Trabajo Fin de Grado Grado en Ingeniería de las Tecnologías Industriales

Diseño y fabricación de probetas cruciformes para ensayos de carga transversal biaxial en laminados unidireccionales

Autor: Serafín Sánchez Carmona Tutores: Alberto Barroso Caro Elena Correa Montoto

> Dep. Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras Escuela Técnica Superior de Ingeniería Universidad de Sevilla Sevilla, 2014





Trabajo Fin de Grado Grado en Ingeniería de las Tecnologías Industriales

Diseño y fabricación de probetas cruciformes para ensayos de carga transversal biaxial en laminados unidireccionales

Autor: Serafín Sánchez Carmona

Tutores: Alberto Barroso Caro Elena Correa Montoto

Dep. de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras Escuela Técnica Superior de Ingeniería Universidad de Sevilla Sevilla, 2014 Agradecimientos,

A Elena Correa Montoto y Alberto Barroso Caro, por su dedicación y ayuda durante el transcurso de este proyecto desde las revisiones del documento que aquí se plasma hasta su colaboración en la ejecución de ensayos y análisis de resultados, además de todo los conocimientos que me han transmitido durante estos meses.

A Jesús Justo Estebaranz, por su gran ayuda durante el transcurso de la fabricación de la cruceta con la aportación de ideas para realizar las mejoras oportunas tanto en la fase de diseño como en la concepción de un nuevo sistema de agarre para el curado.

A Alejandro Estefani Morales, por el tiempo dedicado a la creación en Catia del modelo de probeta cruciforme que fue enviado a Matrisur.

A Federico París Carballo, por transmitirme tantas ganas de aprender además de brindarnos sus experimentados consejos para nuestro futuro profesional consiguiendo que dicho futuro nos ilusione.

Al personal del LERM, Miguel, María del Mar, Isabel, Jose Ramón, Antonio Cañas, con los cuáles he compartido trabajo y risas durante estos últimos meses. En especial a Miguel, el cual ha sido un estupendo maestro de taller; gracias a él he aprendido a valerme de forma autónoma con la maquinaria y herramientas de uso cotidiano en el laboratorio. Y por supuesto, por todos esos plácidos momentos durante los descansos a media mañana con los cuales uno se sentía uno más en el laboratorio.

A mis amigos, cuyas gratas anécdotas y risas han logrado que este momento haya sido posible tan pronto.

A mi familia, por preocuparse por mí cada instante, por luchar para que todo lo que me ilusiona sea posible.

A ti, Sandra, por los buenos y los malos momentos, por sacarme siempre mi mejor sonrisa, por estar junto a mí.

Índice

1.	INT	ROL	OUCCI	ÓN Y OBJETIVOS	1
	1.1. 1.2. 1.3.	Antec Objet Conte	edentes ivos enido		2 3 5
2.	SO	BRE	MATE	RIALES COMPUESTOS	6
	2.1. 2.2.	Introc Mater	lucción h iales cor	istórica npuestos	7 10
		2.2.1.	Fibras		10
			2.2.1.1. 2.2.1.2.	Propiedades genéricas Clasificación de los materiales compuestos reforzados con fibra	10 11
		2.2.2.	Matrices		12
			2.2.2.1. 2.2.2.2.	Matriz termoestable usada, resina epoxi Curado de la resina	12 13
				2.2.2.2.1. Transformaciones de fase	14
3.	DIS	SEÑO	Y FAI	BRICACIÓN DE LAS PROBETAS	17
	3.1.	Probe	tas cruci	formes	18
		 3.1.1. 3.1.2. 3.1.3. 3.1.4. 	Fase de c Fase de f Fase de c Fase de r	liseño del proceso de fabricación abricación del laminado que compone la cruceta orte del laminado nontaje de la cruceta	
		3.1.5.	Fase de p	reparación del bloque antes del curado	
		3.1.6.	Fase de c	urado	
		3.1.7.	Fase de c	reparación de las probetas	
	3.2.	Probe	tas recta	ngulares unidireccionales	56
		3.2.1.	Fase de d	liseño del proceso de fabricación	
		3.2.2.	Fase de f	abricación de los laminados	
		3.2.3.	Fase de c	urado de los laminados	
		3.2.4.	Fase de p	reparación de las probetas	

4.	RESULTADOS EXPERIMENTALES	71
	 4.1. Introducción	72 72 78
5.	CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS	. 85
	5.1. Conclusiones5.2. Trabajos futuros	86 88
6.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	89

Capítulo 1 INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1.1. Antecedentes

El proyecto ha sido realizado entre los meses de Febrero a Septiembre de 2014, en las instalaciones del Laboratorio de Elasticidad y Resistencia de Materiales, LERM, perteneciente al departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras.

El Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales (GERM), al cual pertenecen los tutores del proyecto, enfoca una de sus líneas de investigación a la comprensión del funcionamiento de los materiales compuestos fibrosos.

Actualmente los estudios realizados en este ámbito muestran el esfuerzo llevado a cabo por los componentes del GERM para obtener información útil sobre el comportamiento de laminados unidireccionales ante carga transversal.

El interés mostrado en este tema se debe a la estrecha relación que dicha materia guarda con los modelos de predicción de fallo en materiales compuestos.

Inicialmente, los criterios de fallo en materiales compuestos fibrosos surgieron análogos a los criterios de plastificación conocidos para materiales isótropos, en lo que se refiere a la identificación del final del comportamiento lineal del material. [1]

Los criterios de fallo se pueden clasificar en dos grupos, en los cuales se diferencia claramente la distinta construcción que cada uno usa. Por un lado están los modelos que surgen análogamente a los criterios de plastificación en materiales isótropos, cuya aplicación en materiales compuestos no es totalmente útil debido a la diferencia microestructural existente entre ambos tipos de materiales. Y por otro lado están los criterios que surgen tras pretender establecer los estados admisibles de materiales compuestos atendiendo a sus mecanismos de fallo propios. [1]

Dentro de este segundo grupo, uno de los más usados a nivel científico es el criterio de Hashin. Este asume que el fallo de un material compuesto fibroso está gobernado solo por las componentes del vector de tensiones asociado al plano de rotura. [2-pág 53]

Es de vital interés conocer el comportamiento de los laminados unidireccionales bajo carga transversal, una de las principales líneas de estudio del GERM, para conseguir modelos de fallo más fiables y acordes con la realidad física.

Dicho objetivo es perseguido por el GERM tras comenzar el Catedrático del departamento Dr. Federico París Carballo el estudio [2] en el *Impact Dynamics Research Facility at NASA Langley Research Center, Hampton, Virginia*, reconsiderando el papel que otras componentes del estado tensional tienen sobre el fallo en materiales compuestos.

De este estudio se extraen dos interrogantes planteados sobre el criterio de Hashin [2págs 63-65]:

"Is it reasonable to accept the quadratic combination of the components of the stress vector associated with a plane to predict the failure of the composite material at that plane?"

"Is the failure of a fibrous composite material at one plane governed only by the components of the stress vector associated to this plane?"

Tras varios PFC realizados en esta línea de trabajo para dar respuestas a estos interrogantes, los profesores Dr. Alberto Barroso Caro y Dra. Elena Correa Montoto lanzan un nuevo proyecto denominado: DISEÑO Y FABRICACIÓN DE PROBETAS CRUCIFORMES PARA ENSAYOS DE CARGA TRANSVERSAL BIAXIAL EN LAMINADOS UNIDIRECCIONALES.

Los PFC sobre esta materia, tutelados por estos mismos profesores, fueron tres distintos. El primero de ellos fue realizado por Juan Freire Lacave en el curso 2010/2011 y su objetivo era el diseño de un dispositivo que dispuesto sobre una máquina de ensayo uniaxial permitiera la realización de pruebas con solicitaciones biaxiales sobre las probetas más tarde diseñadas. El segundo PFC, [3], fue realizado por M^a. Dolores Pérez Pérez con el fin de diseñar una probeta con la geometría óptima para realizar ensayos biaxiales de tracción-tracción. Y el tercer PFC, [4], realizado por David Vega García en 2012 tenía dos fines primordiales. El primero corroborar que el dispositivo ideado en el PFC del curso 2010/2011 era válido para este tipo de ensayos tras su fabricación y montaje, ya que nunca fue empleado en ensayos. Y el segundo objetivo era realizar ensayos biaxiales para analizar el fallo transversal en laminados unidireccionales ante cargas transversales.

Este es el punto de partida del presente Trabajo Fin de Grado, TFG, en el cual se trata de mejorarel proceso de fabricación de las probetas cruciformes llevado a cabo en [4], a la vez que se opta por una nueva geometría de éstas, basada en [3], con el fin de conseguir resultados favorables en ensayos biaxiales.

1.2. Objetivos

El objetivo principal de este trabajo es la fabricación de un nuevo modelo de probeta cruciforme [3] para ensayos biaxiales transversales que minimice efectos indeseables tales como la concentración de tensiones y asegure que la rotura se produce en la zona central, que sería la que efectivamente estaría sometida a cargas biaxiales. Estos ensayos servirían de ayuda para entender la generación del mecanismo de daño que se produce en los

materiales compuestos ante cargas transversales biaxiales.

Para alcanzar este objetivo es preciso fabricar las probetas necesarias y realizar los ensayos oportunos tanto sobre probetas cruciformes como sobre probetas rectangulares (cuyos resultados servirán de referencia para los primeros).

En lo que respecta a la fabricación de las probetas, siendo éstas de dos tipos, se destacan los aspectos detallados a continuación:

- Fabricación de las probetas rectangulares.
- Fabricación de las probetas cruciformes:
 - Elección de una nueva geometría de probeta de las propuestas en [3] para reducir la diferencia existente entre la tensión en el área del concentrador y la zona central.
 - Las probetas de geometría cruciforme ya fueron fabricadas en [4], aunque con algunos errores debido a que era la primera vez que se realizaban probetas de este tipo en el LERM. En este TFG se persigue solventar los fallos que se produjeron en la primera fabricación, a saber:
 - Evitar la desviación de los laminados que componen la cruceta para conseguir que los brazos de las probetas cruciformes queden perpendiculares entre sí tras el proceso de curado.
 - Evitar la colocación de 'robins' en las esquinas reentrantes de la cruceta antes de su introducción en el autoclave para mantener mayor uniformidad en el material compuesto tras su curado.

En lo referente a los ensayos, se necesita realizar:

- Ensayos de tracción uniaxial de las probetas rectangulares para obtener una estimación de la resistencia transversal del material compuesto en estudio.
- Ensayos de tracción uniaxial (T-0) de las probetas cruciformes para comprobar si la nueva geometría elegida ha sido capaz de solventar la concentración de tensiones en las probetas y a la vez, conseguir que la zona de rotura se localice en su zona central.

1.3. Contenido

Este TFG está estructurado en seis capítulos cuyo contenido se detalla a continuación.

En el primer capítulo se ha mencionado cómo, tras distintos PFC, surge este trabajo con el fin de dilucidar la generación del mecanismo de fallo de las probetas curciformes ante cargas transversales biaxiales. Además se exponen los distintos objetivos abordados en este trabajo.

En el capítulo 2, tras una breve introducción histórica, se realiza un breve resumen sobre los principales aspectos de los materiales compuestos.

Es el tercer capítulo el que abarca la mayor parte del TFG, ya que en él se muestra detalladamente la fabricación de las dos tipologías de probetas usadas.

La realización de los ensayos necesarios para alcanzar los objetivos impuestos y su posterior análisis junto con los resultados extraídos de los ensayos son mostrados en el cuarto capítulo.

En el capítulo 5 se enumeran las conclusiones a destacar del trabajo y las acciones futuras que se deberían llevar a cabo para obtener resultados fiables y responder a los interrogantes planteados sobre el criterio de Hashin en el apartado 1 de este mismo capítulo.

En el último capítulo se enumeran las distintas referencias bibliográficas usadas en el TFG.

Capítulo 2 SOBRE MATERIALES COMPUESTOS

2.1. Introducción histórica

La historia de los materiales compuestos comienza en el siglo XX, aunque en el antiguo Egipto ya fuera conocida la fibra de vidrio. [11]

En 1907 el químico belga Leo Baekeland obtuvo la primera resina termoestable, la bakelita. Calentando y aplicando presión en un recipiente especial a la mezcla de fenol y formaldehído obtuvo una resina líquida que polimerizó tomando la forma del recipiente. Durante las tres primeras décadas del siglo XX fueron descubriéndose el resto de las matrices: las fenólicas (las primeras en ser usadas industrialmente para aplicaciones de aislamiento, armamento y bisutería), las poliéster, las vinilésteres y las epoxis.

