak temperature from tangent delta curve

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D30 on Composite Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D30.04 on Laminas and Laminate Test Methods.

Current edition approved Aug. 1, 2015. Originally approved in 2007. Last previous edition approved in 2007 as D7028-07². Published August 2015. DOI: 10.1520/D7028-07E01R1.5.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ The last approved version of this historical standard is referenced on www.astm.org.

4. Summary of Test Method

4.1 A flat rectangular strip of laminate is placed in the DMA equipment and oscillated at a nominal frequency of 1 Hz. The specimen is heated at a rate of 5°C/min (9°F/min). The same loading frequency and heating rate is used for both dry and wet specimens (moisture conditioned) to allow for comparison. The temperature at which a significant drop in storage modulus (E') begins is assigned as the glass transition temperature (DMA T_g). The peak temperature of the tangent delta curve (T_δ) is identified along with DMA T_g for comparison purposes.

5. Significance and Use

5.1 This test method is designed to determine the glass transition temperature of continuous fiber reinforced polymer composites using the DMA method. The DMA T_g value is frequently used to indicate the upper use temperature of composite materials, as well as for quality control of composite materials.

6. Interferences

6.1 The standard testing machine shall be of the Dynamic Mechanical Analysis (DMA) type of instrument that operates with forced oscillation and applies a flexural loading mode (either three-point bend or dual cantilever) to the test specimen. Refer to Practice D4065 for a summary of various other DMA practices. Other loading modes (such as tensile, torsion or shear) may produce different test results. If another equipment type or loading mode is used the non-standard approach shall be described in the report and the test result recorded as non-standard.

6.2 A fixed frequency of 1 Hz is standard in this test method. In general, for a given material, a higher testing frequency produces a higher DMA T_g value than this standard, while use of the resonance mode will yield a different DMA T_g that may be either higher or lower than the standard. If a non-standard frequency, or the resonance mode, is used, the non-standard approach shall be described in the report and the test result recorded as non-standard.

6.3 A heating rate of $5 \pm 1^\circ\text{C}/\text{min}$ ($9 \pm 2^\circ\text{F}/\text{min}$) is standard in this test method. A change in heating rate will affect the glass transition temperature result; the standard heating rate is the best available compromise for comparing DMA T_g results of dry and wet laminates. If a different heating rate is used it shall be described in the report and the result recorded as non-standard.

NOTE 1—Users should be advised that a heating rate of 5°C/min represents a compromise between various issues related to T_g measurement precision and bias. It is widely known that heat transfer limitations are more pronounced in DMA apparatus compared to other thermal analysis techniques, such as differential scanning calorimetry (DSC) and thermo-mechanical analysis (TMA). For greatest precision, it has been recommended that heating rates be 2°C/min or less. Test Method E1640 specifies a heating rate of 1°C/min. However, in many cases 5°C/min is recommended as a compromise between T_g measurement accuracy and test method convenience, especially for wet laminate measurements, since the slower heating rate will cause specimen drying that will itself bias the results.

6.4 Purge gas type and flow rate and the position of the thermocouple can affect the DMA T_g test result and shall be

noted and reported. The same conditions shall be used for both calibration and testing runs. Instrumentation manufacturer recommendations should be followed.

6.5 It is standard in this test method that one of the major fiber directions shall be parallel to the length of the specimen. The span-to-depth ratio, ply orientation, and ply stacking sequence of a specimen with respect to the testing fixture have a profound effect on the DMA T_g result. A meaningful comparison of data requires that the specimen configuration be the same. A non-standard specimen configuration shall be described in the report and the result recorded as non-standard.

6.6 The standard definition in this test method for DMA T_g is based on intersecting two tangent lines from a semi-logarithmic plot of the storage modulus versus temperature. Other T_g definitions typically produce different test results. For example, a linear plot scale will result in a lower value of DMA T_g. A non-standard DMA T_g definition shall be described in the report and the result recorded as non-standard. For comparison purposes the peak temperature of the tangent delta curve (T_δ) is identified along with DMA T_g.

7. Apparatus

7.1 *Micrometer*, suitable for reading to 0.025 mm (0.001 in.) accuracy for measuring the specimen thickness and width.

7.2 *Caliper*, suitable for reading to 0.025 mm (0.001 in.) accuracy for measuring the specimen length and instrument clamping distance.

7.3 *Dynamic Mechanical Analyzer (DMA)*, with oven capable of heating to above the glass transition temperature and of controlling the heating rate to the specified value.

8. Sampling and Test Specimens

8.1 Two specimens shall be tested for each sample. If the testing is part of a designed experiment, other sampling techniques may be used if described in the test plan.

