

R. Páez^a, L. Utrera^a, F.J. Botana^b, L. González-Rovira^b^a Titania, Ensayos y Proyectos Industriales S.L., El Puerto de Santa María, 11500, España^b Grupo de Corrosión y Protección, Escuela Superior de Ingeniería, Universidad de Cádiz, 11519 Puerto Real, España

Caracterización de nuevas generaciones de preimpregnados fuera de autoclave (OoA)

RESUMEN

Historia del artículo:

Recibido 5 de Mayo 2017

En la versión revisada 5 de Mayo 2017

Aceptado 31 de Mayo 2017

Accesible online 21 de Junio 2017

Palabras clave:

Fuera de autoclave

Preimpregnado OoA

VPB

Las nuevas generaciones de preimpregnados para procesos Fuera de Autoclave (OoA), también denominados VBP (Vacuum Bag Only), están alcanzando los niveles de madurez necesarios que permitirían fabricar con esta tecnología componentes con calidad de autoclave. Estos materiales se caracterizan porque promueven la evacuación de aire y minimizan la formación de defectos antes de la polimerización completa. Para ello, es necesario controlar los factores que gobiernan los fenómenos que se producen en su interior, tales como compresión de las telas, flujo de resina y crecimiento de huecos. Además, deben tenerse en cuenta las propiedades de las fibras y resinas constituyentes, y parámetros relacionados con la etapa de curado como la temperatura, la calidad del vacío y la duración del mismo.

En este trabajo se han estudiado comparativamente preimpregnados convencionales y preimpregnados específicos OoA. Para ello, se han laminado y curado varios paneles únicamente con bolsa de vacío y sin presión de autoclave. Posteriormente, se han caracterizado mediante la realización de ensayos normalizados de microscopía óptica, inspección con ultrasonidos y mecánicos.

Los resultados obtenidos ponen de manifiesto que actualmente los preimpregnados fuera de autoclave presentan propiedades similares a los preimpregnados convencionales. Superada esta etapa, los futuros estudios y desarrollos deberían orientarse, entre otros aspectos, a garantizar la robustez de los procesos de fabricación basados en la utilización de estos materiales y a la optimización de la fabricación de grandes estructuras con geometrías complejas.

Characterization of new generations of out-of-autoclave prepregs (OoA)

ABSTRACT

Keywords:

Out of autoclave

Prepregs OoA

VPB

New generations of out-of-autoclave prepregs, also known as VBP (vacuum bag only) are achieving a high maturity level that would allow the composite manufacturing with autoclave quality. These materials are characterized by its capability to allow air evacuation and minimize the presence of defects before its complete polymerization. To do this, it is necessary to control the factors that govern the phenomena that occur within it, such as compression, resin flow and void growth processes. Additionally, it should be considered fibers and resins properties, and curing cycle parameters such as temperature, vacuum quality and duration.

In this work we have studied comparatively conventional and OoA prepregs. To do this, several panels have been laminated using hand lay-up method and cured only using vacuum bag and without autoclave pressure. Then, the panels have been characterized by optic microscopy, ultrasonic inspection and mechanical standardized tests.

The results show that out-of-autoclave prepregs are achieving similar qualities to the conventional prepregs. Having completed this stage, new research and developments should be focused on, among other issues, guaranteeing manufacturing processes robustness and optimization of bigger structures with complex geometries.

1 Introducción

Los procesos de fabricación con autoclave se encuentran ampliamente estudiados y han demostrado su capacidad para fabricar piezas con alta robustez y calidad siendo la referencia en el ámbito de la fabricación de materiales compuestos [1]. Como consecuencia de ello se encuentran bien establecidas sus ventajas e inconvenientes. Entre estos últimos cabe destacar el elevado coste del equipamiento, operación y utillaje. Con el objetivo de reducir estos costes, en los últimos años han surgido distintas tecnologías que tratan de prescindir del uso de autoclaves [2]. Entre estas tecnologías emergentes se encuentran las basadas en el uso de preimpregnados fuera de autoclave. Estos materiales ofrecen al usuario final la posibilidad de no utilizar autoclave ya que los laminados se curan en un horno a presión atmosférica, pudiéndose obtener piezas sin restricciones de tamaño [3]. El empleo prepregs OoA no es reciente y cada vez existen más estudio orientados a entender los mecanismos que tienen lugar durante el procesado. Gracias a ello, hoy día es posible producir piezas con calidad de autoclave usando únicamente compactación con bolsa de vacío [1, 4]. Por estas razones, cada vez son más los fabricantes que ponen en el mercado productos basados en prepregs OoA. En este trabajo se presentan los resultados obtenidos en la caracterización de un prepreg OoA orientado a la fabricación de piezas para el sector aeroespacial.