Al conocerse las fibras con anterioridad y no suponer excesivas dificultades el realizar tratamientos superficiales a las fibras para que tuvieran la adherencia necesaria para su combinación con las matrices, los materiales compuestos se desarrollaron en paralelo con las matrices.

Los primeros materiales compuestos eran fibras de vidrio combinadas con matrices fenólicas y poliésteres para aplicaciones eléctricas, embarcaciones y placas onduladas.

En 1910 el primer método de fabricación usado fue el moldeado por contacto a mano. Aunque con este método de fabricación los requerimientos mecánicos no eran elevados, los problemas de formas, peso o aislamiento eléctrico que tenían los materiales tradicionales (acero, hormigón, aluminio, madera,...) se podían solventar en la medida de lo posible con estos nuevos materiales compuestos.

Aunque la inyección con matrices termoestables data de 1940 como una variación de la inyección de materiales termoplásticos, es en 1951 cuando aparecen las primeras patentes de métodos automatizados como la pultrusión. Por ello, en 1956 arranca la producción de perfilería para una amplia lista de sectores productivos. Así por primera vez, se disponía comercialmente de materiales compuestos estructurales que eran idóneos para casos donde no sólo era importante el peso y el aislamiento térmico sino también los requerimientos mecánicos.

En paralelo al desarrollo de la pultrusión, aparecieron otros métodos como SMC ó el enrollamiento filamentario. De esta manera, a mediados del siglo XX comenzaron a surgir la mayoría de los métodos de fabricación de materiales compuestos que se conocen a día de hoy.

Además, el gran auge de los materiales compuestos se sitúa entre los años 1939 y 1945, época que coincide plenamente con el desarrollo diario de la segunda Guerra Mundial. Este conflicto bélico tuvo un gran despliegue armamentístico, que motivó un gran desarrollo en la aviación. [12]

Debido a la apresurada, y en gran parte improvisada, construcción de aeronaves la colocación de los últimos elementos en el montaje del avión era cuasi aleatoriamente en los recovecos libres del fuselaje. La fabricación de elementos complejos condujo al uso de materiales compuestos en este sector, gracias a la facilidad para tomar formas complejas en la construcción de conductos de ventilación, góndolas de los motores y cubiertas de las antenas radar entre otros elementos.

Así comenzaron a desarrollarse numerosos elementos constitutivos de la aeronave fabricados con estos materiales, desarrollando nuevos materiales compuestos como los paneles sándwich y los pre-pregs que tanto se usan actualmente en la industria.

Fue en 1944 cuando el Vultee BT-15 de la US Army Air Forces usó composites como elemento estructural principal en su fuselaje, usando un material compuesto de fibra de vidrio. [10]

Aunque con el fin de la guerra las empresas que habían invertido en estos materiales compuestos con fines armamentístico tuvieron que redireccionar su negocio hacia la industria aeroespacial, tuvieron la suerte de que en los años 50 se produjo el resurgir de dicho sector. [13]

En 1960 se produjo el importante desarrollo de las fibras de carbono de alta resistencia usando como precursor el poliacrilonitrilo en lugar de otros precursores que dotaban a la fibra de bajas propiedades mecánicas; siendo el método más usado hoy en día para la fabricación de la fibra de carbono. [4]

De manera incesante, los materiales compuestos han ido incorporándose a la industria aeronáutica por distintas razones como ahorro de peso estructural que va ligado a un ahorro de combustible, alta rigidez, reducción de componentes al fabricar estructuras integrales, resistencia a agentes externos y resistencia a la fatiga.

Pero no sólo han sido usados en la aeronáutica, también se han ido incorporando aunque en menor medida en otros sectores, los cuales demandaban una serie de propiedades en sus materiales que sólo podían reunir los materiales compuestos. Las propiedades más demandadas por sector se visualizan en la figura 2.1.1.

Propiedades de los materiales «composites» por sector									
	Pon.	Automa	Ferror	Conster	Construction	no lien	Media a	Electron and	Cepanes 4
Vida útil									
Rigidez				х		х	x	х	x
Resistencia mecánica				x	ж	х	x		x
Resistencia a la fatiga	х					X			
Resistencia a la corrosión	х	x		x		x	х	х	
Impermeabilidad				x	×				
Seguridad									
Resistencia a los choques		х				x	x		x
Resistencia al fuego	x		x	x	x			x	
Aislamiento térmico				x	x			x	
Aislamiento eléctrico								х	
Amortiguamiento, vibraciones					x				x
Diseño									
Integración de funciones	×	x						x	
Formas compleias	x	x	x	×				100	×
Transparencia ondas electrom	agn	éticas	-					х	
de las estructuras	x	x					x		x

Figura 2.1.1. Principales propiedades de los materiales compuestos por sector. [14]

En la figura 2.1.2 se observan algunos de los elementos fabricados con estos materiales en diversas industrias.

Industria	Ejemplos
Aeronáutica	Alas, fuselajes, tren de aterrizaje, palas de helicóptero
Automóviles	Piezas de carrocería, alojamiento de los faros, parachoques, bastidores
Náutica	Cascos, cubiertas, mástiles
Deportiva	Cañas de pescar, palos de golf, piscinas, esquís, canoas
Química	Conducciones, recipientes de presión
Interiorismo	Estanterías, armazones, sillas, mesas, escaleras
Eléctrica	Paneles, aislantes, caja de interruptores
Arquitectónica	Refuerzos y reparaciones estructurales, estructuras sometidas a tracción
Civil	Puentes

Figura 2.1.2. Aplicaciones de los materiales compuestos por sector. [15]

Actualmente, el uso de los materiales compuestos en la industria va "in crescendo" a la vez que se investigan nuevas tecnologías en esta materia en centros de investigación y universidades.

2.2. Materiales compuestos

Un material compuesto es la combinación a escala macroscópica de dos o más materiales (fases) con interfases de separación entre ellos para formar un nuevo material, [1] con el objetivo de que las propiedades del conjunto sean superiores a las de los componentes por separado. Las distintas fases no pierden su propia naturaleza y se identifican como *matriz*, fase continua, y *refuerzo*, fase discontinua. En este TFG el tipo de refuerzo usado es la fibra.

Aunque la mayoría de estos materiales son artificiales, se pueden encontrar ejemplos de ellos en la naturaleza (madera, hueso, músculo,...)

Mientras que el refuerzo (fibra) es el encargado de conferir al material compuesto sus propiedades mecánicas (rigidez, resistencia y dureza), la matriz es la encargada de transmitir las cargas a las fibras, dar cohesión al conjunto y proteger a las fibras de agentes exteriores.

2.2.1. Fibras

La fibra usada en este TFG es la fibra de carbono, cuyo uso es cada vez más extendido en los sectores industriales al proporcionar buenas prestaciones mecánicas. Es la segunda fibra de mayor uso después de la fibra de vidrio.

2.2.1.1. Propiedades genéricas

Es una fibra mineral cuyas propiedades dependen del grado de perfección de la orientación de los planos de las capas de grafito que deben estar orientadas paralelamente al eje de la fibra. [1] En general, se puede destacar:

- Su diámetro oscila entre 7-8 μm.
- Buena resistencia.
- Muy rígidas, aunque su rigidez varía entre la del acero y cuatro veces la de éste. Dicha variación depende del proceso de fabricación (grafitización) y del precursor, al no ser lo mismo usar poliacrilonitrilo (menor rigidez) que una mesofase del alquitrán (mayor rigidez).
- Densidades relativamente bajas (más densa que la fibra de aramida pero menos que la de vidrio).

- Frágiles. Al no presentar prácticamente plasticidad, su alargamiento de rotura es muy bajo.
- Conductividad térmica elevada.
- Gran estabilidad dimensional. Bajo coeficiente de dilatación térmico en ambas direcciones, al existir anisotropía en su expansión térmica. Dicho coeficiente es negativo en la dirección de la fibra y positivo en la dirección transversal.
- Coste intermedio, siendo mayor que la fibra de vidrio pero menor que la de aramida.

2.2.1.2. Clasificación de los materiales compuestos reforzados con fibra

Los materiales compuestos reforzados con fibra pueden clasificarse en compuestos de una sola capa o multicapa. [1]

Los compuestos de una sola capa están generalmente formados por múltiples capas, llamadas láminas, pero todas tienen las mismas propiedades y orientación por lo que el laminado (resultante de la unión de varias láminas) se denomina de una capa al no diferenciarse en nada sus propiedades y su modelo de análisis del caso de una sola lámina.

Los compuestos multicapa se clasifican en dos subgrupos, laminados o híbridos. Un laminado es aquel compuesto formado por un conjunto de láminas del mismo material pero teniendo orientaciones diferentes cada una de ellas, mientras que un laminado híbrido se denomina a aquel cuyas láminas son de diferentes materiales constituyentes.

Ambos tipos de compuestos pueden clasificarse a su vez mediante el tipo de fibra usada como refuerzo, de fibra continua o discontinua. Aunque no es posible dar una definición cuantitativa de cuando nos encontramos en una situación o en otra en función de la longitud de la fibra, cualitativamente la diferencia entre ambos casos es clara.

Un material compuesto está formado por fibra discontinua cuando la longitud de la fibra afecta a las propiedades del material, mientras que está formado por fibra continua cuando la carga es soportada fundamentalmente por las fibras por lo que el modo de fallo en estos compuestos viene gobernado por las fibras, salvo para fracciones volumétricas de fibra muy bajas.

Los compuestos de fibra continua pueden tener el refuerzo en una dirección (cinta) o en dos direcciones (tejido).

En este TFG el material compuesto usado es un laminado de una sola capa, cuyas láminas de fibra continua tienen el refuerzo en una única dirección. La cinta más

comercialmente usada actualmente, pre-preg, es la que se usa en el desarrollo experimental de este trabajo.

2.2.2. Matrices

A nivel industrial las materias primas más usadas como matrices son las resinas termoestables, también denominados termoendurecibles o duroplásticos. Su respuesta al calor es la propiedad más interesante en ellas, dándole su nombre (termoestables), ya que no se funden al calentarlas aunque a partir de una cierta temperatura (~300°C) pierden propiedades de rigidez.

2.2.2.1. Matriz termoestable usada, resina epoxi

En este TFG la matriz usada en el material compuesto es la resina epoxi. Las más frecuentes son producto de una reacción entre bisfenol A y epiclorohidrina, figura 2.2.1.



Figura 2.2.1. Proceso de obtención de resina epoxi. [5]

En general, una resina epoxi presenta las siguientes características: [6]

- Muy buenas propiedades mecánicas.
- Buen aislamiento eléctrico.
- Excelente resistencia química.
- Resistente al ataque de fluidos corrosivos (agua, ácidos, alcoholes, soluciones salinas, aceites, grasas,...).
- Resistente a temperaturas entre 150-300°C.
- Excelentes propiedades adhesivas.
- Poca contracción al curar, por lo que presenta una gran estabilidad dimensional.

Un fabricante de pre-preg provee al LERM de dicha premezcla sólida (resina + catalizador) con las fibras ya incorporadas. La resina del pre-preg posee una temperatura de transición vítrea por encima de la temperatura ambiente, por lo que en condiciones ambientes dicha cinta comercial se encuentra en estado semisólido o gomoso.

2.2.2.2. Curado de la resina

Aunque existen varias alternativas para la polimerización de un termoestable, únicamente se hace referencia al método usado para el curado de los laminados en este TFG.

Durante el ciclo de curado (polimerización), la resina se transforma en un material no fusible e insoluble tras formar la estructura reticulada tridimensional covalente que la caracteriza. Las buenas propiedades resistentes de una resina frente a otros plásticos es debida a la estructura espacial (3D).

El curado de la resina se puede producir bajo condiciones ambientes pero sería tan lento que duraría meses, ya que se deben romper enlaces ya creados en la premezcla gomosa que frenan el crecimiento de las cadenas en dicho estado. [4] Por ello, el pre-preg se conserva en los congeladores habilitados para este fin en la sala limpia del LERM hasta instantes previos de ser usado. En la sala limpia, lugar habilitado en el LERM para trabajar con las láminas de pre-preg antes de ser curadas, la temperatura es controlada para que la vida útil de la resina se alargue en la medida de lo posible.

Como el curado bajo condiciones ambientes no es factible, en este TFG dicho curado se realiza mediante la adicción de calor y presión para aumentar así la temperatura de la premezcla sólida hasta alcanzar la temperatura vítrea convirtiéndose ésta en líquida. Es en este momento cuando se inicia la reacción de curado, proceso en el que se forman los enlaces covalentes que dan lugar a la estructura 3D reticular covalente.