8.2 Consult the instrument manufacturer's manual for specimen size. A span-to-thickness ratio greater than ten is recommended. Specimen absolute size is not fixed by this method as various dynamic mechanical analyzers require different sizes. Depending on the analyzer, typical specimen size can range from $56 \pm 4 \times 12 \pm 1 \times 2.0 \pm 0.5$ mm ($2.21 \pm 0.16 \times 0.47 \pm 0.04 \times 0.08 \pm 0.02$ in.) (L × W × T) to $22 \pm 1 \times 3 \pm 1 \times 1.0 \pm 0.5$ mm ($0.9 \pm 0.04 \times 0.12 \pm 0.04 \times 0.04 \pm 0.02$ in.).

8.3 One of the major fiber directions in the specimen shall be oriented along the length axis of the specimen. It is standard that one of the major fiber directions shall be parallel to the length of the specimen, and specimens containing only off-axis plies shall not be used. Any deviations from the standard orientation shall be reported and the test results noted as non-standard.

8.4 The specimen surfaces shall be flat, clean, straight, and dry to prevent slippage in the grips and mitigate any effects due to moisture. Opposite surfaces must be essentially parallel and intersecting surfaces perpendicular. Tolerances in thickness and width must be better than $\pm 2\%$.

8.5 The selected sample shall be taken from a representative portion of the laminate. Laminate edges or other irregularities created in the laminate by mold or bagging techniques should be avoided.

9. Calibration

9.1 The DMA equipment shall be calibrated in accordance with Test Method E1867 for temperature signals and in accordance with the equipment manufacturer's recommendation for the storage modulus. The equipment must be calibrated in the same loading mode as will be used for testing, either dual cantilever or three-point bending. The temperature calibration points must span the DMA T_g result.

10. Conditioning

10.1 Moisture has significant effect on DMA T_g. Therefore, it is recommended that the test specimens should be weighed before and after DMA T_g testing to quantify the moisture change in the specimen resulting from the DMA T_g test.

10.2 *Dry Specimens*—To minimize the presence of moisture in the specimens, dry specimens must be conditioned prior to testing by using either of the following techniques:

10.2.1 Dry the specimens in an oven in accordance with Test Method D5229/D5229M, Procedure D, then stored until test in a desiccator or sealed MIL-PRF-131⁴ (or equivalent) aluminized bag, or

10.2.2 Store the material in a desiccator or sealed aluminized bag immediately after material curing (lamination), where the material shall remain except for the minimum time required for removal during specimen preparation and testing. The maximum time between cure (lamination) and testing shall be 30 days, after which, prior to testing, specimens shall be oven-dried in accordance with 10.2.1.

10.3 *Wet Specimens*—Condition in accordance with Test Method D5229/D5229M, Procedure B. The conditioned specimens shall be tested within 30 minutes after removal from the conditioning chamber, or stored in sealed MIL-PRF-131 (or equivalent) aluminized bag until test.

11. Procedure

11.1 *Test Specimen*—Measure the specimen thickness and width to 0.025 mm (0.001 in.) and record. Measure the specimen length to 0.025 mm (0.001 in.) and record. Weigh the specimen to the nearest milligram (0.001 g) and record.

11.2 *Specimen Installation*—Install the specimen in the DMA test equipment oven based upon clamping method to be employed.

11.3 *Positioning of Specimen*—Follow the manufacturer's procedure for positioning the specimen in the clamps. Generally, the specimen should be centered between the clamp faces and be parallel to the base of the instrument. Mount the specimen in dual cantilever mode or three-point bending mode.

11.4 *Heating Rate*—The standard heating rate is 5 ± 1°C/min (9 ± 2°F/min). The same heating rate shall be used for all samples whose results are to be compared. Any deviations from this heating rate shall be noted in the report and the result shall be reported as non-standard.

11.5 *Frequency*—The standard frequency to be used in this standard is 1 Hz, and the instrument should be operated in constant strain mode.

11.6 *Strain Amplitude*—The maximum strain amplitude should be kept within the linear viscoelastic range of the material. Strains of less than 0.1 % are standard.

11.7 *Temperature Range*—Program the run to begin at room temperature or a temperature at least 50°C (90°F) below the estimated DMA T_g and to end at a temperature at least 50°C (90°F) above DMA T_g, but below decomposition temperature.

11.8 *Purge Gas Flow Rate*—Follow the manufacturer's manual or recommendations to set the purge gas flow rate. Five litres/minute (0.2 CFM) is a typical purge gas flow rate setting. For some types of dynamic mechanical analyzers, a purge gas flow setting is not required.

11.9 *Thermocouple Positioning*—Follow the manufacturer's manual or recommendations to position the thermocouple. Typically the thermocouple should be as close to the sample as possible.

11.10 *Test*—Conduct DMA T_g measurements using the instrument settings specified and record the load and displacement data as a function of temperature. Allow the oven to cool before removing the specimen. Weigh the specimen after the test to the nearest milligram (0.001 g) after the removal from the oven and record.