2 Procedimiento experimental

2.1 Materiales

Para este estudio se han empleado dos tipos de materiales preimpregnados. Por un lado, se ha utilizado como material de referencia de curado en autoclave un material ampliamente usado en el sector aeroespacial como es una fibra de carbono de alta resistencia y módulo estándar en formato cinta unidireccional con resina epoxi. De aquí en adelante este material lo denominaremos prepreg SM.

Por otro lado, se ha utilizado un preimpregnado de fibra de carbono específico para ser curado fuera de autoclave (prepreg OoA) en formato cinta con resina de naturaleza epoxi.

2.2 Fabricación

La preparación de los paneles se ha llevado a cabo en el centro de fabricación de materiales compuestos de Titania, Ensayos y Proyectos Industriales. La empresa cuenta actualmente con las instalaciones, equipos y personal altamente cualificado necesarios para fabricar según requisitos aeronáuticos. La fabricación se ha realizado siguiendo la normativa aeronáutica aplicable. Durante la etapas de conservación, laminación, consolidación y curado de los preimpregnados, se ha garantizado que las condiciones ambientales, contaminación y parámetros de los procesos se han mantenido dentro de los márgenes establecidos en dicha normativa. Para llevar a cabo este estudio se han fabricado tres tipos de paneles: prepreg SM en autoclave, prepreg SM fuera de autoclave y, por último, prepreg OoA.

2.2.1 Fabricación de paneles monolíticos de prepreg SM con curado en autoclave

Se han fabricado paneles planos monolíticos de prepreg SM de dimensiones 350 x 350 mm con 1 y 2 mm de espesor mediante laminación manual considerando un apilado en todas las capas a 0°. El curado se ha realizado en autoclave manteniendo 2 horas a 180 °C a una presión de 7 bar y con un vacío en bolsa entre 0.65 – 0.90 bar.

Los paneles fabricados fueron desmoldeados, identificados y almacenados en el laboratorio hasta la realización de los ensayos.

En la Figura 1 se incluye una imagen del autoclave utilizado para la fabricación de los paneles de prepreg SM que se muestran en la Figura 2.



Figura 1. Curado de prepreg SM en autoclave

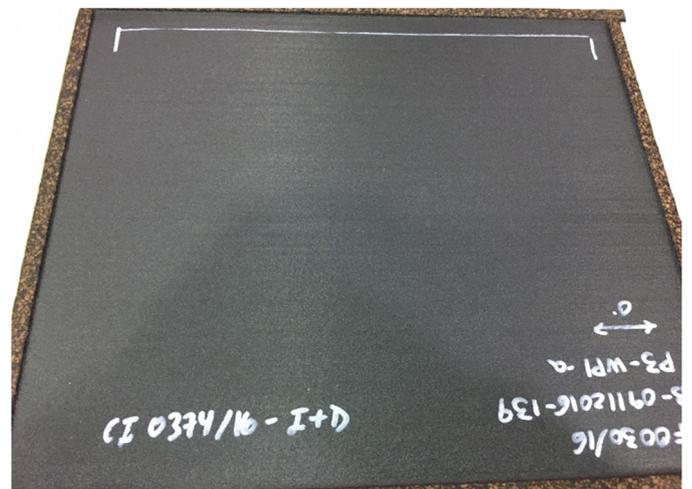


Figura 2. Panel monolítico de repreg SM

2.2.2 Fabricación de paneles monolíticos de prepreg SM sin curado en autoclave

Se ha fabricado un panel monolítico de prepreg SM de 2 mm de espesor empleando los mismos parámetros de curado que los utilizados para fabricar los paneles de curados en autoclave, aunque en este caso se trabajó a presión atmosférica. Para la temperatura, el tiempo de estabilización y la presión existente en el interior de la bolsa de vacío se utilizaron los mismos valores que los empleados para fabricar los paneles de prepreg SM curados en autoclave. En la Figura



3 se incluye una imagen tomada durante la laminación del panel sala limpia.