2.2.2.2.1. Transformaciones de fase

Dependiendo de la temperatura y el tiempo durante el proceso exotérmico de curado, la resina termoendurecible puede transformarse en varias fases distintas. El diagrama TTT (Temperatura-Tiempo-Transformación), figura 2.2.2, muestra las distintos estados físicos en los que se puede encontrar dicha resina.



Figura 2.2.2. Diagrama TTT de una resina termoestable. [7]

Para la correcta interpretación de este diagrama es necesario dar algunas nociones sobre los parámetros que aparecen en él.

Temperaturas:

Temperatura de transición vítrea (T_g): temperatura a la cual las propiedades mecánicas de la resina cambian radicalmente (adquiere elasticidad y capacidad para deformarse plásticamente sin llegar a fracturarse) debido a los movimientos internos de las cadenas poliméricas que la componen. [8] Es la temperatura intermedia entre el estado sólido y el líquido, cuando la resina no está ni rígida ni fundida sino en un estado intermedio denominado gomoso.

 T_{g0} : temperatura de transición vítrea del prepolímero, por debajo de la cual el material no reacciona y por tanto, puede ser almacenado. [4]

T_{ggel}: temperatura por encima de la cual se produce la gelificación, encontrándose la resina en estado gel.

 $T_{g\infty}$: temperatura de transición vítrea del sólido totalmente reticulado, siendo la máxima T_g del sistema. [9]

Transiciones relevantes en el curado:

La química del proceso de curado comienza con la formación y el crecimiento lineal de las cadenas que inmediatamente empiezan a ramificarse y con el tiempo llegan a entrecruzarse durante el proceso conocido como gelificación, explicado con detalle en los siguientes párrafos: [9]

<u>Gelificación</u>: transformación rápida e irreversible en la cual el material pasa de un estado líquido viscoso a un estado gel elástico, marcando el inicio de la aparición del retículo que suele denominarse punto de gel.

Es el instante en el que comienzan a formarse enlaces covalentes entre cadenas lineales colindantes, produciéndose la unión entre ellas.

Etapa característica de los termoestables, siendo de gran importancia para su procesado. El punto de gel es crítico para la manipulación de los termoestables, ya que a partir de este estado la resina deja de fluir dejando de ser procesable.

Este estado gomoso en el cual la viscosidad va aumentando se debe a la coexistencia de zonas en las que se han formado estos enlaces cruzados, produciendo cierta reticulación, junto con otras zonas en las cuales dicha unión no se ha dado.

La reacción continúa hasta la formación de un retículo infinito, con un aumento sustancial de la densidad de entrecruzamiento, de la T_g y de las propiedades físicas últimas alcanzadas; proceso denominado vitrificación que se clarifica en los siguientes párrafos: [9]

<u>Vitrificación</u>: transformación reversible que partiendo de un estado líquido viscoso ó gel elástico llega a un estado vítreo comenzando cuando la T_g de las cadenas crecientes o del retículo coincide con la temperatura de curado.

A partir de dicho instante, el curado es extremadamente lento; se podría decir que dicha etapa supone una parada brusca en el curado.

El curado se puede completar por calentamiento hasta conseguir que ninguna cadena del prepolímero quede sin tener enlaces cruzados; esto no indica que el curado haya terminado, ya que las cadenas pueden continuar entrecruzándose hasta llegar al curado total. Estas transiciones ocurridas en el proceso de curado se muestran en la figura 2.2.3.



Figura 2.2.3. Representación en dos dimensiones del curado de un termoestable. (a) Monómeros. (b) Crecimiento lineal y ramificación por debajo del punto de gel. (c) Formación de un gel, reticulación incompleta. (d) Termoestable, curado total. [Turi, 1981]

Regiones características del diagrama TTT:

Por debajo de T_{g0} , la resina se encuentra en estado sólido y el curado podría ocurrir pero tardaría meses o años. Es en esta zona donde se encuentran los prepolímeros comercializados industrialmente; la resina de los pre-preg usados en este PFG se encuentra en dicha región.

Entre T_{g0} y T_{ggel} , el polímero catalizado se encuentra en estado líquido y por ello, es la región usada para comenzar a darle forma a este material.

Entre T_{ggel} y T_g , se produce la polimerización de la resina tal y como se ha explicado en las transiciones relevantes del curado.

Tras sobrepasar la T_g , se obtiene un material gomoso que no consigue pasar a sólido al no llegar nunca a vitrificar.

Todas las nociones dadas sobre las regiones que aparecen al aumentar la temperatura de un polímero durante un período de tiempo se visualiza en la anterior figura 2.2.2.

Capítulo 3 DISEÑO Y FABRICACIÓN DE LAS PROBETAS

3.1. Probetas cruciformes

3.1.1. Fase de diseño del proceso de fabricación

La elaboración de probetas cruciformes, con las fibras orientadas en la dirección del espesor, tiene como objetivo realizar ensayos que permitan analizar el modo de fallo transversal de laminados unidireccionales ante cargas biaxiales.

El diseño de la probeta debe cumplir una serie de requisitos indispensables para poder asegurar unos resultados factibles de comparar con los obtenidos de los análisis numéricos desarrollados previamente [17], que son, tal y como se muestra en [18]:

- El fallo del espécimen ha de producirse en la zona central del mismo.
- Las tensiones en la zona central han de ser uniformes y han de producirse en un área suficientemente amplia.
- El diseño ha de evitar que se produzcan concentradores de tensión en puntos determinados.
- Debe considerarse la viabilidad en su fabricación con las herramientas disponibles en el laboratorio.

Con la experiencia previa que tenía el GERM en el diseño y fabricación de especímenes cruciformes, se han realizado mejoras que abarcan desde el diseño conceptual de la geometría de la probeta hasta el diseño del procedimiento de fabricación de las mismas.

Dicha experiencia fue adoptada durante el desarrollo del PFC de David Vega García [4]. Dicho compañero, junto con el personal del GERM, fabricó los primeros modelos de probetas cruciformes y realizó los primeros ensayos de las mismas.

Para la elección de la geometría de las probetas cruciformes, David Vega García se basó en el PFC de M^a Dolores Pérez Pérez [3]. En dicho PFC se habían realizado ensayos virtuales mediante el Método de Elementos Finitos, llegando a obtener un diseño óptimo de la probeta cruciforme para los ensayos experimentales.

Con esta información en [4] se optó por dos de los modelos preliminares propuestos y analizados en [3], con los cuales no obtuvo resultados factibles tras la realización de los ensayos experimentales de las probetas cruciformes debido a que se incumplían algunos de los requisitos indispensables mencionados anteriormente. En este proyecto se abordará otro modelo distinto al elegido en [4]. El modelo considerado es el modelo M2 de [3] mostrado en la figura 3.1.1.



Figura 3.1.1. Modelo M2 propuesto en [3].

La decisiones tomadas durante el proceso de fabricación de las probetas cruciformes han sido fruto de distintos factores. Por una parte los tutores del proyecto me han dado nociones para adquirir conocimientos necesarios y experiencias previas para la realización de las probetas, además de los conocimientos adquiridos por mi parte con ayuda de las referencias bibliográficas. Por otra parte, el profesor Jesús Justo Estebaranz nos ha brindado una gran ayuda a la hora de realizar cambios en el proceso de curado.

Con todas estas aportaciones, la materia prima adecuada y las herramientas y maquinaria disponibles en el laboratorio se ha buscado optimizar el proceso de elaboración de las probetas cruciformes.

El objetivo a seguir en este apartado del TFG es la fabricación de un prisma de sección cruciforme con las fibras orientadas en la dirección transversal a la sección, al igual que en [4], con las mejoras pertinentes.

Para conseguir las probetas cruciformes se debe elaborar un bloque, tal y como se muestra en la figura 3.1.2, el cual se cortaría en secciones con el espesor necesario para obtener probetas siguiendo el modelo M2 de la figura 3.1.1.



Figura 3.1.2. Bloque para obtener las probetas cruciformes. [18]

Para la fabricación de dicho bloque se han seguido los siguientes pasos:

 Se realiza el apilado de un laminado de 108 láminas, con las fibras dispuestas en dirección longitudinal, a 0°. El laminado es cuadrado de 300 mm de lado, figura 3.1.3.



Figura 3.1.3. Laminado cuadrado de 300x300mm. [18]

- Se realizan distintos cortes:
 - El laminado cuadrado se corta en dos partes iguales, cuyas dimensiones son de 150 mm de ancho y 300 mm de largo, ver figura 3.1.4.



Figura 3.1.4. Laminados resultantes del primer corte. [18]

- Una de estas dos mitades se corta de nuevo quedando dos laminados, cuyas dimensiones son de 75 mm de ancho y 300 mm de largo para cada nueva mitad.
- En total se obtienen tres laminados, uno cuyas dimensiones son de 150 mm de ancho y 300 mm de largo y dos cuyas dimensiones son de 75 mm de ancho y 300 mm de largo, ver figura 3.1.5.



Figura 3.1.5. Laminados finales para formar el bloque. [18]

La realización de los cortes anteriores supone una modificación de este TFG con respecto al PFC [4], para mejorar dicha fabricación.

 Se reservan 4 láminas de pre-preg, que serán usadas en forma de perfiles en "L" para aportar rigidez al conjunto de laminados cuando se coloquen en la posición adecuada para formar la cruceta. Esto se muestra en la figura 3.1.6.



Figura 3.1.6. Vista de perfil de los laminados con los rigidizadores. [18]

 El conjunto se engarza para formar la cruceta con ayuda de unos tacos de aluminio, los cuales son de gran utilidad para rigidizar el conjunto antes y durante el curado. El montaje de la cruceta se muestra en la figura 3.1.7.



Figura 3.1.7. Montaje de la cruceta con dos de los cuatro tacos de aluminio. [18]

 Finalmente, se realiza el curado de la cruceta. Una vez curado, se desmonta todo el conjunto, desde la bolsa de vacío hasta los tacos de aluminio, y se realizan las operaciones necesarias para obtener los especímenes cruciformes necesarios.

A-priori no se sabe si se obtendrán mejores resultados con respecto a la primera fabricación de la cruceta. El principal inconveniente a solventar respecto a [18] es que los brazos de la cruceta no presenten la pequeña desviación que se detectó en aquel trabajo. Para ello se ha diseñado un nuevo método de agarre para meter el montaje de la cruceta en el autoclave para curarlo. Además se han ideado algunas otras mejoras, las cuales se explicarán mejor cuando proceda.

A continuación se comenta pormenorizadamente cada una de las fases realizadas para obtener la cruceta diseñada. En cada uno de los pasos se puntualizan las mejoras pertinentes y todo lo que ha sido necesario para llevar a cabo este diseño.

3.1.2. Fase de fabricación del laminado que compone la cruceta

Las láminas de pre-preg deben ser cortadas a 300x300 mm, ya que el laminado es cuadrado. Es importante hacer hincapié en que se debe ajustar bien la dirección de la fibra a 0° con el lado del cuadrado para que las fibras de todas las láminas estén bien alineadas.



Figura 3.1.8. Lámina de pre-preg cuadrada cortada.

A la hora de apilar el laminado de 108 capas se deben ir uniendo láminas de pre-preg poco a poco.

En primer lugar se unen las láminas de dos en dos con la ayuda de una espátula de plástico para reducir lo máximo posible el número de poros de aire que queda entre láminas.



Figura 3.1.9. Uso de espátula para unir dos láminas de pre-preg.

Si se presta atención a la figura 3.1.9 se ve dibujada una flecha que sirve de guía a la hora de pasar la espátula por el laminado. Es útil dicha flecha por el simple hecho de que las láminas son cuadradas y por tanto, una vez pegadas dos a dos puede que no se distinga fácilmente en qué dirección están las fibras a 0° debido al film que protege al pre-preg. Además, es importante recordar que todas las láminas se apilan colocando las fibras siempre en la misma dirección, ya que se quiere un laminado de 108 láminas con todas las fibras a 0°.

Una vez unidas de dos en dos, se unen de seis en seis pegando un laminado de dos con otro de dos y el resultante de cuatro láminas con otro laminado de dos. A estos laminados de 6 capas se le realiza un ciclo de precompactado de una duración media de diez minutos para poder eliminar el mayor porcentaje de aire en el laminado antes de realizar el curado. Este ciclo de precompactado se realiza en el interior de una bolsa de vacío, mostrado en la figura 3.1.10.