11.11 *Specimen Examination*—Examine the specimen after the test and inspect for any visual anomalies (that is, delamination, blisters, cracks, etc.). Record any visual anomalies observed.

12. Interpretation of Results

12.1 *Glass Transition Temperature (DMA T_g)*—Plot the logarithm of storage modulus (E') and linear tangent delta (tan δ) versus the linear temperature (Fig. 1). During the glass transition, the storage modulus of the composite material is significantly reduced. The DMA T_g is determined to be the intersection of two tangent lines from the storage modulus by this test method. The first tangent line (Line A, Fig. 1) is selected at a temperature before the transition. This temperature is designated as TA. The second tangent line (Line B, Fig. 1) is constructed at the inflection point to approximately the midpoint of the storage modulus drop. This temperature is designated as TB. The two tangent lines are intersected, and temperature corresponding to this intersection point is recorded as the DMA T_g. See Appendix X1 for additional guidelines to draw tangent lines.

12.2 *Tangent Delta (δ) peak (T_p)*—The peak temperature of the tangent delta curve (T_p) is identified and reported (Fig. 1).

13. Validation

13.1 Any specimen that has an obvious flaw or deviation from the requirements of this test method may be rejected. A

⁴MIL-PRF-131, Barrier Materials, Watervaportproof, Greaseproof, Flexible, Heat-Sealable. Available at <http://assist.daps.dau.mil> or from the Standardization Document Order Desk, 700 Robbins Avenue, Building 4D, Philadelphia, PA 19111-5094.

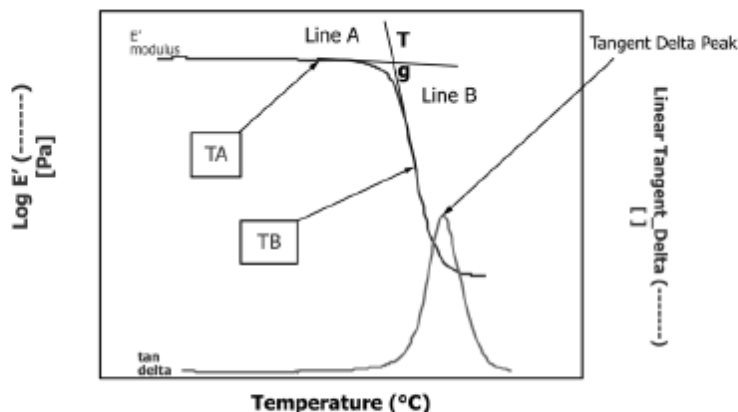


FIG. 1 Construction of Storage Modulus Glass Transition Temperature

new or spare specimen shall be prepared from the same material package and tested to replace any specimens rejected per this paragraph.

13.2 Test results may be discarded for any conditions which compromise the integrity of the test. Should the results be retained, then these conditions shall be described in the test report. Specific examples include:

13.2.1 Cracks evident in the specimen after the test. This could indicate that the sample was taken from a defective portion of the laminate.

13.2.2 An irregularity of the plotted curve, such as change in slope, other than that due to the glass transition, or excessive noise. It is possible that more than one transition exists, but this should be confirmed by a separate run.

13.2.3 Slippage of the specimen in the grips.

14. Report

14.1 Report the following information, or references pointing to other documentation containing this information, to the maximum extent applicable (reporting of items beyond the control of a given testing laboratory, such as might occur with material details or panel fabrication parameters, shall be the responsibility of the requestor):

NOTE 2—Guides E1309, E1434, and E1471 contain data reporting recommendations for composite materials and composite materials mechanical testing.

14.1.1 The revision level or date of issue of this test method.

14.1.2 The name(s) of the test operator(s).

14.1.3 Any variations to this test method, anomalies noticed during testing, or equipment problems occurring during testing.

14.1.4 Identification of all the materials constituent to the plate specimen tested, including for each: material specification, material type, manufacturer's material designation, manufacturer's batch or lot number, source (if not from manufacturer), date of certification, expiration of certification, filament diameter, tow or yarn filament count and

twist, sizing, form or weave, fiber areal weight, matrix type, matrix content, and volatiles content.

14.1.5 Description of the fabrication steps used to prepare the parent laminate including: fabrication start date, fabrication end date, process specification, cure cycle, consolidation method, and a description of the equipment used.

14.1.6 Ply orientation and stacking sequence of the laminate, relative to the longitudinal (long) dimension.

14.1.7 If requested, report density, volume percent reinforcement, and void content test methods, specimen sampling method and geometries, test parameters, and test results.

14.1.8 Method of preparing the test specimen, including specimen labeling scheme and method, specimen geometry, sampling method, and specimen cutting method.

