

12. FABRICACIÓN DE UN LAMINADO DE FIBRA DE VIDRIO - MATRIZ EPOXI. INFLUENCIA DE LA PROPORCIÓN FIBRA/MATRIZ

12.1. Objetivos docentes

Familiarizarse con las materias primas y el material necesario para la fabricación de materiales compuestos fibra de vidrio - epoxi.

12.2. Objetivo del trabajo práctico

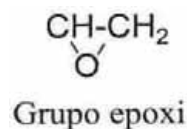
Fabricar laminados (material compuesto con una estructura en láminas) del tipo fibra de vidrio y matriz epoxi utilizando materias primas en forma de resinas y fibra de vidrio en distintas presentaciones (mats y tejidos). Se fabricarán al menos dos laminados, uno de ellos con mayor cantidad de resina y otro con menos.

12.3. Fundamento teórico

Resinas tipo epoxi:

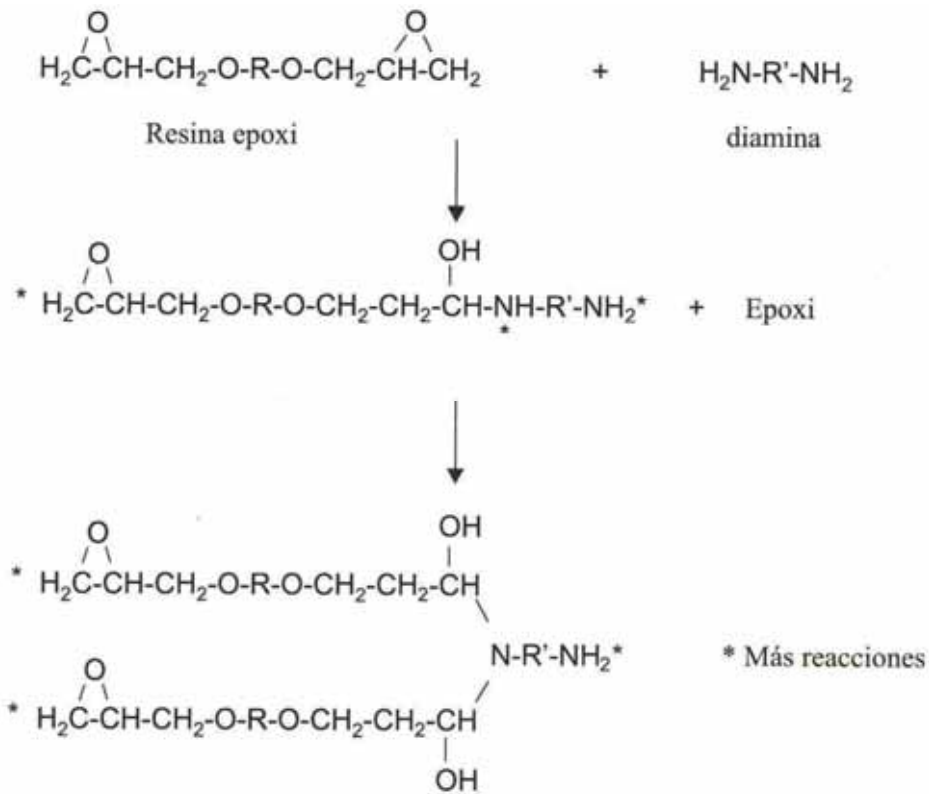
Las resinas de poliéster son muy utilizadas en la fabricación de materiales compuestos debido a su bajo coste y aceptables prestaciones. Sin embargo, estas resinas son consideradas de baja temperatura ya que mantienen sus propiedades hasta unos 60 u 80 °C. Las resinas epoxi son más caras que las anteriores, pero se comportan bien hasta 120 °C, clasificándose dentro de las matrices de temperaturas medias.