Figura 3.1.10. Ciclo de precompactado de laminados de 6 láminas.

Tras el precompactado de los laminados de 6 capas, se unen con la ayuda de la espátula estos laminados de dos en dos obteniéndose laminados de 12 capas. A estos laminados se les realizan ciclos de precompactado, tal y como se ha explicado para el caso anterior mostrado en la figura 3.1.10, con la salvedad de que la duración media del ciclo para éstas es de 15 minutos.

Por último, se unen los nueve laminados resultantes de 12 capas cada uno de dos en dos y el laminado restante de estos nueve se une con uno de 24 láminas antes de apilarlos todos para fabricar el laminado de 108 capas.

Manteniendo la periodicidad de los ciclos de precompactado para unir todas las láminas que componen el laminado, se unen todas las láminas consiguiendo obtener un espesor adecuado para poder fabricar la cruceta. El último ciclo de precompactado del laminado final, figura 3.1.11, estuvo unas veinte horas bajo condiciones cercanas al vacío para disminuir al máximo la posibilidad de encontrar porosidad en la cruceta, con el fin de no deteriorar las propiedades resistentes finales del material.



Figura 3.1.11. Último ciclo de precompactado del laminado de 108 capas.

3.1.3. Fase de corte del laminado

Con la ayuda de Antonio Cañas Delgado, técnico del LERM, ideamos un montaje adecuado para poder realizar los dos cortes necesarios al laminado de 108 láminas y obtener los tres laminados que componen la cruceta.

En la figura 3.1.12 se muestra el montaje que se realizó con dicho objetivo.



Figura 3.1.12. Montaje usado para realizar los cortes.

Para poder realizar los cortes con la mayor precisión posible siguiendo la orientación adecuada a 0°, se usa una pletina de acero con un lado perfectamente pulido. Dicho elemento es usado como guía mientras se realiza el corte. Para que la pletina no se desplace

mientras se corta el laminado se usan dos gatos de apriete que se fijan entre la pletina y la mesa donde se va a cortar.

Una vez realizado el montaje mostrado en la figura 3.1.12, se procede a realizar los cortes necesarios. El útil usado para el corte es un cúter bien afilado. Es importante recalcar que la cuchilla del cúter debe estar bien alineada con la cara plana de la pletina para realizar un buen corte y no haya ningún defecto en la zona cortada, como se ilustra en la figura 3.1.13.



Figura 3.1.13. Alineamiento entre cúter y pletina.

Los cortes realizados al laminado son dos. En primer lugar, el laminado de 300x300 mm se corta en dos partes, una de 300x225 mm y otra de 300x75 mm. A continuación, el laminado resultante de 300x225 mm se corta en otras dos partes, una de 300x150 mm y otra de 300x75 mm. Esta secuencia de cortes difiere de la explicada en la fase de diseño del proceso de fabricación debido a que en el instante de realizarlos, el técnico del LERM Antonio Cañas Delgado sugirió esta secuencia de cortes para que los dos cortes se llevaran a cabo en el menor tiempo posible.

Así, se obtienen tres laminados para montar la cruceta como se ilustra en la figura 3.1.14.



Figura 3.1.14. Laminados resultantes tras los cortes.

Al posicionar, previamente al montaje, los tres laminados con los tacos de aluminio, se observa que los laminados miden más que los tacos de aluminio, tal y como muestra la figura 3.1.15. Para que no sobresalgan tanto los laminados con respecto a los tacos y se pueda realizar adecuadamente el montaje necesario para el curado, se dieron algunos cortes más para ajustar los laminados a la medida de los tacos de aluminio. Los laminados se cortaron dejando el margen necesario entre éstos y los tacos para que no hubiera posibilidad de falta de material a la hora del curado, ya que cuando la resina fluya puede que por gravedad no llegara a bañar todo el brazo de la cruceta.



Figura 3.1.15. Posicionamiento de los laminados en la cruceta.

A simple vista, como se ilustra en la figura 3.1.15, se observa que al haber realizado estos cortes se ha solventado la deficiencia producida por los achaflanamientos debidos al proceso de precompactado de los tres laminados fabricados por separado que conformaban la cruceta en la primera fabricación. Tal y como se explica en [4], el achaflanado que se produjo en los vértices de la cruceta se solventó con 'robins' y no hubo discontinuidad en la cruceta una vez curada. Pero en este PFG se ha realizado la fabricación partiendo de un

único laminado para mejorar esa deficiencia y por ello, no ha sido necesario el uso de 'robins' para solventar la falta de material que se produjo.

Con la idea de subsanar cualquier defecto que se produzca en el corte y no se perciba a simple vista, se han usado dos tiras del mismo material para cubrir la zona cortada que va a ir en contacto con el laminado vertical que se muestra en la figura 3.1.15. Dichas tiras se cortaron con las medidas exactas para colocarlos en los laminados horizontales de la figura 3.1.15. Una vez cortadas dichas tiras se unen a los laminados con la ayuda de una espátula y la aplicación de calor, para que se adhiriera correctamente y no quedara porosidad en la unión. Las tiras pegadas a los laminados se muestran en la figura 3.1.16. Para la aplicación de calor se ha usado un sencillo dispensador de aire caliente, un secador de pelo.



Figura 3.1.16. Laminados con las tiras colocadas.

3.1.4. Fase de montaje de la cruceta

Tal y como se mencionó en la fase de diseño, se usan cuatro tacos de aluminio para realizar el montaje de la cruceta. Por ello, se deben acondicionar perfectamente los tacos para realizar el montaje adecuadamente. La preparación de los tacos es sencilla, pero debe hacerse cuidadosamente.

El primer paso es limpiar con acetona los tacos de aluminio para que no quede ningún imperfección en el taco y produzca una muesca en la probeta cruciforme al curar.

Una vez limpiados, se cubren los tacos con una delgada película de teflón para que, al fluir la resina, ésta no reaccione con el aluminio y se adhiera a él. Para pegar el teflón al taco se usa cinta de alta. Dicha parte debe realizarse cuidadosamente para evitar que el teflón quede incorrectamente colocado, provocando así que quedara algún defecto en la superficie de la probeta cruciforme al curar.

La preparación de los tacos de aluminio se refleja en la figura 3.1.17.



Figura 3.1.17. Tacos de aluminio recubiertos de teflón.

Para aportar mayor rigidez dimensional, aspecto ya mencionado en la fase de diseño, se usan 4 láminas de pre-preg del mismo material compuesto. Dichas láminas de refuerzo se colocan en forma de perfiles en "L" sobre los tacos de aluminio recubiertos de teflón, para copiar lo más fielmente posible el radio de acuerdo del taco de aluminio. Para apilar cada lámina en cada taco se ha usado una espátula y un secador de pelo, para poder moldear fácilmente el pre-preg al reblandecerse la resina con la aplicación de calor. Esto se muestra en la figura 3.1.18.



Figura 3.1.18. Apilado del refuerzo en el taco de aluminio.

Es importante recordar que se debe seguir la dirección de las fibras para realizar presión con la espátula sobre el pre-preg si no queremos provocar deslizamiento transversal de las fibras del pre-preg.

Una vez repetida esta acción en los cuatro ángulos rectos de los tacos de aluminio que forman las esquinas de la cruceta, como se muestra en la figura 3.1.19, se tiene todo preparado para comenzar a posicionar los laminados en el montaje.



Figura 3.1.19. Tacos de aluminio con los refuerzos colocados.

En primer lugar, se coloca el laminado de mayor dimensión entre dos tacos de aluminio. Sobre cada taco de aluminio colocado se apila un laminado de los dos de menor dimensión. Y por último sobre cada laminado de menor dimensión se posiciona adecuadamente los otros dos tacos de aluminio. El montaje se muestra en la figura 3.1.20.



Figura 3.1.20. Montaje de la cruceta.

Al posicionar la cruceta con los tacos de aluminio, se observa claramente que la deficiencia anteriormente mencionada y ocurrida en el PFC de David Vega García ha sido subsanada. Como puede apreciarse a simple vista en la figura 3.1.21, las esquinas tienen suficiente material para que fluya la resina en el curado y queden todas las fibras de la cruceta bañadas por dicha resina.


Figura 3.1.21. Bloque completo.

3.1.5. Fase de preparación del bloque antes del curado

Una vez montado el bloque completo, considerando el bloque como el conjunto de la cruceta y los tacos de aluminio, es necesario el uso de elementos indispensables para el curado y de otros elementos que han sido añadidos en este PFG para subsanar el pequeño desalineamiento ocurrido en los brazos de la cruceta en la primera fabricación de la misma.

En primer lugar se colocan unos bordes de corcho para evitar que la resina fluya entre los bordes de los laminados de la cruceta y los tacos de aluminios recubiertos de teflón. Una pequeña proporción de la resina que fluye en los comienzos del curado es absorbida por estos bordes de corcho, creando una capa semisolidificada bastante impermeable que sirve de barrera para el resto de resina que fluye y podría intentar escapar de la cruceta durante el curado.

El rebose de una gran cantidad de resina, podría provocar un desequilibrio entre las proporciones de fibra y matriz que el fabricante impone para que el material sea útil. Si no se obstruyen estas vías de escape de resina se podría ocasionar un destrozo irreparable en la cruceta.

El corcho utilizado en el LERM para este fin se suministra en cintas de unos pocos centímetros de ancho, en una de cuyas caras dispone de una película de adhesivo para ser pegado a un elemento.

El proceso de sellado de todas las juntas del bloque es simple pero debe hacerse con cuidado para no dejar aberturas entre las laminillas de corcho, ya que sería una importante vía de escape para la resina del bloque durante el curado. La secuencia de sellado se muestra en las imágenes de la figura 3.1.22.



Figura 3.1.22. Secuencia de sellado con bordes de corcho.

Se sellan todas las juntas excepto las de la tapa superior del bloque, a la cual no se le colocan bordes de corcho ya que al curar el bloque en posición vertical, como se muestra en la última imagen de la figura 3.1.22, la gravedad juega un papel importante en el proceso de curado haciendo que la resina en estado gomoso fluya hacia zonas con menor altura. Por ello además, es importante sellar perfectamente con los bordes corcho las juntas del bloque de la zona inferior.

Como medida de seguridad adicional a la que se usará, que se explicará más adelante, para solventar el problema del pequeño desalineamiento de los brazos de la cruceta una vez curada, se ha usado cinta de alta temperatura. Este elemento sirve para ejercer una cierta presión adicional sobre el bloque montado antes de curarlo mientras se le está colocando todo los elementos necesarios para su curado (teflón en la zona superior, cinta de alta temperatura, bolsa de vacío,...). Dicha presión hace factible el correcto alineamiento de los laminados que conforman la cruceta, pero este fin es alcanzado si se coloca la cinta de alta temperatura con una cierta tirantez. Esta característica necesaria se hace visible en la figura 3.1.23.



Figura 3.1.23. Colocación de cinta de alta temperatura al bloque.

Además de estos dos pasos, antes de realizar la etapa primordial previa al curado, se ha usado una película delgada de teflón para cubrir la zona superior de la cruz, que como ya se dijo anteriormente no va recubierta con las tiras de corcho. Dicho elemento es colocado para evitar que el *`air wave'*, tejido aireador de superficies, usado posteriormente se pegue al bloque una vez que este cure. Este paso puede verse reflejado en la figura 3.1.24.



Figura 3.1.24. Colocación de teflón en la zona superior del bloque.

En este instante se ejecuta la etapa primordial del proceso previo al curado, la bolsa de vacío. Esta fase tiene una doble función importantísima para que el proceso de curado sea válido. La primera consiste en conseguir un estado de muy bajas presiones en toda la pieza, es decir, una homogeneización del vacío. Y la segunda función es alcanzar un sellado hermético que posibilite el curado de la pieza sin riesgo alguno, ya que si la pieza estuviera en contacto con un cierta cantidad de aire, por mínima que sea, durante el proceso de curado en el interior del autoclave se producirían reacciones de oxidación peligrosas para la integridad de la pieza final.

Para satisfacer la primera función de vital importancia el bloque se envuelve en '*air wave*', un material esponjoso sobre el cual se colocan las sondas a las que van conectadas los conductos necesarios para realizar el vacío. Al realizar el vacío dicho material poroso lo distribuye de forma equitativa a través de él y, por consecuencia, en el bloque que contiene.