14.1.9 Calibration dates and methods for all measurements and test equipment.

14.2 Report the following information:

14.2.1 Date of test.

14.2.2 Test span length and thickness.

14.2.3 Specimen conditioning history including weight gain or weight loss of specimen.

14.2.4 Instrument brand name, type, or model number.

14.2.5 Specimen loading condition and clamping details.

14.2.6 Heating rate and loading frequency.

14.2.7 Flow rate and type of the purge gas.

14.2.8 Any non-standard testing or data reduction parameters, including heating rate and loading frequency.

14.2.9 Deformation amplitude or strain.

14.2.10 Test results, including DMA T_g, peak tangent delta value (T_g), TA, TB, the method for DMA T_g determination, and comments on any irregularities or unexpected results.

14.2.11 Sample weight before and after DMA T_g testing and weight loss percentage.

TABLE 1 Precision Statistics

Material	\bar{X}	S_x	S_{Rx}	r	R	S_x/\bar{X}	S_{Rx}/\bar{X}
DMA Tg (°C), Dry							
A	129	0.33	5.83	0.93	16.3	0.26	4.53
B	176	1.75	6.70	4.91	18.8	1.00	3.82
C	256	1.12	9.19	3.13	25.7	0.44	3.59
D	292	1.69	7.16	4.73	20.1	0.65	2.74
DMA Tg (°C), Wet							
A	79	1.03	6.55	2.88	18.3	1.30	8.31
B	120	1.41	7.03	3.96	19.7	1.18	5.85
C	190	0.41	7.70	1.14	21.6	0.22	4.06
D	190	2.27	9.23	6.35	25.9	1.19	4.85

15. Precision and Bias⁵

15.1 Precision:

15.1.1 The precision of the DMA Tg measurements depend on strict adherence to this test method and are influenced by mechanical and material factors, specimen preparation, and measurement errors.

15.1.2 Mechanical factors that can affect the test results include: the physical characteristics of the DMA testing equipment (stiffness, damping, and mass), accuracy of the loading and deflection measurements, loading frequency, alignment of the test specimen in the clamping device, clamping distance, thermocouple location.

15.1.3 Material factors that can affect test results include: material quality and representativeness, sampling scheme, and specimen preparation (surface quality, flatness, fiber alignment, aspect ratio, and so forth).

15.1.4 An interlaboratory test program was conducted where an average of two specimens each, of four different materials and layup configurations, were tested by seven different laboratories. The specimens were conditioned to both dry and wet environments per Test Method D5229/D5229M. Table 1 presents the precision statistics generated from this study as defined in Practice E691 for DMA Tg dry and wet values. The materials listed in Table 1 are defined as:

- A Glass/Epoxy Fabric (90/0)₁₀ layup
- B Carbon/Epoxy Tape (90/0)₂₄ layup
- C Carbon/Bismaleimide Tape (90/0)₂₄ layup
- D Carbon/Bismaleimide Fabric (90/0)₁₂ layup

15.1.5 The averages of the coefficient of variation are shown in Table 2. The values of S_x/\bar{X} and S_{Rx}/\bar{X} represent the repeatability and the reproducibility coefficients of variation. These averages allow a relative comparison of the repeatability (within laboratory precision) and reproducibility (between laboratory precision) of the DMA Tg test parameters. These values indicate that the material factors did not have a significant impact on repeatability and reproducibility of the DMA Tg values measured. The DMA Tg dry values were found to exhibit higher repeatability and reproducibility than the DMA Tg wet values.

15.2 Bias—Bias cannot be determined for this test method as no acceptable reference standard exists.

16. Keywords

16.1 composite; DMA; dynamic mechanical analysis; glass transition temperature; polymer matrix composite

TABLE 2 Averages of the Coefficient of Variation

Parameter	Average of S_x/\bar{X} , %	Average of S_{Rx}/\bar{X} , %
DMA Tg Dry	0.59	3.7
DMA Tg Wet	0.97	5.8

⁵A research report is available from ASTM Headquarters. Request RR-D30-1004.

APPENDIX

(Nonmandatory Information)

XI. EXAMPLES FOR INTERPRETATION OF RESULTS

XI.1 The DMA Tg is determined by this test method to be the intersection of two tangent lines from the storage modulus. Examples are shown in this appendix to provide graphical illustrations of how to select the two tangent lines.

XI.2 Fig. XI.1 shows an ideal DMA thermogram. It is ideal because the glass transition is clearly displayed. Before the transition the storage modulus is relatively constant, the sigmoidal change during transition is clear, and after the

