

Caracterización del comportamiento viscoelástico de compuesto carbono-epoxi no curado mediante ensayos de adhesión

Guillermo Retuerta del Rey¹, Andrea Fernández Gorgojo², Juan Pedro Fernández Blázquez³, Enrique Chacón Tanarro⁴

¹Grupo de Investigación en Ingeniería de Fabricación, Departamento Ingeniería Mecánica, Universidad Politécnica de Madrid, España, guillermo.retuertadel.rey@alumnos.upm.es

²Grupo de Investigación en Ingeniería de Fabricación, Departamento Ingeniería Mecánica, Universidad Politécnica de Madrid, España, andrea.fgorgojo@upm.es

³IMDEA Materials Institute, España, juanpedro.fernandez@imdea.org

⁴GI-IM, Departamento Ingeniería Mecánica, Universidad Politécnica de Madrid, España, e.chacon@upm.es

Resumen

El conocimiento de las propiedades viscoelásticas de la resina presente en los materiales compuestos pre-impregnados no curados resulta esencial para el desarrollo y optimización de los actuales procesos automatizados de fabricación de piezas de material compuesto (AFP, ATL, FPP...). El principio de superposición tiempo-temperatura aplicado a la fuerza de adhesión entre el compuesto y los utillajes, permite optimizar los tiempos de producción sin influir en el comportamiento viscoelástico del material con sólo variar la temperatura. La aplicación de este principio de superposición tiempo-temperatura requiere del cálculo de dos constantes que dependen de la resina presente en el compuesto y que habitualmente se calculan mediante ensayos reológicos con muestras de resina pura. En este trabajo se presenta un novedoso método de obtención de dichas constantes a partir, directamente, del material compuesto pre-impregnado utilizando ensayos de adhesión. Los valores obtenidos han sido validados frente a los obtenidos en reología a partir de muestras de resina pura observándose una excelente concordancia.

Palabras clave: material compuesto, material pre-impregnado, adhesión, superposición tiempo-temperatura

Abstract

Knowledge of the viscoelastic properties of the resin present in uncured pre-impregnated composites is essential for the development and optimization of current automated manufacturing processes for composite parts (AFP, ATL, FPP...). Time-temperature superposition applied to the tack force between the prepreg and the tool allows to optimize production times without influencing the viscoelastic behavior of the material by simply varying the temperature. The application of this time-temperature superposition principle requires the calculation of two parameters that depend on the matrix of the composite and that are usually calculated by rheological tests with pure resin samples. In this work a novel method to obtain these parameters directly from the pre-impregnated composite material using adhesion tests is presented. The values obtained have been validated against those obtained in rheology from pure resin samples, showing an excellent agreement.

Keywords: composite material, prepreg, tack, time-temperature superposition

1. Introducción

Los materiales compuestos pre-impregnados consisten en fibras de refuerzo impregnadas con una matriz de resina (habitualmente epoxi), la cual ha iniciado su proceso de curado. Estos materiales son de especial interés en la industria manufacturera de piezas en material compuesto ya que la mayor estabilidad del

proceso automático de pre-impregnación, frente a la impregnación por vía húmeda, permite obtener laminados con una proporción fibra-resina más alta y uniforme, lo cual se traduce en piezas con mejores propiedades mecánicas.

El procesado de materiales compuestos pre-impregnados se realiza habitualmente mediante

laminación manual [1]. Este proceso comprende el corte de las pieles con la forma adecuada, la retirada de los films de protección y la colocación de cada una de las pieles en el molde, que quedan adheridas a este gracias a las propiedades adhesivas de la resina. Este proceso requiere de técnicos cualificados y un elevado número de horas de trabajo.