Una vez que la pieza se envuelve en '*air-wave*', se recubre el conjunto con una película de teflón usada para realizar el vacío. Es importante recalcar que se debe tener mucho cuidado durante la colocación del teflón porque cualquier rasguño en él podría provocar que la bolsa de vacío no funcionara adecuadamente. La bolsa de vacío es sellada con cinta de cromato para que no exista ningún escape de aire hacia el exterior del montaje. Antes de sellar la bolsa se han colocado las sondas de vacío; la posición contraria de las sondas sólo ha sido tomada por facilidad de montaje en el interior del autoclave, es decir, para que la colocación de los conductos de vacío en el interior del autoclave sea de fácil acceso durante el montaje.

Para asegurar que la bolsa de vacío ha sido realizada satisfactoriamente y no existe ninguna fuga de aire ni en la cinta de cromato usada ni en el teflón, se realiza una primera precompactación del conjunto. Al dar una respuesta positiva dicho proceso de vacío, se puede continuar con el siguiente paso de la fabricación.

El montaje completo de la bolsa de vacío se recoge en la secuencia de imágenes de la figura 3.1.25.



Figura 3.1.25. Realización de la bolsa de vacío y precompactación del bloque.

La siguiente etapa antes del curado es el montaje del conjunto sobre una estructura auxiliar que sirva de soporte en el momento de introducir a la pieza a curar en el autoclave.

En la colocación de la cinta de alta temperatura como medida de seguridad adicional se hizo referencia a que ésta no sería la única medida de seguridad para asegurar que no se produzca ningún desplazamiento de los laminados que conforman la cruceta durante el curado del conjunto. Como medida de seguridad de vital importancia se ha usado un nuevo

sistema de agarre, el cual ha sido ideado con la ayuda del profesor Jesús Justo Estebaranz. El nuevo sistema de agarre consiste en un elemento auxiliar, formado por una pletina de acero soldada a dos perfiles cuadrados formando un perfil en U, que se coloca sobre dos tacos de aluminio y es agarrado a otro elemento auxiliar mediante dos gatos de apriete. De la misma manera que se han colocado los dos elementos auxiliares anteriores, se colocan otros dos en la zona libre restante de los tacos de aluminio. El esquema de este nuevo sistema de agarre se muestra en la figura 3.1.26.



Figura 3.1.26. Vista en planta del esquema del nuevo sistema de agarre.

Para plasmar esta nueva idea en la realidad, el técnico del LERM Antonio Cañas Delgado, ha fabricado los elementos auxiliares mostrados en la figura 3.1.27.



Figura 3.1.27. Elementos auxiliares del nuevo sistema de agarre.

Una vez dispuestos todos los elementos necesarios se fija el conjunto a curar a la estructura auxiliar del autoclave. La configuración final del montaje preparado para ser

introducido en el autoclave es mostrado en la figura 3.1.28.



Figura 3.1.28. Configuración final fijada a la estructura auxiliar del autoclave.

Por último, se introduce la configuración final fijada a la estructura auxiliar en el autoclave y se une la bolsa precompactada mediante sus dos tomas de vacío a las válvulas de vacío del autoclave. Dicha disposición en el interior del autoclave se muestra en la figura 3.1.29.

Al estar todo preparado para comenzar el proceso de polimerización de la resina, sólo queda esperar y obtener la pieza curada. Se sabe que se obtiene una pieza similar a la ideada en la fase de diseño debido a la experiencia de la primera fabricación de esta pieza; el éxito de esta nueva fabricación reside en obtener la pieza sin desalineamiento de los laminados que la componen.



Figura 3.1.29. Configuración final con las tomas de vacío colocadas.

3.1.6. Fase de curado

Como ya se ha mencionado en los apartados anteriores, la pieza se cura en un autoclave. Esta máquina de forma cilíndrica consta de una cámara presurizada, dispositivos de calentamiento y un sistema de aplicación de vacío para aplicar la temperatura y la presión adecuadas durante el ciclo, controlando todos estos parámetro mediante un sistema monitorizado de control de los parámetros de curado.

El componente más importante del autoclave es el sistema de aplicación de vacío, ya que se encarga de la compactación de la pieza, para que ésta cure sin ninguna porosidad, y de asegurar que no se produzca volatilización de la resina, lo que ocurriría si cierta cantidad de aire entrara en contacto con la pieza.

En la figura 3.1.30 se refleja la evolución de las principales magnitudes a controlar en el proceso de curado de la pieza, centrándonos fundamentalmente en la evolución de la temperatura y de la presión del aire circundante de la pieza en el interior del autoclave.



Figura 3.1.30. Ciclo real de curado de la pieza en el autoclave.

3.1.7. Fase de desmontaje del bloque después del curado

Tras finalizar el proceso de curado de la pieza, se saca todo el montaje de la cámara presurizada del autoclave para desmontar el bloque del sistema de agarre usado y ver el resultado de este remodelado diseño. A simple vista se observa que el conjunto exteriormente ha adoptado un aspecto tostado característico del proceso de curado, reflejado en la figura 3.1.31.



Figura 3.1.31. Extracción de la pieza del autoclave y desmontaje del sistema de agarre.

Una vez desmontado el conjunto pieza-sistema de agarre, se procede a retirar la bolsa de vacío y el '*air wave*'. Es posible despegar el teflón de la bolsa de vacío sin gran dificultad; en cambio, el despegue del '*air wave*' de los bordes de corchos se convierte en una tarea complicada al haber rebosado una pequeña cantidad de resina en ciertas zonas de la pieza, generando un contacto entre ambos bastante sólido.

El resultado de lograr despegar ambos elementos se muestra en la figura 3.1.32.



Figura 3.1.32. Retirada del recubrimiento de teflón y 'air wave'.

A simple vista en la figura 3.1.32 parece que la finalidad perseguida ha sido conseguida. Sin haber resanado las zonas extremas de la pieza, los laminados que conforman la cruceta parecen estar alineados entre sí. Por lo tanto, la primera deficiencia de la anterior fabricación parece haber sido subsanada con éxito.

Por último, es necesario la desunión de los bloques de aluminio de la pieza. Para ello, primero se retira el teflón y la cinta de alta que recubre la pieza. Al observar la rebaba que ha quedado tras impregnar la resina al corcho durante el proceso de curado, se ha tenido que usar una fresadora para resanar la rebaba necesaria para poder desacoplar los tacos de aluminio de la pieza con facilidad. El trabajo realizado por la fresadora que se encuentra en el taller del LERM es mostrado en la figura 3.1.33.



Figura 3.1.33. Fresado para resanar rebaba.

Quitada la rebaba suficiente para proceder a la extracción de los tacos de aluminio, se desacoplan todos ellos. Tras este arduo proceso, debido a la presión que hay que ejercer sobre los tacos de aluminio para extraerlos, se muestra en la figura 3.1.34 la pieza final; además, se refleja también la extracción del primer taco de aluminio.



Figura 3.1.34. Extracción de los tacos de aluminio y pieza final.

3.1.8. Fase de preparación de las probetas

Tras la obtención de la cruceta final, el primer paso para la preparación de las probetas cruciformes es eliminar la rebaba que se forma tras el curado de la resina de los laminados de material compuesto. Esta rebaba está formada por las cintas de corcho que han sido impregnadas de resina proveniente del material compuesto usado; al polimerizar dicha resina, ambas superficies se unen de forma solidaria, haciendo que su despegue sea manualmente imposible.

Para quitar esta rebaba se hace uso de una máquina habilitada en el taller del LERM que consta de un disco o muela de corte con incrustaciones de diamante refrigerado con agua, figura 3.1.35.



Figura 3.1.35. Eliminación de las rebabas de la cruceta.

Antes de continuar con la obtención de las probetas, se corrobora que los cortes realizados han sido rigurosos y, por tanto, se mantiene la perpendicularidad entre la zona de los brazos de la cruceta a los cuales se le ha quitado la rebaba y la zona frontal de la cruceta, ver figura 3.1.36.



Figura 3.1.36. Comprobación de la rigurosidad del corte efectuado.

La transformación de la cruceta en probetas, es inmediata una vez llegado a este punto. Colocando la cruceta sobre las esquinas de los brazos resanados, se procede a cortar "rebanadas" de la pieza con el espesor deseado para la probeta, figura 3.1.37, usando la misma máquina de corte ya mencionada en la eliminación de la rebaba. En este TFG se ha decidido usar un espesor de 5 mm para cada sección de las probetas cruciformes.



Figura 3.1.37. Corte transversal de la cruceta en "rebanadas".

Como el corte de las probetas es manual, el patín de la máquina sobre el cual se monta la cruceta se debe desplazar de forma reposada y continua para conseguir una superficie de corte en los especímenes homogénea y lisa. Este propósito es complicado conseguirlo, ya que cualquier movimiento rápido o intermitente en el avance de la máquina provoca una superficie irregular, dentellada y con rugosidad apreciable en el espécimen.

Para solventar estas irregularidades provocadas por la realización de un corte que no ha sido óptimo, aunque haya sido realizado con el mayor tacto posible por las manos principiantes de este autor, se han realizado distintas pasadas con lijas de distinto tamaño de grano sobre cada probeta hasta alcanzar la superficie idónea. El lijado de estas probetas es mostrado en la figura 3.1.38.



Figura 3.1.38. Lijado de las probetas cruciformes tras su cortado.

La tipología de probeta a ensayar consta de un radio de acuerdo en las esquinas reentrantes definido en el modelo M2 de [3]. Dicho radio de acuerdo se consigue mediante un recanteado de las "rebanadas" obtenidas, siguiendo un modelo metálico ya creado para el PFC [4], figura 3.1.39. El recanteado consiste en la reproducción de un contorno sobre la pieza siguiendo un modelo análogo a lo requerido.



Figura 3.1.39. Modelo metálico usado como plantilla para el recanteado.

La recanteadora a usar se encontraba en las instalaciones de la spin-off TEAMS y por ello, este proceso se ha llevado a cabo en dicha empresa. La recanteadora, figura 3.1.40, consta de una broca escariadora alineada con un pequeño punzón que se encuentra fijo sobre una superficie lisa. Ambos elementos se encuentra en una perpendicular al plano de la mesa, consistiendo el procedimiento en seguir el contorno del modelo metálico con el punzón mientras que la broca escariadora reproduce el mismo contorno en las probetas cruciformes, eliminando el material sobrante de la sección cruciforme original de material compuesto.



Figura 3.1.40. Recanteado de las probetas cruciformes.

El proceso se realiza tras unir la probeta cruciforme con el modelo metálico mediante una cinta con adhesivo de doble cara, aunque no se adhieren ambos elementos directamente, ya que se distancian algunos milímetros con la unión de unos tacos de fibra de carbono de ancho menor al del espécimen de aluminio, que estos modelos tenían ya unidos.

Como se ilustra en la figura 3.1.40, además de la recanteadora explicada, se coloca cerca de la probeta a recantear la entrada de un conducto conectado a una aspiradora industrial. Este hecho es importante recalcarlo, ya que es importante recoger los residuos (polvos de carbono) producidos durante el recanteado para evitar la inhalación de éstos por este autor.

La evolución de las probetas durante este proceso de recanteado se muestra en la figura 3.1.41, recalcando la disminución del espesor de los brazos y el aumento del radio de curvatura de las esquinas reentrantes.



Figura 3.1.41. Antes y después del recanteado de las probetas cruciformes.

Tras eliminar las tiras de corcho restantes en dos de los brazos de las probetas, éstas están preparadas para ser enviadas a la empresa que realizará el mecanizado de la zona central de las mismas (Matrisur). El mecanizado lo realizará mediante control numérico para conseguir rebajar el espesor de la probeta en su zona central, siguiendo el modelo de Catia realizado por el compañero del GERM Alejandro Estefani Morales semejante al modelo M2 de [3]. Este nuevo modelo se diseñó con el fin de extraer un mayor número de probetas de la cruceta, reduciendo a 5 mm los 7.76 milímetros de espesor de la probeta de 5 mm. Todas las demás medidas referentes al nuevo modelo se mantuvieron idénticas a las que se definieron en el modelo M2 de [3] en su momento, ver figura 3.1.1.

El resultado tras el mecanizado se muestra en la figura 3.1.43.



Figura 3.1.43. Mecanizado de las probetas cruciformes siguiendo el modelo M2 de [3].

El siguiente paso es la colocación de tacos de vidrio en los brazos de las probetas para aumentar su espesor en dicha zona y contribuir a asegurar, en la medida de lo posible, que la zona de rotura se localice en la zona central de la probeta. El panel de fibra de vidrio debe ser lijado, figura 3.1.44, para que la unión de los tacos de vidrio mediante adhesivo con las probetas cruciformes sea adecuada.



Figura 3.1.44. Lijado del panel de material compuesto de vidrio.