Figura 3. Operaciones de corte y laminación en sala limpia

2.2.3 Fabricación de paneles monolíticos de prepreg OoA con curado sin presión de autoclave

Por último, se han fabricado paneles monolíticos de 200 x 300 mm de 1 mm (0,+45,90,-45,0), 1,6 mm (todas las capas a 0°) y 2 mm (0°) utilizando el mismo procedimiento de laminación que en los casos anteriores. Dado que la capacidad de evacuación de aire depende del espesor del material, se decidió no incluir esta variable en este estudio y, por consiguiente, no se han fabricado paneles por encima de 2 mm.

Durante este proceso se realizarán compactaciones cada 3 telas, empleándose los mismos materiales auxiliares. La etapa de curado se realizó según el ciclo de curado recomendado por el fabricante, que se representa en la Figura 4. De acuerdo con dicha figura, el ciclo constaba de un primer escalón a 110 °C durante 60 minutos y un segundo escalón de 180 °C durante 120 min. Las rampas de calentamiento y enfriamiento se mantuvieron a 1 °C/min y 2-5 °C /min, respectivamente. En la Figura 5 se incluye una imagen de uno de los paneles fabricados en estas condiciones.



Figura 4. Ciclo de curado para monolíticos con prepreg OoA

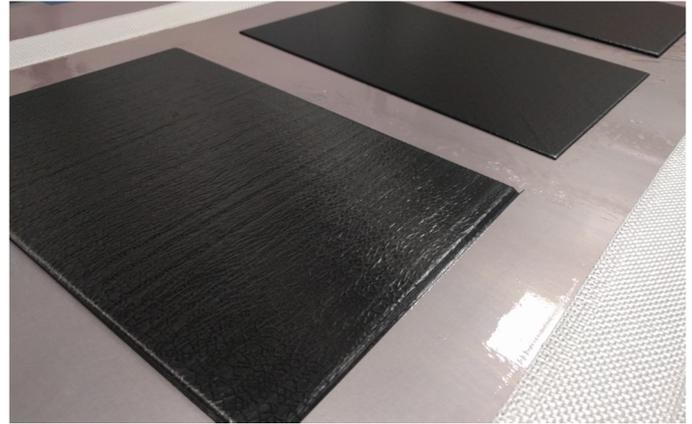


Figura 5. Laminado de prepreg OoA

2.3 Caracterización

La caracterización de todos los paneles fabricados se ha llevado en los laboratorios de Titania, haciendo uso de procedimientos acreditados por ENAC y por el programa aeronáutico de

último, resistencia y módulo de cortadura en el plano. Para realizar estos ensayos, los paneles se cortaron hasta obtener probetas normalizadas, utilizando para ello máquinas cortadoras refrigeradas con disco de diamante. Todos los ensayos mecánicos se realizaron en una máquina universal de ensayos INSTRON de 250 KN provista de mordazas hidráulicas con su respectivo utillaje. Cuando fue necesario se emplearon distintos elementos de medición dimensional.

Los paneles de prepreg OoA fueron sometidos a todos los ensayos mecánicos, mientras que los paneles prepreg SM (con autoclave) solo se realizaron ensayos de resistencia y módulo a tracción y la cortadura interlaminar.

3 Resultados y discusión

3.1 Inspección mediante ultrasonidos

En la inspección por ultrasonidos se observó que el panel fabricado con prepreg SM y sin presión de autoclave presentaba una pérdida total del eco de fondo tal y como se observa en la Figura 6, lo cual es indicativo de un alto contenido en poros. Los otros dos tipos de paneles estudiados, es decir, el prepreg SM curado con presión y el prepreg OoA reportaron una señal sin atenuación, estable y constante a lo largo de toda el área y espesor del panel, comportamiento característico de materiales libres de poros.

Las diferencias observadas entran dentro de lo esperado. Así, el prepreg SM es un material diseñado para ser fabricado en autoclave, de forma que presenta alta porosidad cuando se cura sin autoclave, quedando libre de poros al curarse en autoclave. Por su parte, la inspección por UT del prepreg OoA pone de manifiesto que al curar este material fuera de autoclave los paneles no presentan porosidad.