Las resinas epoxi son aquellas que se han formado a partir de monómeros que contengan grupos epoxi



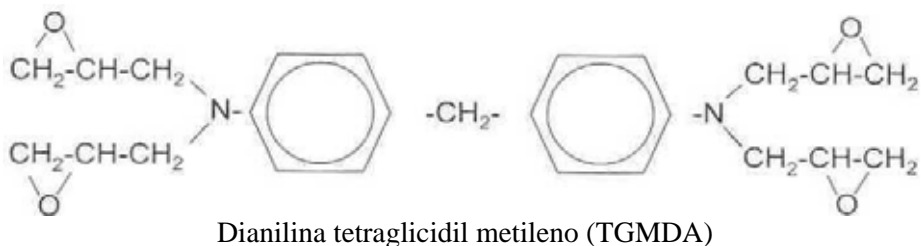
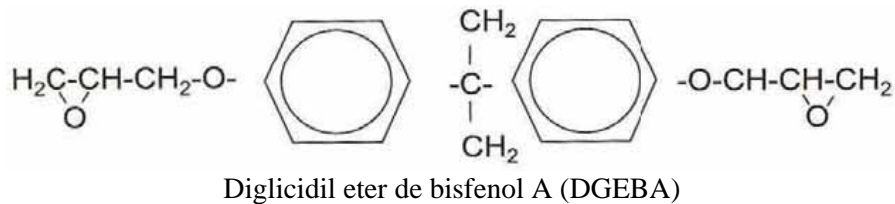
Los radicales epóxidos reaccionan con otros radicales orgánicos formando un polímero directamente entrecruzado y termoestable, y sin que se desprenda ningún producto en la reacción. Estos otros radicales orgánicos suelen ser aminas o anhídridos difuncionales. Los monómeros epoxi que se utilizan también deben tener al menos dos grupos epoxi para que el polímero resultante quede entrecruzado.

En el siguiente esquema se representa la reacción de polimerización entre un monómero epoxi difuncional y una diamina:

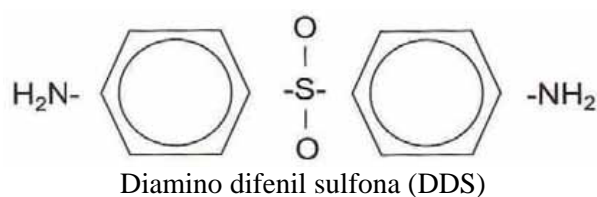


Las resinas epoxi que se utilizan en la fabricación de materiales compuestos suelen ser aromáticas, y las utilizadas para adhesivos y recubrimientos suelen ser lineales, ya que en estas aplicaciones se requiere una mayor flexibilidad.

Algunos monómeros que se utilizan habitualmente para matrices epoxi son:



Y un agente de curado muy utilizado es



La mayoría de las resinas epoxi están basadas en el TGMDA, el DGEBA y las Novolacas que son cadenas de anillos aromáticos (tres o más) enlazados por un grupo CH_2 y de cada anillo cuelga una cadena lineal corta con un grupo epoxi en el extremo. Las Novolacas tienen como mínimo tres grupos epoxi (trifuncionales) y producen una matriz muy entrecruzada. Un ejemplo de Novolaca es el poliglicidil éter de fenol-formaldeído.

Los reactivos para la fabricación de matrices epoxi se comercializan en forma de una resina líquida (componente A) y por separado el agente de curado (componente B). La resina líquida lleva incorporados todos los aditivos necesarios para que una vez polimerizada se obtenga una matriz que cumpla los requerimientos deseados para el material compuesto (propiedades mecánicas, químicas, térmicas, etc.).

La reacción de monómeros de TGMDA con DDS requiere de cierta temperatura para el curado, y la matriz que se obtiene es muy frágil. Mediante una adecuada formulación de la resina epoxi se mejora la tolerancia al daño, sobre todo a temperaturas elevadas, y se mejora la procesabilidad del material compuesto diseñando una reacción asistida por catalizadores o iniciadores puede producirse a temperatura ambiente. En ocasiones incluso se utilizan mezclas de resinas epoxi con otros polímeros termoplásticos para conseguir matrices menos rígidas.

En definitiva, la formulación de las resinas es muy variada para satisfacer los requerimientos del procesado del material compuesto y las propiedades mecánicas finales, por lo que las resinas epoxi se clasifican comercialmente atendiendo al tipo de procesado o material compuesto para los que se pueden utilizar. Las resinas para laminados suelen curar a temperatura ambiente; para enrollamientos de fibras curan a elevadas temperaturas; las resinas para RTM (resin transfer molding) son de baja viscosidad y elevada temperatura de curado; las utilizadas en los preimpregnados que curan a $175\text{ }^\circ\text{C}$ están normalmente basadas en el TGMDA y DDS como agente de curado, mientras que los preimpregnados que curan a $120\text{ }^\circ\text{C}$ se basan en la bisfenol A. Los preimpregnados que curan a menor temperatura (entre 60 y $120\text{ }^\circ\text{C}$) se utilizan mucho para la fabricación de artículos deportivos utilizando un procesado que incluye el curado en bolsa de vacío.