Es por ello que, en los últimos años se han desarrollado numerosas técnicas que automatizan la laminación de estos materiales compuestos pre-impregnados, que reducen los costes de proceso y mejora la repetibilidad de estos, como el *Automated Fiber Placement* (AFP) o el *Automated Tape Laying* (ATL) [2]–[4]. Conocer el comportamiento adhesivo de los compuestos no curados cuando entran en contacto con los distintos utillajes presentes en estos procesos automatizados resulta esencial para poder optimizar su calidad y productividad [5], [6]. Autores como Matveev [7] o Bakhshi [8] han estudiado cómo la adhesión del material pre-impregnado al molde afecta a la formación de arrugas cuando se realizan giros en la dirección de deposición de las fibras. Las fuerzas de compresión en el plano debidas a la diferencia de longitud de los caminos recorridos por las fibras en los giros provocan que dichas fibras pandeen, venciendo la fuerza de adhesión entre el molde y el material compuesto (Figura 1b). En geometrías cóncavas también se pueden producir bloqueos debidos a la tensión de las fibras que impiden que las fibras se adapten correctamente al molde como se muestra en la Figura 1a [9], [10].

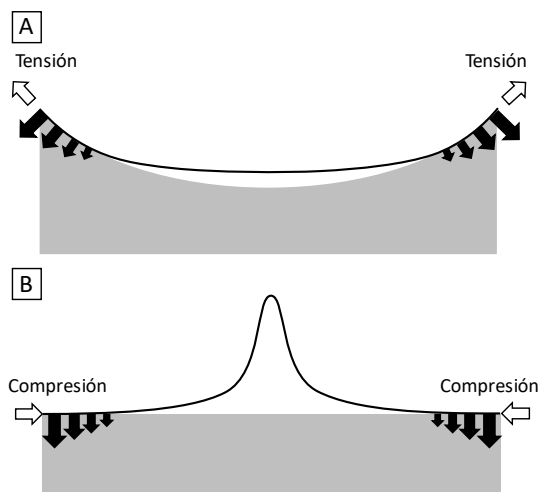


Figura 1. Defectos debidos a la falta de control de la adhesión entre el material compuesto y el utillaje. (A) Bloqueo debido a la tensión de las fibras en concavidades. (B) Arruga fuera del plano debido al pandeo producido en los cambios de dirección de las fibras.

El principio de superposición tiempo-temperatura permite determinar las propiedades termomecánicas de un material viscoelástico a distintas temperaturas a partir de valores conocidos a una temperatura de

referencia [11]. Crossley et al. demostraron que el modelo de Williams, Landel y Ferry (WLF) se puede aplicar al cálculo de la fuerza máxima de adhesión (F_T) entre el material pre-impregnado y una superficie cualquiera [12].

$$F_T(T, t) = F_T(T_0, ta_T) \quad (1)$$

$$\log_{10} a_T = \frac{-C_1(T - T_0)}{C_2 + (T - T_0)} \quad (2)$$

Donde T es la temperatura; t , el tiempo de contacto; y C_1 y C_2 , los factores de cambio de WLF, constantes positivas que dependen de la resina utilizada como matriz y de la temperatura de referencia (T_0). Estas constantes, habitualmente se obtienen mediante ensayos reológicos, variando la frecuencia y la temperatura de ensayo [13]. No obstante, dicho ensayo, aunque posible, resulta complejo de realizar con materiales pre-impregnados debido a la influencia de las fibras de refuerzo en la medida [14], por lo que, en la mayoría de los casos es necesario disponer de la matriz por separado.

Cabe destacar que este principio es de aplicación si, y sólo si, el grado de curado del polímero permanece inalterado. Una variación del grado de curado modificaría la estructura del material, generando mayor grado de entrelazamiento y, por tanto, generando cambios no reversibles en las propiedades termomecánicas del material. Para controlar que el grado de curado no sufra variaciones significativas por efecto del envejecimiento de la resina, se puede medir el grado de curado de cada una de las muestras mediante ensayos de calorimetría diferencial de barrido (DSC). La reacción de polimerización de la resina es una reacción finita y exotérmica, en la que la entalpía de reacción tiene un valor definido que puede ser medido mediante DSC. Si se ha producido un curado previo, por pequeño que sea, el DSC mostrará una reducción de la entalpía de reacción proporcional a este grado de curado [15].