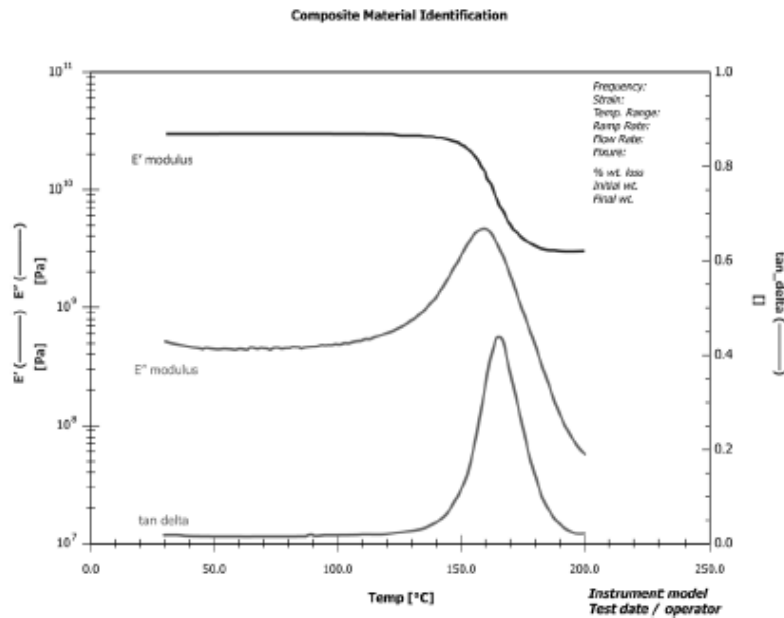
transition the storage modulus is relatively constant.⁶ As described in 12.1, the first tangent line is selected at a temperature before the transition and the second tangent line is constructed at the inflection to mid-point of the modulus drop. Using this approach the intersection point is drawn as shown in

⁶In Fig. XI.1 the loss modulus (E'') and tangent delta (tan delta) curves are also plotted. Alternative definitions of glass transition temperature such as the peak of the loss modulus or of the tan delta have been reported in literature.

Fig. X1.2. If the two tangent lines are constructed from temperatures too close to the transition, the intersection is depicted as shown in Fig. X1.3. On the other hand, if the two tangent lines are constructed at temperatures too far away from the transition, the intersection is depicted in Fig. X1.4. Figs. X1.3 and X1.4 illustrate that not following the approach of this test method can cause the intersection temperature of an ideal thermogram to vary by 3°C (5°F).

X1.3 Fig. X1.5 shows a non-ideal DMA thermogram. In this example the transition is less clear than the thermogram of Fig. X1.1. Before the transition the storage modulus continues to

slope downward and after the transition the storage modulus continues to slope downward. Using the approach of this test method the intersection point is drawn as shown in Fig. X1.6. If the two tangent lines are constructed from temperatures too close to the transition, the intersection is depicted as shown in Fig. X1.7. On the other hand, if the two tangent lines are constructed at temperatures too far away from the transition, the intersection is depicted in Fig. X1.8. Figs. X1.7 and X1.8 illustrate that not following the approach of this test method can cause the intersection temperature of a non-ideal thermogram to vary by 8°C (14°F).



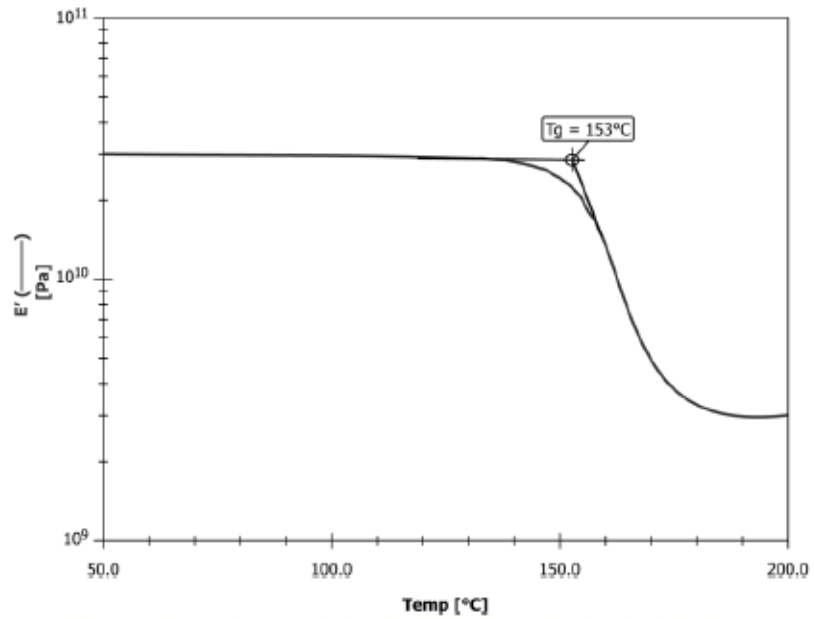


FIG. X1.2 An Example of the Determination of the DMA Tg Value as Described in this Test Method