La fibra de vidrio

La fibra de vidrio es la más utilizada a día de hoy en la fabricación de materiales compuestos debido a su bajo coste y buenas características mecánicas, térmicas y eléctricas. Además el vidrio es altamente compatible con matrices orgánicas.

Las fibras de vidrio están formadas por aluminosilicatos de elementos alcalinos y alcalinotérreos, una materia prima muy abundante en la naturaleza. El proceso de fabricación incluye la fusión total de la mezcla de materias primas que se hacen pasar por una hilera con orificios de pequeño diámetro y el estirado de las fibras. Se fabrican fibras continuas de unas 10 o 15 micras de diámetro, que muchas veces se agrupan en hilos más gruesos.

Según la composición química existen distintos tipos de fibra de vidrio:

Vidrio E (eléctrico): excelente aislante eléctrico. Es el tipo de fibra más utilizado.

Vidrio A (rico en álcalis): es menos resistente mecánicamente que el vidrio E pero tiene una mayor resistencia química.

Vidrio AR (resistente a los álcalis): es la única fibra que puede utilizarse con el hormigón de cemento Portland.

Vidrio C (químico): resistencia mecánica entre el E y el A, pero mejor resistencia química que ambos.

Vidrio R o S (resistente): resistencia a la tracción y módulo de elasticidad muy superiores a los otros tipos de fibra de vidrio.

Vidrio D (dieléctrico): con propiedades dieléctricas, se utiliza en la fabricación de radares y otros elementos de telecomunicación.

Vidrio B (con boro): es un borosilicato de calcio con muy bajo contenido en álcalis. Es un excelente aislante eléctrico de gran durabilidad.

Vidrio ERC (eléctrico y resistente químico): combina un excelente aislamiento eléctrico con una alta resistencia química.

Vidrio X (rayos X): es transparente a los rayos X. Su composición está basada en el óxido de litio.

Según la presentación industrial de la fibra se distingue:

Fibra corta (hilos cortados y fibra molida): son fibras de pequeña longitud (generalmente entre 3 y 12 milímetros) que se utiliza para fabricar materiales compuestos con partículas (fibra molida) o con fibra corta (longitud menor de 15 veces la longitud crítica). Se utilizan mucho para el refuerzo de escayolas, cemento, papel, etc.

Fibra continua (bobinas o rovings): La fibra continua se agrupa en hilos de determinado grosor y se enrolla en bobinas que luego se usan en el procesado del material compuesto. Las fibras continuas se clasifican atendiendo a su título, esto es, la relación entre masa por unidad de longitud (g/Km).

Mats: Son capas no tejidas formadas aglomerando fibra corta o fibra continua desordenada (como el fieltro). El hilo que forma el mat puede tener distintos grosores. El velo o mat de superficie está formado por fibras individuales y se distingue por su ligereza y pequeño espesor. El mat grueso está formado por hilos mucho más gruesos. Los mats y tejidos se clasifican atendiendo a su gramaje, que es la masa por unidad de superficie (g/m²).

Tejidos: Son capas donde unos hilos se entrecruzan con otros formando una trama o dibujo determinado. Dependiendo del diseño de la trama se distinguen telas o tafetanes, satén, sarga, unidireccional (muchos más hilos en una dirección que en la dirección perpendicular), etc. En el tejido las fibras se orientan en el plano según algunas direcciones, lo que hace que los materiales compuestos sean anisotrópicos en el plano.

Preformas tridimensionales: Son estructuras tridimensionales formadas tejiendo o aglomerando los hilos y fibras a medida de las piezas de material compuesto que se quieren fabricar.

Laminados de materiales compuestos

El laminado está formado por un conjunto de láminas que se agrupan secuencialmente para dar lugar a un material compuesto de mayor resistencia que las láminas individuales. Este tipo de macroestructura es muy utilizada en los materiales compuestos.

La lámina es la unidad estructural básica del laminado. Es de pequeño espesor y gran superficie, y normalmente está formada por una única capa de fibras en forma de fibra continua o discontinua, un tejido o un mat.

Las láminas unidireccionales están formadas por una capa de fibras continuas alineadas en una dirección. Estas láminas son altamente anisotrópicas en el plano. Las láminas que tienen un tejido son menos anisótropas que las unidireccionales, mientras que las láminas formadas por un mat de fibra corta o fibra continua no alineada se denominan isótropas en el plano. Las láminas con tejidos se denominan equilibradas cuando tienen la misma cantidad de fibra en las dos direcciones perpendiculares.