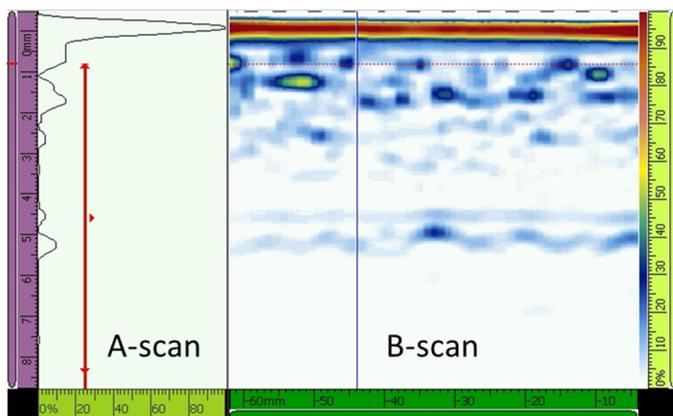


Figura 6. Imágenes A-scan y B-scan de inspección por ultrasonidos para prepreg SM sin presión.

3.2 Microscopía óptica

3.2.1 Paneles monolíticos de prepreg SM curado con presión de autoclave

En la Figura 7 se incluye una imagen de microscopía óptica característica de un panel prepreg SM curado en autoclave. En dicha imagen puede observarse una microestructura típica

de materiales en formato de cinta unidireccional en los que las capas presentan una adecuada compactación, sin que se observe porosidad ni otro tipo de defectología destacable.

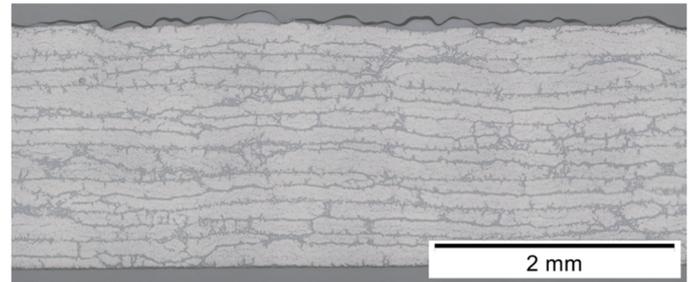


Figura 7. Imagen de microscopía óptica en sección transversal de un panel de Prepreg SM curado con presión de autoclave.

3.2.2 Fabricación de paneles monolítico de prepreg SM curado sin presión de autoclave

La imagen de la Figura 8 corresponde a un panel de prepreg SM curado sin presión. En esta imagen puede observarse claramente que la ausencia de presión durante el curado genera falta de compactación entre las telas y, por consiguiente, no se elimina todo el aire retenido durante la laminación. Esto da lugar a la alta porosidad que se observa en la imagen de la Figura 8, detectada perviamente durante la inspección por UT.

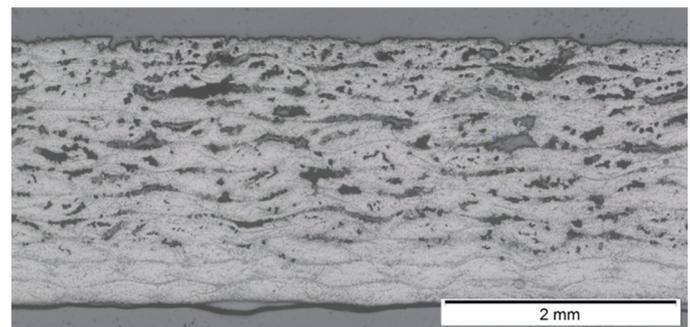


Figura 8. Imagen de microscopía óptica en sección transversal de un panel de prepreg SM curado sin presión de autoclave.

3.2.3 Paneles monolíticos de prepreg OoA curados sin presión de autoclave

En las Figuras 9 y 10 se incluyen imágenes correspondientes a los paneles de prepreg OoA, de 1 y 2 mm de espesor, curados con presión de vacío fuera de autoclave. Puede observarse como ambos paneles presentan una microestructura semajante a la de el prepreg SM curado en autoclave, Figura 7. En las Figuras 9 y 10 se aprecia una distribución homogénea de las telas y escasa porosidad, tal y como se detectó mediante UT.