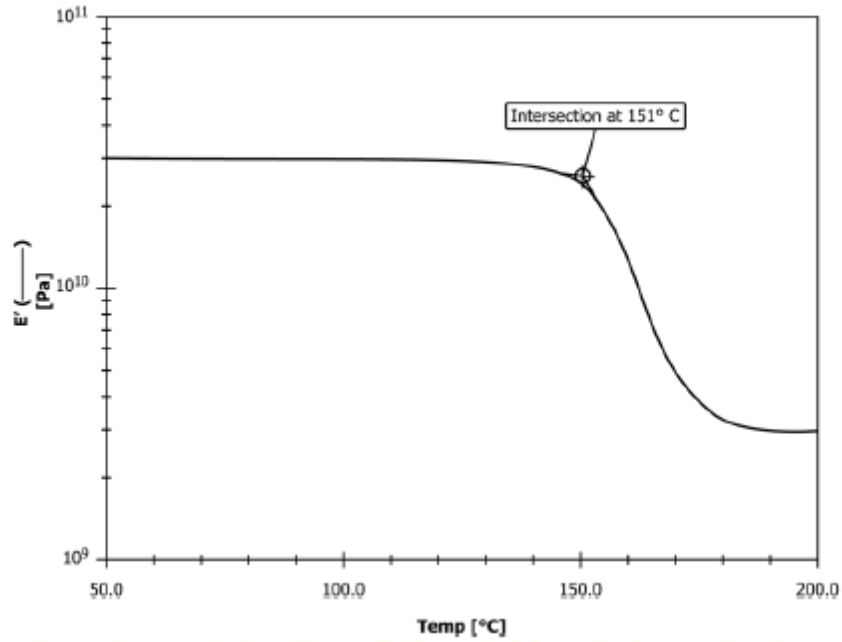


FIG. X1.3 An Example of the Intersection Drawn Where the First Tangent Line is Selected Too Close to the Transition and the Second Tangent Line is Selected Too Close to the Transition for the DMA T_g value.

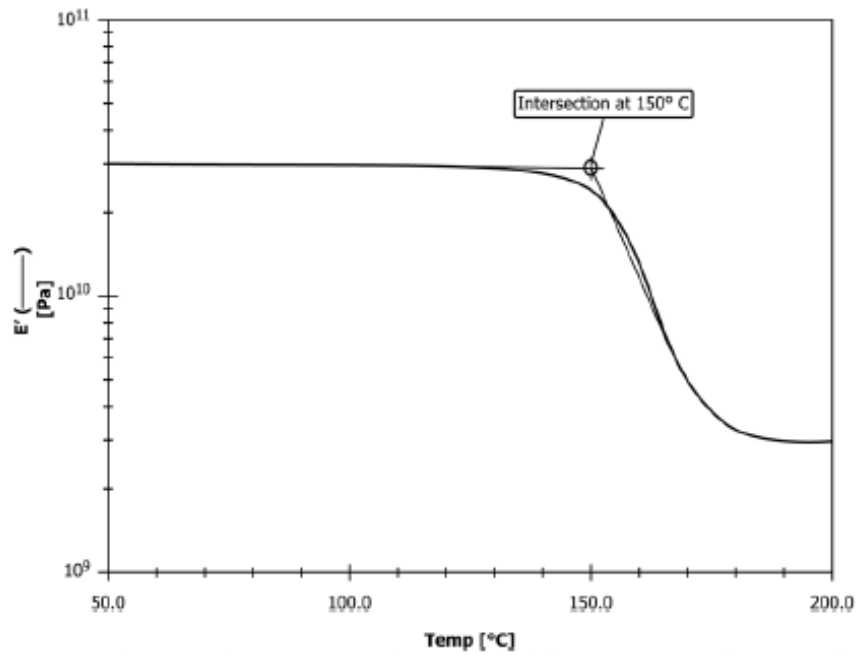


FIG. X1.4 An Example of the Intersection Drawn Where the First Tangent Line is Selected Too Far Away from the Transition and the Second Tangent Line is Selected Below the Mid-Point of the Modulus Drop for the DMA T_g Value