Los laminados se clasifican según el tipo de láminas que los forman (unidireccionales, tejidos o mats) y según sea la interfase entre las láminas (con adhesivo o sin adhesivo).

Además de las propiedades individuales de cada lámina y la unión entre las láminas, el comportamiento mecánico del laminado depende de cual sea la secuencia de apilamiento de las láminas y del número total de láminas que tiene.

Los laminados unidireccionales se clasifican según la orientación de la fibra de las láminas respecto a las direcciones principales del laminado. En un **laminado cruzado** una lámina está a 0 grados y la siguiente a 90 grados, repitiéndose n veces la secuencia de apilamiento $([0/90]_n)$. El **laminado angular** tiene láminas a 0 y a 45 grados, por ejemplo el $[0/45/-45]_3$. El **laminado simétrico** tienen la misma secuencia de láminas desde el centro hacia los dos extremos del laminado (el $[0/45/90]_s$ tiene la secuencia de apilamiento $0/45/90/90/45/0$ si $n = 2$). El **laminado** se denomina **homogéneo** si tiene un número alto de láminas ($n > 10$) y además es simétrico. En un **laminado equilibrado** por cada lámina con ángulo $+\theta$ hay otra con ángulo $-\theta$, como por ejemplo los cruzados, unidireccionales, el $[+30/-30]_n$, etc.

12.4. Material e instrumental necesarios

Guantes, gafas y mascarilla

Cuencos de vidrio (dos unidades)

Cuchara sopera y cuchara de té

Varilla de madera

Papel de aluminio

Reactivos: Resina epoxi (componente A) y agente de curado (componente B)

Balanza de sensibilidad 0,1 g y de 0.001g

Fibras de vidrio en distintas presentaciones: mat de superficie (fino), mat de refuerzo (grueso), tejidos de distintos espesores.

Placa gruesa de vidrio

Cera desmoldante

Moldes de plástico flexible (dos unidades)

Espátula

Tijeras y cúter

12.5. Protocolo para la realización práctica

Aunque desconocemos la composición química exacta de los reactivos, sabemos que la resina líquida contiene distintos tipos de pequeñas moléculas orgánicas con anillos bencénicos que suelen ser muy cancerígenas. El fabricante indica que son productos tóxicos que no deben entrar en contacto con la piel ni respirarse.

Advertencia: Los reactivos son **productos químicos tóxicos**. **No oler la resina directamente y evitar el contacto con la piel**, cuidando especialmente los ojos y la cara. Procura que los recipientes que contienen los reactivos estén abiertos el menor tiempo posible.

¡PONTE GUANTES, GAFAS Y MASCARILLA! y no te los quites hasta el final de la práctica

Los componentes de las resinas sin curar también son perjudiciales para el medio ambiente. Utiliza los recipientes habilitados para desechar los restos y sigue las instrucciones que se indican a continuación para trabajar de forma segura y manchar la menor cantidad de utensilios posibles.

1- Diseño del laminado:

El laminado se va a fabricar por moldeo a mano sobre una placa de vidrio y utilizando unos moldes con forma cuadrada. Localiza los moldes para saber el tamaño aproximado que va a tener el laminado.

Con los mats y tejidos que hay disponibles, elige un diseño para tu laminado, es decir, tipo de láminas, secuencia de apilamiento y número de láminas totales. El laminado tiene que tener al menos tres láminas de dos tejidos o mats diferentes. Un ejemplo de laminado simétrico con cinco láminas es: mat de superficie, tejido, mat grueso, tejido, mat de superficie.

Hay que hacer dos laminados con el mismo diseño.

2- Preparación del molde y la fibra:

Coloca el molde sobre la placa de vidrio y fíjalo con cinta adhesiva. Puedes fijar los dos moldes en la misma placa de vidrio.

Corta con la tijera los trozos de tejidos y mats que te vayan a hacer falta para la fabricación de los laminados, ajustándolos a la superficie plana que deja libre el molde sobre la placa de vidrio, sin que quede arrugado ni doblado.

ATENCIÓN: La fibra de vidrio es muy rígida y pincha la piel como las espinas. La fibra corta se dispersa fácilmente con una corriente de aire. ¡Utiliza guantes y trabájala con cuidado!

Estos trozos de tejido o mat también se pueden aprovechar para calcular el gramaje, midiendo la masa y las dimensiones de cada uno (ver el punto 7 de este procedimiento experimental).