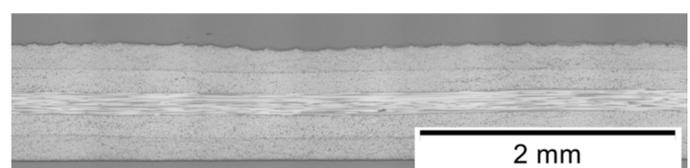
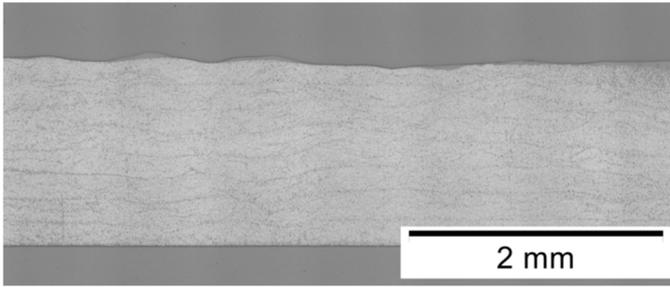


Figura 9. Imagen de microscopía óptica en sección transversal de un panel de prepreg OoA curado sin presión de autoclave**Figura 10.** Imagen de microscopía óptica en sección transversal de un panel de prepreg OoA curado sin presión de autoclave

3.3 Caracterización física y térmica

En la Tabla 1 se incluyen los valores del volumen de fibra, volumen de resina, contenido en huecos, temperatura de transición vítrea y grado de curado correspondientes al prepreg OoA curado fuera de autoclave. Los datos incluidos en la Tabla 1 indican que este material presenta un volumen de fibra de 54,93%, el cual es similar a los que presentan los prepregs convencionales, en los que el contenido en fibra se encuentra entre el 55 y el 60 %. Por otra parte, puede observarse que el contenido en huecos es inferior al 2%, que es el requerimiento fijado por la normativa aeronáutica para los prepregs convencionales. Algo semejante ocurre con la Tg y el grado de curado, cuyos valores son similares a los de las resinas epoxi curadas en autoclave.

Tabla 1. Ensayos físicos y térmicos realizados a prepreg OoA

Parámetro	Valor medio	Desviación estándar
Volumen de fibra (%) s/ UNE-EN 2564	54,93	0,04
Volumen de resina (%) s/ UNE-EN 2564	44,92	0,19
Contenido en huecos (%) s/ UNE-EN 2564	0,16	0,15
Temperatura de transición Vítrea Tg (°C) s/ ASTM E 2602	214,69	0,46
Grado de curado (%) s/ ASTM E 2602	92,8	0,3

3.4 Caracterización mecánica

En las Tablas 2 y 3 se incluyen los resultados obtenidos al caracterizar el prepreg SM y el prepreg OoA mediante los ensayos mecánicos descritos en el apartado 2.3.4. Los valores de la resistencia a cortadura en el plano para el prepreg SM corresponden a los que aparecen en la ficha de producto del fabricante.

Tabla 2. Valores de los parámetros que se indican correspondientes al prepreg SM curado en autoclave.

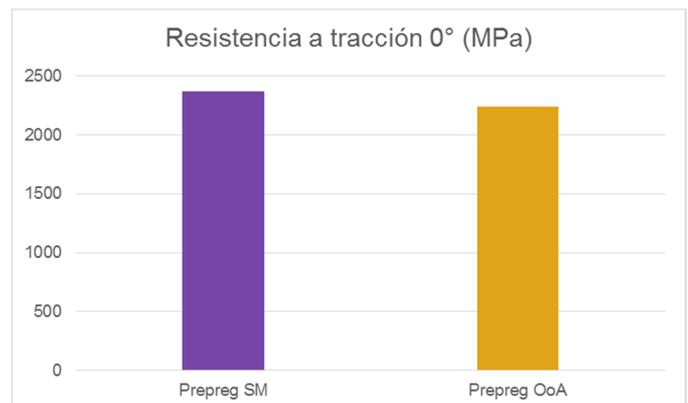
Parámetro	Valor medio	Incertidumbre
Resistencia a tracción 0° (MPa) s/ UNE-EN 2561	2366	71
Módulo a tracción 0° (GPa) s/ UNE-EN 2561	138	2,57
Resistencia a cortadura interlaminar (MPa) s/ UNE-EN 2563	107	3
Resistencia a cortadura en el plano (MPa) s/ AITM 1-0002	95 (*)	-
Resistencia a cortadura en el plano (GPa) s/ AITM 1-0002	4,5 (*)	-

(*) Datos obtenidos de la Ficha de producto del fabricante

Tabla 3. Valores de los parámetros que se indican correspondientes al prepreg OoA.