Tras su lijado, se procede a cortar los tacos de vidrios necesarios para el montaje de todas las probetas. Para este paso se vuelve a usar la máquina de corte habilitada en el taller del LERM, ver figura 3.1.45.



Figura 3.1.45. Corte del panel de material compuesto de vidrio en los tacos necesarios.

Una vez preparados los tacos de vidrio, figura 3.1.46, se procede a la unión de los tacos con las probetas cruciformes mediante el adhesivo film AF-163-2-OST.06.



Figura 3.1.46. Tacos de vidrio por la cara sin pulir (abajo) y tacos de vidrio por la cara pulida (arriba).

Para ello, es necesario limpiar con anterioridad ambas partes a unir para que no quede ningún defecto en las superficies que provoque que el adhesivo no las una, figura 3.1.47. El producto usado ha sido acetona.



Figura 3.1.47. Limpieza con acetona de un taco de vidrio.

Tras tenerlo todo limpio, figura 3.1.48, se van cortando tiras del adhesivo que tengan el tamaño de los tacos, ver figura 3.1.49.



Figura 3.1.48. Probetas y tacos de vidrio antes de ser unidos.



Figura 3.1.49. Proceso de unión del adhesivo al taco de vidrio.

Cada vez que se corta una tira de adhesivo se ajusta adecuadamente al taco y, tras ello, se adhiere a un brazo de una de las probetas cruciformes, tal y como se muestra en la figura 3.1.50. En este TFG, se han realizado 3 probetas con tacos en un único eje y 3 probetas con tacos en los dos ejes.



Figura 3.1.50. Unión de los tacos de vidrio a una probeta cruciforme.

Cuando todos los tacos fueron colocados correctamente en las probetas, el adhesivo fue curado siguiendo el siguiente ciclo térmico:

- Ciclo de subida: Temperatura de 25 a 125°C; Tiempo de 0.25 *h*.
- Ciclo de curado: Temperatura de 125°C; Tiempo de 1.5 *h*.
- Ciclo de bajada: Temperatura de 125 a 25°C; Tiempo de 0.25 *h*.

En el horno a usar únicamente se regula la temperatura. Este curado no se realiza en la prensa de platos calientes habilitada en el LERM debido a que la presión mínima ejercida por las placas de dicha máquina sería excesiva para los tacos de vidrio al ser la superficie de contacto de éstos demasiado pequeña. Por ello, en el montaje a realizar se debe utilizar algún elemento que ejerza la presión adecuada sobre los tacos y las probetas para que los tacos no se desplacen y que la unión sea efectiva; dicho elemento se mostrará a posteriori.

Antes de realizar los montajes necesarios para cada tipo de probeta, dependiendo de la localización de los tacos en éstas, todas las probetas debían ser reforzadas con cinta de alta temperatura para evitar que al fluir la resina durante el curado del adhesivo el taco se desplazara de la posición adecuada, ver figura 3.1.51. Además, aporta una sujeción extra a los tacos de vidrio.



Figura 3.1.51. Refuerzo de las probetas con cinta de alta temperatura.

Los refuerzos con cinta de alta temperatura se colocan en dos zonas distintas de las probetas. En primer lugar se rodean los brazos de las probetas que tengan tacos con la cinta de alta temperatura, y en segundo lugar, se refuerzan las zonas con adhesivo cubriendo los brazos de las probetas longitudinalmente con respecto a cada uno de los ejes que éstas tienen, ver figura 3.1.52.



Figura 3.1.52. Probetas reforzadas con tacos en un solo eje (izquierda) y probetas reforzadas con tacos en ambos ejes (derecha).

En el caso de las probetas con tacos en un solo eje, el montaje usado se muestra en la siguiente figura.



Figura 3.1.53. Montaje para el curado del adhesivo para probetas con tacos en un único eje.

En el caso de las probetas con tacos en ambos ejes, el montaje ideado se ilustra en la figuraa 3.1.54.





En ambos montajes se mantienen las mismas ideas. La primera es usar planchas metálicas para ejercer presión uniformemente sobre los tacos de las probetas cruciformes manteniendo el conjunto unido mediante pinzas metálicas. Y la segunda idea es separar las planchas metálicas de las probetas mediante una lámina de teflón para evitar que el adhesivo se uniera con la plancha metálica cuando éste curara.

Para curar los seis conjuntos de manera adecuada, se introducen tres de ellos en el horno y tras su curado, se extraen del horno y se curan los otros tres conjuntos. En la figura 3.1.55 se muestran tres de los conjuntos en el horno antes de ser curados.



Figura 3.1.55. Montaje para el curado del adhesivo para probetas con tacos en ambos ejes.

Al extraer las probetas del horno, la quinta probeta sufrió daños en uno de sus brazos quedando inservible para ser ensayada.

El resultado final de las probetas tras su extracción del horno es el mostrado en las siguientes figuras.



Figura 3.1.56. Probeta 1 tras salir del horno (izquierda) y preparada para ser ensayada (derecha).



Figura 3.1.57. Probeta 2 tras salir del horno (izquierda) y preparada para ser ensayada (derecha).



Figura 3.1.58. Probeta 3 tras salir del horno (izquierda) y preparada para ser ensayada (derecha).



Figura 3.1.59. Probeta 4 tras salir del horno (izquierda) y preparada para ser ensayada (derecha).



Figura 3.1.60. Probeta 6 tras salir del horno (izquierda) y preparada para ser ensayada (derecha).

3.2. Probetas rectangulares unidireccionales

3.2.1. Fase de diseño del proceso de fabricación

La elaboración de probetas rectangulares unidireccionales, con las fibras orientadas a 90°, para ser ensayadas a tracción son realizadas para obtener la resistencia a tracción de la matriz del material compuesto.

En la práctica un estudio estadístico de la dispersión de los resultados suele ser fiable si el número de probetas ensayadas es superior a seis. Por ello, para validar los datos captados experimentalmente en el LERM se ha optado por la fabricación de ocho probetas.

Con el fin de aprovechar el material sobrante tras realizar los cortes para apilar el laminado usado en la fabricación de la cruceta, se ha realizado con este material dos laminados de 12 láminas cada uno. El uso de este número concreto de láminas se debe a asegurar la suficiente resistencia de la probeta en el proceso de manipulación previa al ensayo, tal y como se detalla en [4].

Los especímenes extraídos de estos laminados para ser ensayados se han de cortar con las dimensiones 200x25 mm.

Conociendo la medida deseada para las probetas rectangulares, se ha diseñado las dimensiones de los laminados a fabricar tras reflexionar sobre dos ideas. En primer lugar, se debe tener en cuenta que en el curado de los laminados se generan rebabas en los bordes de éstos, debido al rebose de resina que se produce normalmente. Y en segundo lugar, al realizar los cortes para obtener cada probeta se desecha material, además del material perdido por los recortes iniciales que se le deberán realizar a los laminados para quitar el

material no útil tras curar el adhesivo usado para pegar a los laminados los tacos de vidrio. Por lo tanto, para tener mayor flexibilidad y comodidad durante la fabricación de dichas probetas, estas razones han determinado que la dimensión de los laminados a fabricar ha de ser de 200x190 mm.

Tras curar dichos laminados se les adhiere tacos de vidrio en los extremos para proporcionar a la probeta mayor inercia y mejor zona de agarre; provocando así que la rotura se produzca por la zona central de la probeta.

Dichos tacos de vidrio deben ser lijados, con un ángulo de incidencia acusado, con anterioridad a ser colocado en los laminados para no provocar un concentrador de tensiones en la esquina formada entre el laminado y el taco de vidrio. El diseño de la probeta final a ensayar se muestra en la figura 3.2.1.



Figura 3.2.1. Boceto de la probeta rectangular unidireccional (Cotas en mm).

Una vez realizado este último paso, sobre el cual ahondaremos más cuando sean colocados dichos recortes de vidrio, las probetas están preparadas para ser cortadas y ensayadas.

A continuación, se analizará en profundidad cada etapa del proceso de fabricación de las probetas rectangulares para poder hacer hincapié en los errores o inconvenientes que se hayan podido producir durante dicho procedimiento. Así en posteriores fabricaciones se podrían evitar los inconvenientes, mejorando las fases del proceso.

3.2.2. Fase de fabricación de los laminados

La preparación y el apilado del pre-preg para conseguir los dos laminados necesarios para la fabricación de las probetas rectangulares es muy similar al procedimiento seguido para la fabricación del laminado usado en la obtención de las probetas cruciformes. En primer lugar, se cortan las 24 láminas de pre-preg necesarias para el apilado de los dos laminados. Cada lámina debe tener dimensiones de 200x190 mm. Estas láminas se muestran la figura 3.2.2.



Figura 3.2.2. Láminas de pre-preg con dimensiones 200x190 mm.

Tras dicha etapa, se realiza el apilado de las láminas con la ayuda de una espátula, cuyo fin es reducir lo máximo posible la porosidad que pudiera existir en la zona intralaminar.



Figura 3.2.3. Uso de espátula para el pegado de las láminas.

Es importante destacar que el laminado es unidireccional; consiguientemente, es necesario recalcar la máxima precaución que se debe tener para no apilar las láminas con distinta orientación.

Como cada laminado está formado por 12 láminas, se han realizado ciclos de precompactado por vacío de una duración media de 15 minutos para reducir el mayor

porcentaje posible de porosidad que pueda surgir durante el apilamiento; dichos ciclos sirven de ayuda para la eliminación de porosidad junto al uso de la espátula (figura 3.2.3).



En la siguiente figura se muestran algunos de los ciclos de precompactado usados.

Figura 3.2.4. Ciclos de precompactado.

Los ciclos de precompactado usados han sido tres; uno para los dos primeros laminados de 6 láminas cada uno; otro para los otros dos laminados de 6 láminas cada uno más el laminado formado por los dos laminados de 6 láminas del primer ciclo de precompactación; y un último ciclo de precompactado para el laminado de 12 láminas formado por los dos laminados de 6 láminas del segundo ciclo de precompactación.

3.2.3. Fase de curado de los laminados

Con el objetivo de obtener un curado idéntico entre las probetas rectangulares y el montaje de las probetas cruciformes, se han curado los dos laminados de 200x190 mm siguiendo en el autoclave el ciclo real de la figura 30.

Como la realización de dicho ciclo en el autoclave era necesaria para la fabricación de la cruceta, el curado de dichos laminados en este mismo ciclo reduce los costes de fabricación, al no tener que usar otro curado distinto al de la cruceta. Y además, se asegura un mismo curado, hecho que ayuda a obtener fiablemente la resistencia de la matriz con las probetas rectangulares que se obtengan; como si con probetas de la propia cruceta se hubiera obtenido dicha resistencia.

Antes de curar estos laminados se ha de preparar la mesa sobre la que se colocarán. La preparación es sencilla. Se coloca una lámina de teflón sobre la mesa a usar y sobre dicha lámina se colocan los laminados a curar para colocar el corcho necesario alrededor de éstos. El corcho debe ser colocado alrededor de todo el perímetro de los laminados, para mantener la forma de éstos durante el curado evitando cualquier rebose de resina. Dicho montaje se



Figura 3.2.5. Montaje para el curado de los laminados de 200x190 mm.

Una vez colocados en la mesa metálica a usar, se cubren con '*air-wave*' para realizar el vacío con la mayor uniformidad posible. Después se cubre con otra lámina de teflón, usada para cerrar la bolsa de vacío, uniendo ambas láminas de teflón con cinta de cromato.

Es importante destacar que se deben sellar bien las fugas de aire que surjan de la unión de las láminas de teflón con la cinta de cromato para conseguir el mejor vacío posible en el montaje. Dicha acción se muestra en la figura 3.2.6.



Figura 3.2.6. Sellado cuidadoso de las láminas de teflón con la cinta de cromato.

Tras el cuidadoso sellado de la bolsa de vacío, se procede a realizar vacío en su interior para comprobar que el sellado sea perfecto. En este caso, el sellado realizado ha sido tan bueno que tras un día sin estar enchufadas las mangueras al montaje, la bolsa seguía intacta. Una vez realizada dicha comprobación, esta mesa de vacío se introduce junto con la cruceta en el interior del autoclave, siguiendo el montaje mostrado en la figura 3.2.7.



Figura 3.2.7. Montaje de los laminados y de la cruceta en estructura auxiliar del autoclave.

Tal y como ya se ha mencionado, todo este montaje curado en el autoclave, maquinaria ya explicada en el subapartado 3.1.6 de este TFG, sigue la evolución del ciclo real obtenido mostrado en la figura 3.1.30.