Una vez cortada la fibra, separa la que se va utilizar en cada uno de los laminados, que identificamos como laminado 1 y laminado 2. Pesa la fibra que va a llevar cada uno de ellos por separado en la balanza de sensibilidad 0.001 g y anota la masa total de fibra en tu cuaderno.

Con los guantes puestos, coge un poco de cera desmoldante con los dedos y unta las paredes del molde y la superficie de la placa de vidrio donde se va a hacer el laminado. Cubre bien toda la superficie pero sin dejar pegotes, como si untaras un molde con mantequilla.

3- Preparación de la resina:

Los dos componentes de la resina epoxi hay que mezclarlos en proporción en peso 100 A + 16 B. Calcula la masa de cada uno de los reactivos que necesitas para preparar aproximadamente 40 g de material.

Utiliza una hoja de papel de aluminio sobre otra de papel de filtro para soltar todos los utensilios manchados con resina. Mientras más cuidadoso y limpio seas menos tendrás que limpiar al final.

Abre la lata del componente A de la resina y agita el contenido con una varilla de madera hasta que se vea que la viscosidad es uniforme.

Lleva los dos componentes de la resina, un cuenco de cristal, una cuchara grande y una hoja de papel de aluminio hasta la balanza de sensibilidad 0,01 g. Coloca un papel protector de la balanza y encima un trozo de papel de aluminio, tálala y pesa el cuenco de cristal anotando su masa en tu cuaderno.

Tara la balanza de nuevo con el cuenco de cristal puesto y procede a pesar el componente A utilizando la cuchara para echar la resina.

Cuando lo tengas deja la cuchara manchada sobre el trozo de papel de aluminio, saca la varilla de madera y cierra la lata de resina. Anota en tu cuaderno la masa exacta que has pesado.

Tara la balanza con el cuenco con la resina. Abre el bote del componente B y añade la masa que necesita la mezcla. Ten cuidado de no pasarte, ya que no se podrá recuperar el producto echado en exceso. Cierra el bote del agente de curado y anota la masa del componente B en tu cuaderno.

Devuelve todo a tu lugar de trabajo dejando la balanza libre, limpia y tarada.

Anota la hora y comienza a mezclar los reactivos utilizando la varilla de madera. El tiempo de mezclado ideal es de unos 10 minutos.

ATENCIÓN: El tiempo de gel de la resina es de unos 30 minutos, lo que significa que la mezcla que se acaba de preparar mantendrá una viscosidad

adecuada para trabajarla y mojar bien a las fibras únicamente durante los siguientes 30 minutos. Pasado ese tiempo la resina estará demasiado viscosa para mojar las fibras de vidrio.

¡Asegúrate de acabar de aplicar la resina en los siguientes 20 minutos!

Anota la hora cuando acabes el mezclado, cuando comiences a fabricar el laminado, cuando acabes de colocar una lámina y cuando acabes de hacer todo el laminado.

4- Preparación del laminado:

Utiliza una cantidad mínima de resina para hacer el laminado 1 (una cucharada para cada lámina), mientras que para el laminado 2 se va a utilizar al menos el doble de resina (dos cucharadas por lámina).

Para hacer el laminado se va colocando alternativamente una capa de resina y luego otra de fibra. Cada vez que se coloca el trozo de tejido o mat se empuja contra el soporte de vidrio, idealmente con un rodillo, hasta que la fibra queda bien impregnada y plana, libre de burbujas de aire. Como no disponemos de un rodillo adecuado para el tamaño del molde resulta más cómodo utilizar la cuchara para este fin. **NO UTILICES LOS DEDOS.**

El laminado se acaba con una capa superficial de resina.

Controla el tiempo. Si se te acaba la resina líquida o se endurece antes de acabar el laminado, habrá que hacer otro poco de mezcla de reactivos.

Al final debe quedarte un poco de resina líquida sobrante. Unta otro trocito de la placa de vidrio con agente desmoldante y viértela encima de esa zona dentro de un molde pequeño. De este modo dispondremos luego de un trozo de material polimérico (sin fibra) para comparar sus propiedades con las de los laminados.

5- Curado de la resina:

Según indica el fabricante, esta resina polimeriza a temperatura ambiente en 24 horas. Dejas los laminados preparados sobre la poyata del laboratorio y se recuperarán en la siguiente sesión de prácticas.