Composite Material Identification

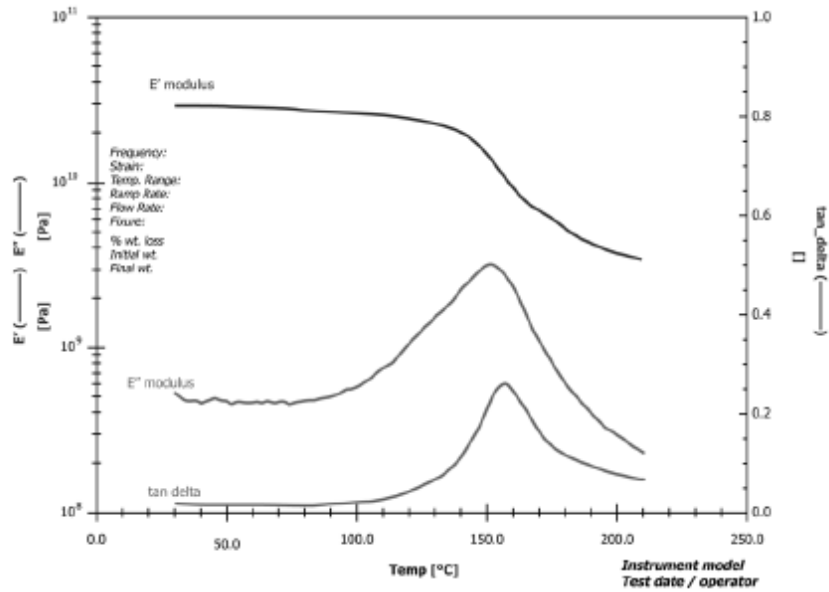


FIG. X.1.5 An Example of a Non-Ideal DMA Thermogram Showing Storage Modulus, Loss Modulus, and Tan Delta from a Moisture Conditioned Laminate for DMA Tg Wet Values

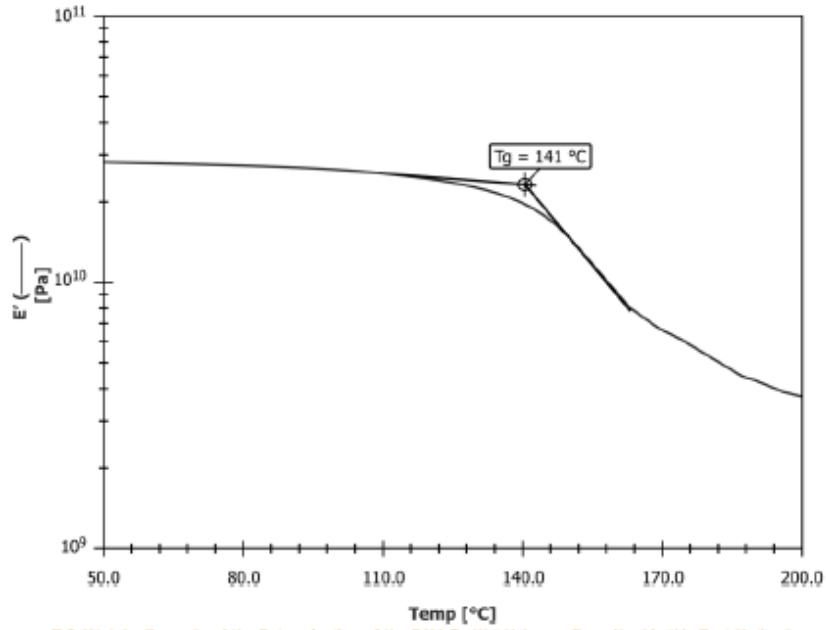


FIG. X1.6 An Example of the Determination of the DMA Tg Wet Value as Described in this Test Method

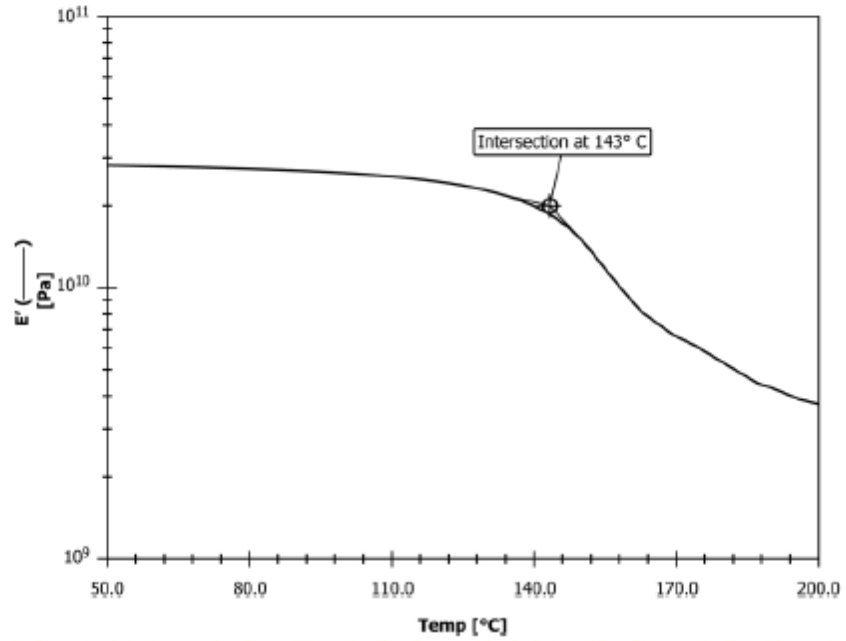


FIG. X1.7 An Example of the Intersection Drawn Where the First Tangent Line is Selected Too Close to the Transition and the Second Tangent Line is Selected Too Close to the Transition for the DMA Tg Wet Value