Parámetro	Valor medio	Incertidumbre
Resistencia a tracción 0° (MPa) s/ UNE-EN 2561	2241	153
Módulo a tracción 0° (GPa) s/ UNE-EN 2561	142	17
Resistencia a cortadura interlaminar (MPa) s/ UNE-EN 2563	93	2
Resistencia a cortadura en el plano (MPa) s/ AITM 1-0002	107	2
Resistencia a cortadura en el plano (GPa) s/ AITM 1-0002	4,34	0,55

Para una mejor comparación, en las Figuras 11 a 15 se han representado los valores de los ensayos mecánicos realizados sobre el prepreg SM curado en autoclave y el prepreg OoA. Así, en las Figura 11 y 12 puede observarse que los dos materiales presentan valores similares tanto para la resistencia a tracción a 0° como para el módulo. No obstante, se observó una mayor desviación entre los resultados individuales para el prepreg OoA, lo cual se traduce en una mayor incertidumbre.

**Figura 11.** Comparación entre los valores de la resistencia a tracción 0° para prepreg SM curado en autoclave y prepreg OoA.

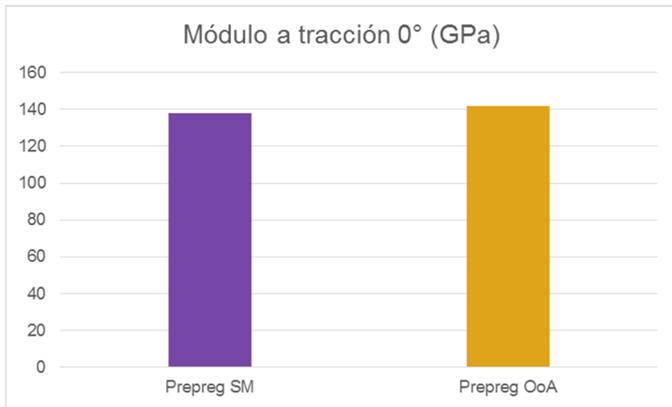


Figura 12. Comparación entre los valores de módulo a tracción 0° para prepreg SM curado en autoclave y prepreg OoA.

Por lo que se refiere a la resistencia a la cortadura interlaminar, en la Figura 13 puede observarse que los valores del prepreg OoA son algo menores que para el prepreg SM. No obstante, el valor medido para el prepreg OoA es del orden de los 95 MPa recogidos en la normativa para el prepreg SM curado en autoclave.

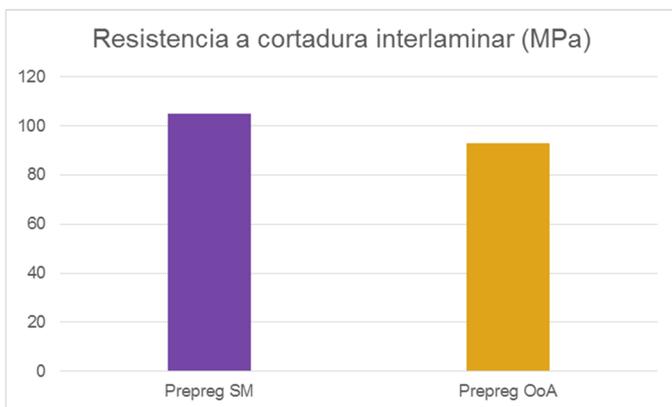
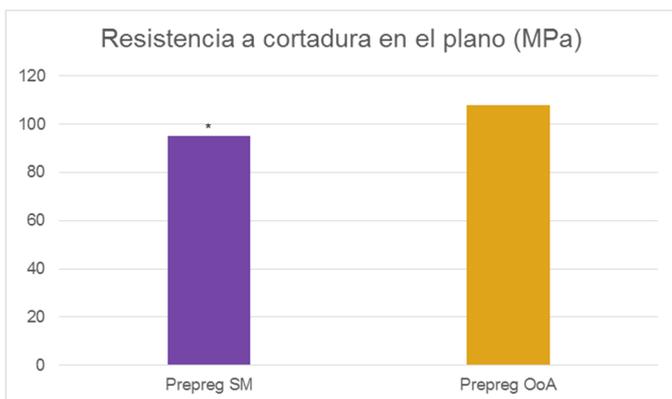