Aunque el uso de estos laminados no es el mismo que en [4], el diseño de estos laminados es similar al de los laminados usados para ensayos tracción-compresión en [4]. Debido al lento curado que los laminados han tenido en este TFG, el combamiento producido en [4] de manera inherente al proceso se ha evitado.

Tras sacar del autoclave, ocho horas después aproximadamente, todo el montaje y quitar el teflón y '*air-wave*' que recubre a la mesa de vacío de los laminados, no se observa irregularidad alguna en ellos. Esto puede observarse en la figura 3.2.8.



Figura 3.2.8. Laminados de 12 láminas unidireccionales tras el curado.

3.2.4. Fase de preparación de las probetas

El siguiente paso tras el curado de los laminados es la preparación de las probetas rectangulares a 90° para su posterior ensayo a tracción.

Tras su enfriamiento al aire, se resanan los bordes de los laminados para eliminar el rebose de resina que se haya producido. Dicho resanado se realiza en la misma máquina de corte habilitada en el taller del LERM que ya ha sido usada en la preparación de las probetas cruciformes, mostrada en la figura 3.1.35. El resanado es mostrado en la figura 3.2.9.



Figura 3.2.9. Resanado del laminado unidireccional.

En el panel resanado de dimensiones algo menores que las de diseño, se colocan tacos de vidrio extraídos de un panel de fibra de vidrio con orientación $\pm 45^{\circ}$. Antes de extraer estos tacos se lija tanto el panel de fibra de vidrio (figura 3.2.10) como la zona de los laminados donde se colocan estos tacos (figura 3.2.11). Se debe recalcar que sobre los laminados se colocan tiras cortadas del panel de fibra de vidrio, que darán lugar a los tacos

una vez cortadas las probetas rectangulares. La zona de colocación de las tiras es tanto en la parte superior como inferior de cada laminado a un tercio de cada extremo si visualizamos el panel con la fibra a 0° paralela al plano de la mesa, como se muestra en el laminado lijado de la figura 3.2.11.



Figura 3.2.10. Lijado del panel de fibra de vidrio.



Figura 3.2.11. Lijado del laminado unidireccional.

El siguiente paso consiste en cortar el panel de fibra de vidrio. Para ello se usa la máquina de corte habilitada en el taller del LERM, que ya ha sido usada en anteriores ocasiones. El cortado se muestra a continuación en la figura 3.2.12.



Figura 3.2.12. Cortado del panel de fibra de vidrio en tiras.

Las tiras extraídas del panel de fibra de vidrio y los laminados necesarios para el montaje de las probetas rectangulares de tracción son mostrados en la figura 3.2.13.



Figura 3.2.13. Paneles necesarios para el montaje de las probetas rectangulares.

Una vez que todo se ha lijado y se ha cortado, se limpia con agua y aire a presión ambas superficies a pegar para que estén libres de impurezas, además de lisas. Después de esto también se limpian con acetona las superficies para eliminar cualquier impureza restante alojada en la porosidad creada durante el lijado. Todo el proceso de limpieza se muestra en la figura 3.2.14.



Figura 3.2.14. Limpieza de las superficies a unir.

Tras esta etapa se procede a cortar el adhesivo polimérico usado para la unión de ambas superficies, denominado AF-163-2-OST.06, mismo adhesivo que ha sido usado en la unión entre las probetas cruciformes y sus correspondientes tacos de vidrio. En primer lugar, se marca con un lápiz indeleble el trozo de adhesivo a recortar teniendo en cuenta que debe tener dimensiones ligeramente inferiores a las de las tiras cortadas anteriormente. Es interesante recalcar esta idea, ya que se evita el rebose excesivo de adhesivo, salvaguardando al laminado de un exceso de adhesivo en la zona central de este que dificultaría el ensayo a realizar a posteriori.

El adhesivo se une a las tiras y estas se unen a los laminados en las zonas habilitadas para ello, figura 3.2.15. Y, para finalizar y poder curar el conjunto, se recubren con cinta de alta temperatura todas las superficies próximas a alguna zona donde haya riesgo de rebose de adhesivo para luego poder eliminar con mayor facilidad dichas imperfecciones; además, se usa la misma cinta de alta temperatura para ejercer adicionalmente presión al montaje, colocando dos tiras de esta cinta alrededor del conjunto, figura 3.2.16.





Figura 3.2.15. Unión del adhesivo a ambas superficies.



Figura 3.2.16. Cinta de alta temperatura usada en el conjunto a curar.

El siguiente paso es el curado del adhesivo de unión de los laminados unidireccionales con las tiras extraídas del panel de fibra de vidrio.

El ciclo de curado de este adhesivo polimérico se realiza en una prensa de platos calientes debido al escaso volumen de la pieza a curar, además de la planitud del conjunto. Dicha maquinaria que se encuentra en el laboratorio del LERM consta de dos planchas de metal, una fija y otra móvil, que ejercen presión y temperatura sobre el conjunto a curar. Controlando estas dos magnitudes se puede controlar el ciclo de curado del laminado con las tiras. La temperatura es transmitida por conducción a través de las resistencias eléctricas que tienen las planchas en su interior, mientras que la presión ejercida por estas se controla
mediante la fuerza que ejercen.

Los valores característicos del ciclo de curado usado en la prensa de platos calientes para el conjunto son:

- Ciclo de subida: Presión de 0 a 2.8 *bar;* Temperatura de 25 a 125°C; Tiempo de 0.25 *h*.
- Ciclo de curado: Presión de 2.8 *bar*; Temperatura de 125°C; Tiempo de 1.5 *h*.
- Ciclo de bajada: Presión de 2.8 a 0 *bar;* Temperatura de 125 a 25°C; Tiempo de 0.25 *h*.

La información debe ser programada en la prensa de platos calientes, pero dicha información se debe introducir como fuerza a ejercer y temperatura en determinados puntos de las planchas. Teniendo en cuenta la superficie en contacto del conjunto con las planchas de esta maquinaria, se pueden transformar las magnitudes dadas:

$$F = P \cdot A = 6750 N$$

Siendo:

$$P = 2.8 \ bar = 0.28 \ MPa$$

 $A = 2(67 \cdot 180) \ mm^2 = 2.41 \cdot 10^{-2} \ m^2$



Figura 3.2.17. Laminados con adhesivo a curar en la prensa de platos calientes.

Una vez finalizado el curado se refrigeran ambos laminados con las tiras ya pegadas en el interior de la prensa de platos calientes, para posteriormente extraerlos y poder finalizar la preparación de las probetas. Al sacarlos de la prensa de platos caliente, se observa que el recubrir con cinta de alta temperatura las zonas con alta posibilidad de rebose del adhesivo es efectivo, además de eficiente, para posteriores operaciones de preparación de las probetas. Este hecho se refleja en la figura 3.2.18.



Figura 3.2.18. Eficiencia de la cinta de alta temperatura para eliminar el rebose de adhesivo con facilidad.

Una vez obtenidos ambos laminados con las tiras de vidrio pegadas, se cortan las probetas rectangulares a 200x25 mm tras eliminar el rebose de adhesivo que haya surgido del curado. Dicho cortado se realiza con la máquina de corte que se encuentra en el taller del LERM, usada ya en numerosas ocasiones, figura 3.2.19.



Figura 3.2.19. Cortado de las probetas rectangulares tras eliminar el rebose del curado del adhesivo.

El último paso sería cortar las probetas rectangulares con las medidas necesarias; pero durante el proceso de fabricación de éstas se olvidó, realizar el achaflanado de las esquinas del taco de vidrio pegadas a la zona central del laminado para evitar concentraciones relacionadas con los ángulos rectos en una esquina reentrante.

Para subsanar este percance se ha lijado con mucho cuidado el taco de cada esquina reentrante mediante una lijadora de banda que se encuentra en el taller del LERM, eliminando lo necesario para obtener una probeta con los siguientes achaflanados, figura 3.2.20.



Figura 3.2.20. Lijado de los tacos de vidrio de cada esquina reentrante.

Antes de finalizar estas probetas, se limpian en su totalidad con acetona para que queden libres de impurezas; además, se pulen con un papel de lija todos los bordes de cada una de ellas para evitar que exista algún punto en el borde de una probeta que cree un concentrador de tensiones y estropee la realización de los ensayos.

En total se prepararon finalmente ocho probetas rectangulares para ser ensayadas a tracción, tal y como se muestra en la figura 3.2.21.



Figura 3.2.21. Probetas unidireccionales preparadas para ser ensayadas a tracción.

Capítulo 4 RESULTADOS EXPERIMENTALES

4.1. Introducción

En este capítulo se muestran los resultados experimentales obtenidos tras realizar los ensayos pertinentes a cada tipo de probeta.

Después de ensayar las probetas rectangulares a tracción uniaxial, se presentan los resultados extraídos de cada ensayo para su posterior tratamiento.

Tras la realización de los ensayos uniaxiales de tracción sobre las probetas cruciformes se realiza un análisis detallado de los resultados obtenidos.

4.2. Ensayos de tracción sobre probetas rectangulares

La finalidad de ensayar a tracción las probetas rectangulares unidireccionales a 90° es realizar una estimación de la tensión a la que se produce el fallo del material. El uso de esta geometría rectangular se debe a que en la zona central de dicha probeta se alcanza un estado tensional uniforme. Con la obtención de esta carga de fallo se conoce la resistencia transversal a rotura de este material ante carga uniaxial.

En primer lugar, se prepara la máquina de tracción a usar. En este caso, los ensayos se han llevado a cabo en una de las máquinas universales Instron 4482 habilitada en el laboratorio del LERM.

Una vez preparada la máquina de ensayo, se procede a colocar la probeta a ensayar. Es importante recordar la exhaustiva colocación de dichas probetas, ya que cualquier desalineación en su posicionamiento conllevaría la introducción de un momento torsor en el ensayo. Introducir dicho término produciría el fallo prematuro del espécimen; este hecho sería fruto de un ensayo frustrado para el fin que se persigue a la hora de realizar un ensayo de tracción uniaxial.

El preciso alineamiento de cada una de las probetas se ha llevado a cabo de la manera que se puede observar en la figura 4.2.1, en la cual se muestra la alineación del primer espécimen a ensayar.



Figura 4.2.1. Cuidadosa alineación de las probetas unidireccionales.

El siguiente paso es ajustar las condiciones para el ensayo en cuestión y poner en marcha la máquina de ensayo. Los valores de los parámetros necesarios para el funcionamiento de la máquina de tracción son una temperatura de 22 °C y una velocidad de 1 mm/min. Tras introducirlos e ir realizando cada uno de los ensayos requeridos, se hallaron los resultados experimentales mostrados a continuación.

Antes de mostrar dichos resultados, es oportuno resaltar que hubo dos zonas de rotura diferenciadas entre los ensayos de las ocho probetas, ver figura 4.2.2. En algunas de ellas, la zona de rotura se ubica en la zona central del espécimen; mientras que en el resto, la zona de rotura se ubica en la zona cercana al comienzo del chaflán del taco de vidrio.



Figura 4.2.2. Zonas de rotura de las probetas unidireccionales a tracción.

Centrándonos en la trayectoria seguida por la grieta que en un cierto instante se produce en la matriz del material compuesto, se llega a un resultado esperado; la grieta se propaga perpendicularmente a la dirección de ensayo.

De acuerdo a lo explicado en [16] la generación de dicha macrogrieta debe tener su origen en el crecimiento de grietas de interfase que, tras girar hacia la matriz, alcanzan su coalescencia.

En las siguientes figuras se muestran las curvas características de cada uno de los ensayos realizados.



Figura 4.2.3. Curva tensión-deformación probeta A.



Figura 4.2.4. Curva tensión-deformación probeta B.



Figura 4.2.5. Curva tensión-deformación probeta C.



Figura 4.2.6. Curva tensión-deformación probeta D.



Figura 4.2.7. Curva tensión-deformación probeta E.



Figura 4.2.8. Curva tensión-deformación probeta F.



Figura 4.2.9. Curva tensión-deformación probeta G.



Figura 4.2.10. Curva tensión-deformación probeta H.

	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Carga máxima (N)	Resistencia (MPa)
Probeta A	24.97	2.35	2891.99	49.28
Probeta B	25.00	2.35	3281.45	55.85
Probeta C	25.05	2.35	3104.86	52.74
Probeta D	24.97	2.35	3400.15	57.94
Probeta E	25.00	2.35	3049.93	51.91
Probeta F	25.06	2.35	3344.23	56.79
Probeta G	25.00	2.35	2962.62	50.43
Probeta H	25.04	2.35	3720.93	63.23

En la siguiente tabla, figura 4.2.11, se resume el conjunto de valores extraídos de estos ocho ensayos.