En este trabajo se propone un método experimental que permite obtener las constantes definidas por Williams, Landel y Ferry sin necesidad de realizar un ensayo reológico y, por tanto, sin necesidad de disponer de la resina por separado de las fibras. Utilizando una máquina de análisis mecánico diferencial (DMA) se realizan ensayos en los que se mide la fuerza de adhesión del material pre-impregnado a los utillajes (F_T) a distintas temperaturas y con distintos tiempos de contacto bajo presión. Empleando estos valores en la resolución de las ecuaciones (1) y (2) para distintos puntos de las curvas de F_T , se pueden obtener las constantes de WLF objeto de este trabajo. Posteriormente, estos resultados se comparan con las constantes obtenidas mediante ensayo reológico de la resina por separado.

2. Método

2.1. Materiales

Para la realización de este trabajo se utiliza un material pre-impregnado no comercial fabricado por los autores. Este material compuesto se fabrica a partir de un tejido sarga (2x2) de fibra de carbono TC203T fabricado por el grupo Teijin con un peso por unidad de área de 200g/m^2 , y un film de resina epoxi MTFA500 de SHD Composites de 200g/m^2 .

2.2. Calorimetría diferencial de barrido.

Se realizan ensayos de calorimetría diferencial de barrido (DSC) utilizando un calorímetro TA Instruments Q200 DSC. Todos los ensayos se realizan con muestras de aproximadamente 20mg.

Con el objetivo de conocer la entalpía total de la reacción de polimerización de la resina objeto de este trabajo, se somete una muestra de resina virgen a una rampa de calentamiento hasta 300°C , posterior enfriamiento hasta temperatura ambiente y finalmente un calentamiento, de nuevo, hasta 300°C , utilizando, en todo caso, velocidades de $10^\circ\text{C}/\text{min}$.

También se aplica el mismo ciclo a muestras obtenidas de los apilados fabricados para reología y del material compuesto pre-impregnado. Estos dos ensayos, en combinación con el realizado a la muestra de resina virgen, permiten conocer el grado de curado que sufre la resina en el procesado de esta, y verificar que no existen diferencias significativas entre las muestras para reología y las muestras para los ensayos de adhesión.

2.3. Preparación del material pre-impregnado

Para la fabricación del material pre-impregnado se utiliza una prensa de platos calientes en la que se somete el apilado de tejido y resina a temperatura y presión durante un tiempo de 10 min. Se realizan pruebas a temperaturas de 50°C y 60°C , temperaturas que a través de DSC se verifica que se encuentran por debajo del inicio del curado. Se comparan también los resultados variando la presión de compactación entre 0.2MPa y 0.4MPa. La Figura 2 muestra la cara inicialmente seca de las fibras tras el proceso de impregnación para las distintas combinaciones de presión y temperatura. Se observa que los mejores resultados de transferencia de resina se obtienen a 60°C y 0.4MPa. Con estos valores se observa una correcta transferencia de la resina obteniendo un material compuesto uniforme del que obtener las muestras necesarias para los ensayos de adhesión que se describen más adelante.

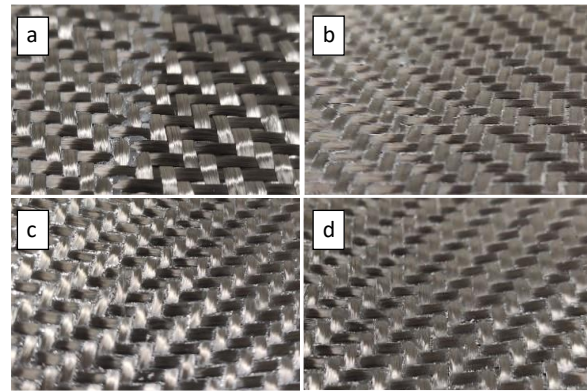


Figura 2. Imágenes de las pruebas de impregnación a: (a) 50°C y 0.2MPa, (b) 50°C y 0.4MPa, (c) 60°C y 0.2MPa y (d) 60°C y 0.4MPa.

2.4. Reología

Para los diferentes ensayos de reología realizados durante este trabajo, se utiliza un reómetro TA Instruments AR-2000ex con platos planos de aluminio de 25mm de diámetro. Se fabrican probetas de resina de 25mm de diámetro y 1mm de espesor apilando varias capas de film hasta obtener este espesor. Para garantizar que las propiedades termomecánicas del material de estas probetas y de la resina del material compuesto pre-impregnado sean iguales, es importante que el historial térmico del material y, por tanto, su grado de curado, sea igual [16]. Por ello, para compactar y uniformar el apilado de resina con el que se fabrican estas probetas, se somete al material a un ciclo de 60°C durante 10min.