En el tiempo que queda hasta el final de la práctica, pincha con un palillo de dientes la resina de los laminados cada 10 minutos, para determinar cuando empieza a endurecer. En el momento de endurecer la temperatura aumenta rápidamente; tocando la placa de vidrio con los dedos se puede observar este efecto. Si observas alguno de estos dos indicios de curado de la resina, anota la hora a la que sucede también en tu cuaderno.

6- Limpieza del material:

Limpia todos los objetos que estén manchados de resina líquida con papel absorbente, colocándolos en la estufa para que se sequen.

Desecha la varilla de madera y todos los papeles y hojas de aluminio manchadas de resina líquida en el contenedor habilitado para ello y deja limpio el lugar de trabajo.

7- Estudio de las distintas presentaciones de la fibra de vidrio

Observa las distintas presentaciones de las fibras de vidrio con el microscopio estereoscópico, utilizando los máximos aumentos y sobre un fondo negro. Coloca un cabello humano junto a las fibras para estimar los diámetros de los hilos y fibras en relación al diámetro del pelo, que debe tener un grosor de unas 50 micras. Determina si además de las fibras hay otro tipo de partículas (esféricas, por ejemplo) o si las fibras son de grosor variable. En los hilos, observa si se ha utilizado algún material aglomerante para tener las fibras unidas, lo mismo que en los mats. En los tejidos observa cómo se entrecruzan los hilos, y haz un dibujo del mallado en tu cuaderno.

Corta un trozo cuadrado de mat fino y otro de mat grueso para determinarle el gramaje. Para ello hay que determinar la masa en la balanza de sensibilidad 0.001g y la superficie del trozo pesado utilizando con un calibre o regla milimetrada.

8- Desmoldado de los laminados y determinación de sus dimensiones y propiedades:

El desmoldado de los laminados se realizará en la siguiente sesión de prácticas, cuando los laminados estén bien sólidos.

Retira las cintas adhesivas de los moldes y despega los laminados con ayuda de una espátula. Una vez despegado del cristal, despega el molde de plástico flexible tirando de él con las manos.

Pesa cada uno de los dos laminados en la balanza de sensibilidad 0.001 g y mide sus dimensiones aproximadas utilizando un calibre para el espesor y una regla milimetrada para la superficie.

Determina la dureza Mohs en ambos laminados (ver el guión de la Práctica 10), tanto en la superficie de arriba como en la de abajo que ha estado en contacto con la cera. Haz lo mismo en el trozo de polímero sin fibra.

Intenta fracturar el laminado flexionándolo con la fuerza de tus manos. Si es necesario recurre a apoyarlo sobre el filo de la poyata para ver comparativamente cual de los dos laminados opone una mayor la resistencia a la fractura y el tipo de fractura que se produce.

Observa también si hay diferencias de color o de apariencia entre los dos laminados curados a distinta temperatura y anota todas las observaciones para incluirlas en el informe.

8- Limpieza de la placa de vidrio:

Elimina todos los restos visibles de cera y resina de la placa de vidrio con un raspacristales. Después se lava con agua y jabón, enjuagar abundantemente con

agua del grifo, luego con un poco de agua destilada y colocar en la estufa para que se sequen.

12.6. Claves para el informe

- Masa de cada uno de los reactivos utilizados en cada una de las veces que se ha preparado resina líquida.
- Evolución de color y apariencia que hay ido sufriendo la resina en el procesado y el color final del material compuesto.
- Tiempos empleados desde que se mezcla hasta que se comienza a aplicar, tiempo aproximado en poner una capa, tiempo empleado en aplicar la resina (poner todas las capas), tiempo hasta que comienza a endurecer (prueba del palillo de dientes).
- Dibujo o fotografía donde se vea la forma de los laminados y sobre el que se indiquen las dimensiones de los mismos.
- Masa de resina y de fibra que tiene cada uno de los laminados, expresando también los resultados en porcentaje en peso.
- Observaciones realizadas sobre distintas propiedades mecánicas (dureza, fractura, flexibilidad (o rigidez), ...) para los dos laminados y para el material polimérico (la resina sin relleno).
- Comparación de las propiedades mecánicas y ópticas del laminado 1 y el laminado 2, así como con el material polimérico.
- Para los tejidos y mats, indicar el gramaje, el espesor medio, la presencia de hilos o fibras individuales, el número aproximado de fibras por hilo, número aproximado de hilos por unidad de superficie, forma en la que se unen unos hilos a otros, etc.