Figura 4.2.11. Resumen de todas las probetas ensayadas.

Representando la resistencia transversal a tracción de estas probetas, se puede observar la poca dispersión existente entre los valores obtenidos.



Figura 4.2.12. Resistencia transversal a tracción de cada probeta.

Tras calcular los valores medios asociados a este conjunto de datos experimentales, se obtiene los resultados mostrados en la figura 4.2.13.

	Valor medio	CV (%)
Resistencia (MPa)	54.77	8.40

Figura 4.2.13. Estimación de la tensión de fallo del material compuesto en estudio.

Con el párametro CV se representa el coeficiente de variación, definido como:

$$CV = \frac{Desviación \, estándar}{media} \cdot 100 = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N} (x_i - \bar{x})^2}{N}}}{\bar{x}}$$

En el cálculo de resistencia transversal en ensayos de tracción de laminados de materiales compuestos se ha corroborado mediante la experiencia que los resultados pueden sufrir una dispersión de hasta un valor de CV próximo a un 30%. Esta dispersión en los resultados experimentales es debida a imperfecciones en la laminación, poca precompactación, ineficiente curado, etc.

Como el valor de CV está en torno a un 8%, la estimación obtenida (54.77 MPa) para la resistencia transversal a rotura de este material compuesto puede tomarse como válida. Además, este bajo valor de CV indica que la estimación obtenida es verosímil, lo que implica que el proceso de fabricación de dichas probetas ha sido adecuado.

4.3. Ensayos de tracción uniaxial (T-0) sobre probetas cruciformes

En primer lugar, se midieron las 5 probetas a ensayar. Como se desconocía a priori la zona por la que las probetas romperían, se anotaron distintas medidas.

Las distintas zonas medidas se ilustran en la figura 4.3.1. Para calcular un valor promedio en la probeta, se tomaron las medidas del ancho y del espesor en las zonas M que se encontraban en el eje longitudinal coincidente con la dirección del ensayo a tracción y se calculó el valor medio de ellas.



Figura 4.3.1. Zonas medidas antes de realizar los ensayos.

	Espesor sección M	Ancho sección M	Espesor sección N
Probeta 1	5.14	14.83	2.65
Probeta 2	5.24	15.42	2.53
Probeta 3	5.53	16.76	2.19
Probeta 4	5.18	15.84	2.40
Probeta 5	5.21	15.36	2.48

Figura 4.3.2. Valores medios de las medidas tomadas en las probetas cruciformes.

Tras la toma de medidas, es el momento de comenzar los ensayos. La máquina usada es la misma que la usada en los ensayos de las probetas rectangulares, Instron 4482.

El primer paso para ensayar las probetas es la precisa colocación de éstas, alineando la probeta cruciforme mediante su eje vertical durante el ensayo, es decir, mediante los brazos que se encuentran en la dirección de ensayo. Como ya se explicó en el anterior apartado, este paso es fundamental para no ocasionar el fallo anticipado del espécimen. En las siguientes figuras se visualiza lo comentado en cada una de las probetas ensayadas.



Figura 4.3.3. Cuidadosa alineación de las probetas a ensayar.

Cuando cada una de las probetas están colocadas en la máquina, se introducen las condiciones de ensayo y las medidas necesarias en el programa que gobierna el ensayo para comenzar éste. La temperatura se ajustó a 22°C y la velocidad de ensayo fue 0.5 mm/min.

Tras la realización de los tres primeros ensayos, se procedió a ensayar las otras dos probetas restantes, la número 4 y la 6 (ver figura 4.3.3), con el objetivo de obtener un mayor conjunto de valores con los que tratar.

Los resultados experimentales obtenidos en los tres primeros ensayos fueron muy positivos debido a que la rotura de los especímenes se había producido en su zona central, zona mecanizada por primera vez en este TFG con dicho objetivo. La rotura de la sexta probeta se produjo por la misma zona. Las cuatro roturas mencionadas se muestran en las siguientes figuras.



Figura 4.3.4. Zona de rotura de la probeta 1.



Figura 4.3.5. Zona de rotura de la probeta 2.



Figura 4.3.6. Zona de rotura de la probeta 3.



Figura 4.3.7. Zona de rotura de la probeta 6.

La perpendicularidad de la grieta en la zona central manifiesta claramente que la grieta ha debido iniciarse en dicha zona, al estar ésta expuesta a la carga de tracción que es perpendicular a ella. Tras su comienzo, la grieta se ha debido propagar perpendicularmente hasta que ha encontrado un camino energéticamente más favorable para poder continuar propagándose, desviándose de su trayectoria hasta llegar a la superficie externa de la probeta en el caso en el que le sea posible.

Además, en la figura 4.3.7 visualizar la grieta producida en la rotura del espécimen es complicado; esto se debe a que ambas partes en las que la probeta ha quedado dividida por la grieta no se han separado, al no llegar la grieta a propagarse hasta la superficie externa del espécimen. Este hecho reafirma la idea de que la aparición de la grieta ha debido producirse en la zona central de la probeta.

En cambio, el ensayo a tracción de la cuarta probeta condujo a la rotura del espécimen fuera de la zona central, figura 4.3.8, por ello dicho ensayo no se tuvo en cuenta a la hora de analizar el conjunto de valores obtenidos.



Figura 4.3.8. Zona de rotura de la probeta 4.

Tras conocer que la zona de rotura es la central, se toma el ancho de la zona mecanizada central como el ancho efectivo que la probeta tiene para que la grieta se inicie en dicha zona central. El ancho detallado en la tabla siguiente es el ancho de la zona mecanizada central plana de las probetas cruciformes, pudiendo considerarse invariable entre ellas ya que la máquina de control númerico que ha realizado el mecanizado ha usado el mismo patrón para todas ellas.

	Ancho (mm)	Espesor zona N (mm)	Carga máxima (N)	Resistencia (MPa)
Probeta 1	13.57	2.65	2471.15	68.72
Probeta 2	13.57	2.53	1876.65	54.66
Probeta 3	13.57	2.19	1522.51	51.23
Probeta 6	13.57	2.48	1978.67	58.80

Figura 4.3.9. Resumen de las probetas válidas.

En la figura 4.3.10 se representan los valores de resistencia obtenidos en los ensayos de tracción uniaxial de las probetas cruciformes.



Figura 4.3.10. Resistencia tranversal a tracción de cada probeta.

Realizando la media de los valores obtenidos, se obtienen los siguientes resultados:

	Valor medio	CV (%)
Resistencia (MPa)	58.35	12.98

Figura 4.3.11. Estimación de la resistencia última del material compuesto usado en las probetas cruciformes.

Teniendo en cuenta la explicación referente a CV del apartado anterior, se puede determinar que los ensayos han resultado ser un éxito debido a que un 13% es un valor más que aceptable para dicho parámetro.

Capítulo 5 CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS

5.1. Conclusiones

El objetivo de este TFG ha sido la fabricación de una nueva geometría de probeta cruciforme propuesta en [3] para paliar la existencia de concentraciones indeseables de tensiones y asegurar la rotura por su zona central.

En relación a las probetas:

- Se han diseñado y fabricado dos configuraciones geométricas distintas, rectangulares y cruciformes.
 - Probetas rectangulares:
 - Formadas por doce capas del material carbono-epoxi usado y exitosamente ensayadas a tracción uniaxial en una máquina universal Instron del LERM.
 - Probetas cruciformes:
 - Se han fabricado probetas cruciformes basadas en una geometría propuesta en [3] denominada M2. Como particularidad dicha geometría consta de un radio de acuerdo, para disminuir la concentración que existe por tener una esquina reentrante, y de una cavidad en su zona central, con el fin de disminuir el espesor de dicha zona para reducir la diferencia entre la tensión en el área del concentrador y la zona central.
 - Tal y como se ha comentado en el capítulo 3 durante el proceso de fabricación de la cruceta, ha habido mejoras con respecto a [4].

La primera mejora ha sido evitar el uso de 'robins' entre la cruceta y los tacos de aluminio usados para el curado tras solventar el problema de achaflanamiento de los laminados que conformaban la cruceta en [4].

Y la segunda mejora ha consistido en la creación de un nuevo sistema de agarre del bloque completo a curar para evitar el desalineamiento de los brazos de la cruceta existente en [4].

En relación a los ensayos:

 Tras la realización de los ensayos a tracción uniaxial de las probetas rectangulares y de las cruciformes, observando los resultados de resistencia en cada uno de los conjuntos de valores obtenidos se puede decir que la diferencia existente entre ambos conjuntos de valores es mínima, ver figura 5.1.1.



Figura 5.1.1. Comparación de las resistencias transversales entre los dos conjuntos de valores obtenidos.

Puede afirmarse ante estos resultados que el objetivo a perseguir en este TFG ha sido conseguido, ya que se ha solventado la concentración de tensiones en las zonas de menor ancho que tienen los brazos de las probetas cruciformes cuando se le realiza el radio de acuerdo en las esquinas reentrantes a dichas probetas.

Además, al solventar la concentración de tensiones, se consigue que la zona de rotura de las probetas cruciformes sea la zona central que ha sido mecanizada para dicho fin. Esto se debe a que la grieta que marca el inicio de la rotura parece ser localizada en dicha zona.

5.2. Trabajos futuros

Con las conclusiones a las que se ha llegado en este TFG, los desarrollos futuros en los cuales se trabajará de forma inmediata es la realización de los ensayos biaxiales de tracción-tracción a esta nueva geometría de probeta.

Para la realización de los ensayos biaxiales se ajustará el dispositivo creado en uno de los anteriores PFC, realizado para la investigación en esta línea de estudio y el cual ya fue modificado en [4]. Tras la limpieza de todos los componentes de dicho dispositivo, se muestra en la figura 5.2.1 el estado actual del dispositivo.



Figura 5.2.1. Dispositivo usado en la realización de ensayos biaxiales.

Capítulo 6 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] F. París, J. Cañas, J.C. Marín, A. Barroso, E. Correa, 2008, "Introducción al análisis y diseño con materiales compuestos", Servicio de publicaciones de la ETSI.

[2] París, F.C., 2001, "A Study of Failure Criteria of Fibrous Composite Materials", NASA/CR-2001-210661.

[3] Pérez, M^a D. P., 2012, "Diseño y análisis de una probeta cruciforme en material compuesto para la realización de ensayos biaxiales", Proyecto Fin de Carrera, ETSI, Sevilla.

[4] D. Vega, 2012, "Desarrollo de ensayos biaxiales para el análisis del fallo transversal en materiales compuestos fibrosos", Proyecto Fin de Carrera, ETSI, Sevilla.

[5] Dirección web: http://tecnologiadelosplasticos.blogspot.com.es/2011/08/resina - epoxi.html

[6] Dirección web: http://allstudies.com/resinas-epoxi.html

[7] J.K Gillham, 1990, "Flow and cure of polymers", Shawbury, UK.

[8] Dirección web: http://www.losadhesivos.com/temperatura-transicion-vitrea.html

[9] Dirección web: http://www.tdx.cat/bitstream/handle/10803/6686/06Txrj6de14 .pdf;jsessionid=A21E8FCFF83357EC5D525E11C461C9BE.tdx2?sequence=6

[10] Donald, D., 1995, "American Warplanes of World War II", Aerospace Publishing Limited, pages 251-252.

[11] Dirección web: http://tdd.elisava.net/coleccion/20/miravete-_castejOn-es

[12] Chant, C., 2000, "Aviones de la II Guerra Mundial", Editorial Libsa S.A.

[13] Tim Palucka and Bernadette Bensaude-Vincent, "History of composites".

[14] Dirección web: http://www.avep.es/uploads/noticias/guia%202.pdf

[15] Dirección web: http://www.ugr.es/~grus/research/MSc_Marin11.pdf

[16] París, F., Correa, E., Mantic, V., 2007, *"Kinking of transverse interface cracks between fibre and matrix"*, J App Mech, 74(4), pp 703-716.

[17] E. Correa, F. París, V. Mantic, "*Numerical study of the inter-fibre failure under biaxial loads*", Procedia Engineering 10 (2011) 2560-2565.

[18] A. Barroso, E. Correa, J. Freire, M.D. Pérez, F. París, D. Vega, "*Biaxial testing of composites in uniaxial machines: manufacturing of a device, analysis of the specimen geometry and preliminary experimental results*", Proceeding of the 15th European Conference on Composite Materials (ECCM-15), Venice, Italy, 24-28 June, 2012.