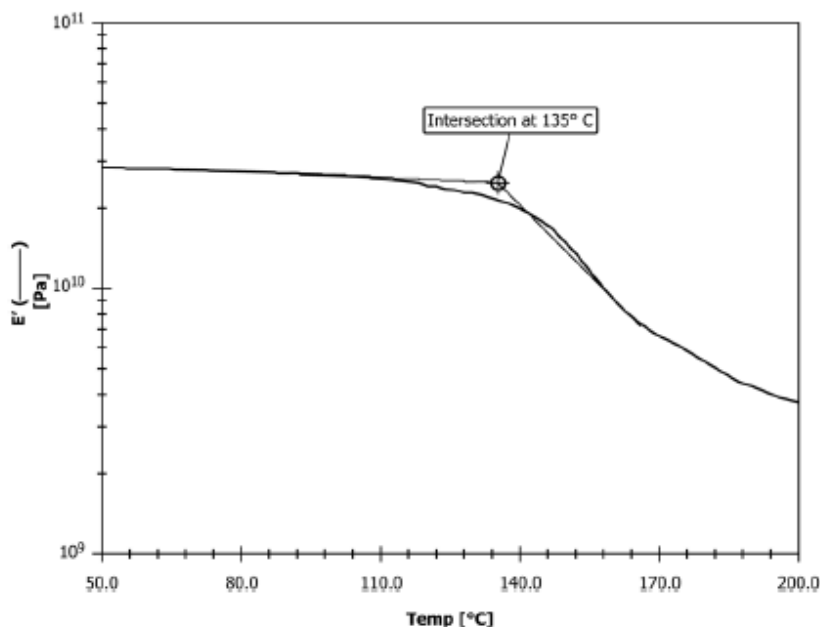


FIG. X1.8 An Example of the Intersection Drawn Where the First Tangent Line is Selected Too Far Away From the Transition and the Second Tangent Line is Selected Below the Mid-Point of the Modulus Drop for the DMA T_g Wet Values

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either approved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy this standard may also be secured from the Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 846-2600; <http://www.copyright.com/>

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AFRA – Aircraft Fleet Recycling Association. (n.d.). Retrieved Feb 25, 2017, from www.afraassociation.org.
- ASTM. (2004). Standar test method for tensile properties of polymer matrix composite materials.
- ASTM. (2007). Standar test metod for glass transition temperature (dma Tg) of polymer matrix composite by dynamic mechanical analysis.
- ASTM. (2015). Standar test method for flexural properties of polymer materials composite materials.
- Beer, F. P., & E Rousell Johnston, J. (1993, 1982.). *Mecánica de materiales*. Bogota, Colombia: Mc Graw-Hill.
- C Velasco-Santos, A. L.-H.-C.-C. (2002). Chemical functionalization of carbon nanotubes through an organosilane.
- Carlos Velasco-Santos, A. L.-H. (2011). Influence of Silanization Treatment on Thermomechanical Properties of Multiwalled Carbon Nanotubes: Poly(methylmethacrylate) Nanocomposites.
- Cevdet Kaynak, C. C. (2003). Use of silane coupling agents to improve epoxy–rubber interface.
- Coates, J. (2000). Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach. *Encyclopedia of Analytical Chemistry*. Chichester: R.A. Meyers.
- George, M. (2009). Carbon recycling a soluble problem, Reinforced plastics. .
- Inc., E. (2013). Bioconjugate Techniques (Third Edition). In G. T. Hermanson, *Bioconjugate Techniques*.
- Jian Shi, L. B. (2011). Reusing recycled fibers in high-value fiber-reinforced polymer composites: Improving bending strength by surface cleaning.
- Linghui Meng, D. F. (2012). Comparison studies of surface cleaning methods for PAN-based carbon fibers with acetone, supercritical acetone and subcritical alkali aqueous solutions.
- Nochebuena, C. A. (2012). Análisis del daño por fatiga a flexión de un material compuesto tejido de fibra de carbono y resina epóxica. *Tesis*. Querétaro, México.
- PS Newswire. (2011, Aug 29). (Composite Structures Usage Trends in Commercial Aircraft. (PRNewsFoto/Alliant Techsystems)) Retrieved Feb 25, 2017, from <http://www.prnewswire.com/news-releases/atk-opens-acce-facility-to-handle-1-billion-commercial-aircraft-orders-128602568.html>
- R. Deo, J. S. (2001). Low-cost composite materials and structures. Loen, Norway: Papers presented at the RTO Applied Vehicle Technology.
- reg. (gdf). gdf. gff: fg.
- SJ, P. (2006). Recycling Technologies for termoset composites materials – Current status.
- Soraia Pimenta, S. T. (2010). Recycling carbon fibre reinforced polymers for structural applications: Technology.

STEPENENGO, F. (2011). Materiales y material primas.- Materiales Compuestos-
Encuentro. Buenos Aires Argentina.
yo. (2189). *tu. qro*: elsevier.
Yongxiang Yang, R. B.-J. (2011). Recycling of composite materials.