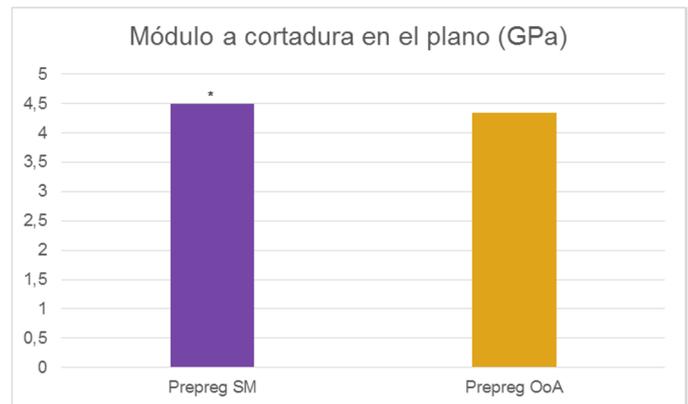
Figura 13. Comparación entre los valores de resistencia a cortadura interlaminar para prepreg SM curado en autoclave y prepreg OoA.

Por último, en las Figuras 14 y 15 puede observarse que el comportamiento del material prepreg OoA frente a la cortadura en el plano es similar al de los prepreg SM, existiendo una mayor similitud en los valores de los módulos.



*Según Ficha de producto del fabricante

Figura 14. Comparación entre los valores de resistencia a cortadura en el plano para prepreg SM curado en autoclave y prepreg OoA



*Según Ficha de producto del fabricante

Figura 15. Comparación entre los valores de módulo a cortadura en el plano para prepreg SM curado en autoclave y prepreg OoA.

4 Conclusiones

En este trabajo se ha llevado a cabo un estudio comparativo del comportamiento de paneles de fibra de carbono preparados a partir de prepreg de curado en autoclave (SM) y un nuevo prepreg para curado fuera de autoclave (OoA).

Los resultados obtenidos ponen de manifiesto que los paneles de prepreg OoA presentan un contenido en huecos inferior al 0.3 %. Este valor se encuentra por debajo del 2%, que es el requerimiento fijado por la normativa aeronáutica.

Por otra parte, el valor obtenido para el volumen de fibra se encuentra entre el 55 y el 60%, valor similar al que presentan los prepreps convencionales.

Del mismo modo, se ha encontrado que el prepreg OoA estudiado presenta una temperatura de transición vítrea y grado de curado similares a los de las resinas epoxi utilizadas en los prepreps convencionales.

Por último, se han obtenido valores estándar de módulos de tracción al evaluar el comportamiento mecánico de paneles laminados con prepreg OoA y SM.

Hay que señalar que estos resultados son válidos para paneles con espesores de 2 mm o inferiores y, por tanto, no deberían extrapolarse al comportamiento de paneles de mayor espesor, cuyo estudio se abordará en trabajos futuros.

En resumen, el conjunto de resultados obtenidos pone de manifiesto que el prepreg curado fuera de autoclave da lugar a materiales con propiedades microestructurales, térmicas y mecánicas semejantes a los materiales convencionales curados en autoclave.

Este estudio será complementado en el futuro mediante la evaluación de otras propiedades unidireccionales como el comportamiento a la compresión; la evaluación de propiedades multiangulares tanto a tracción como a compresión y estudios de procesabilidad y comportamiento en servicio de estos nuevos materiales.



Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo del Misnisterio de Economía, Industria y Competitividad, a través del Programa FEDER-INTERCONNECTA del Centro para el Desarrollo Tecnológico Industrial (CDTI) y cofinanciado por el Fondo Europeo de Desarrollo Regional (FEDER), con número de expediente "ITC-20151102.

Referencias

- [1] T.Centea, L.K. Grunenfelder, S.R. Nutt, *ScienceDirect*, **Composites: Part A** **70**, pág. 132-154 (2015).
<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.09.029>
- [2] J. Kratz, P. Hubert, *ScienceDirect*, **Composites: Part A** **49**, pág. 179-191 (2013).
<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.02.013>
- [3] A.Levy, J. Kratz, P. Hubert, *ScienceDirect*, **Composites: Part A** **68**, pág. 365-376 (2015).
<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.10.013>
- [4] G. Gardiner. Compositesworld. Out of Autoclave prepregs: Hype or revolution? (2011)
<http://www.compositesworld.com/articles/out-of-autoclave-prepregs-hype-or-revolutio>