Se realizan ensayos viscoelásticos dinámicos de baja amplitud (SAOS) en los que hacen barridos de frecuencia isoterms en un intervalo entre 0.5 y 200rad/s, y temperaturas de 30°C a 60°C , en intervalos de 3°C . De estos ensayos se puede obtener la evolución de los módulos de almacenamiento (G') y pérdidas (G'') con la temperatura y con la frecuencia de oscilación. Estas magnitudes cumplen el principio de superposición tiempo-temperatura, por lo que a partir de ellas podemos calcular los factores de desplazamiento de Williams-Landel-Ferry (C_1 y C_2). Para el cálculo de estas constantes se utiliza la funcionalidad interna del software TRIOS de control del reómetro. Las temperaturas de referencia elegidas para el cálculo de estas constantes son 30°C y 45°C .

2.5. Ensayos de adhesión

Para la medición de la fuerza de adhesión, se utiliza un equipo TA Instruments Q800 DMA, para el que se diseña un utillaje específico para este tipo de ensayos.

El utillaje, mostrado en la Figura 3, consiste en un disco de 40mm de diámetro (1) sobre el que se colocan

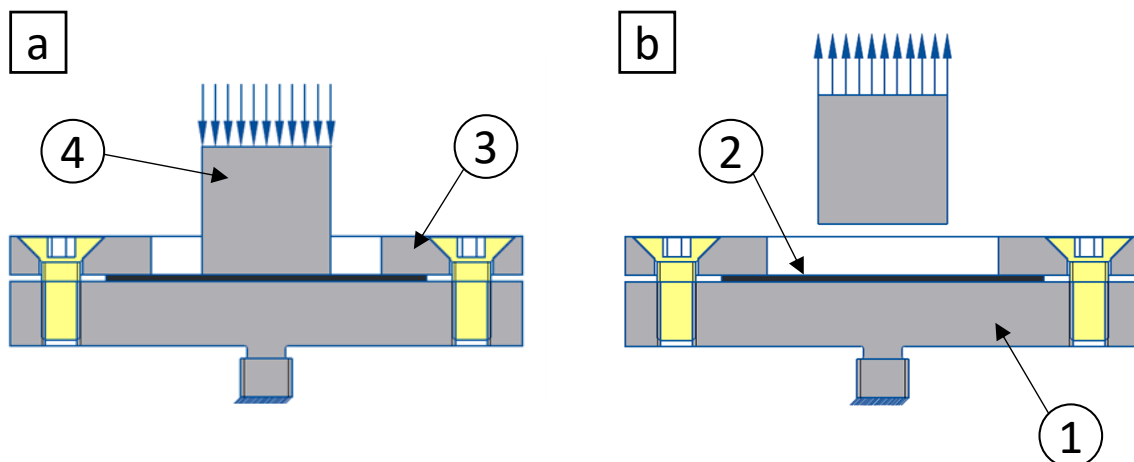


Figura 3. (a) Utillaje de adhesión en fase de compresión. (b) Utillaje de adhesión en fase de despegue.

muestras de 25mm de diámetro de material compuesto pre-impregnado no curado (2) y se fijan con un anillo de cierre (3) que garantiza el posicionamiento y tensado de las fibras. La parte móvil del utillaje consiste en un cilindro de 10mm de diámetro (4) que desciende hasta aplicar una fuerza controlada durante un tiempo fijado (Figura 3a) para, posteriormente, aplicar una rampa de fuerza hacia arriba hasta vencer la fuerza de adhesión en la interfaz resina-acero (Figura 3b). En la Figura 4 se muestra el utillaje montado sobre el equipo en el instante previo a la ejecución de un ensayo. La secuencia del ensayo es la que se describe a continuación:

1. Se coloca la muestra de material compuesto (2) con la cara con más resina hacia arriba sobre el disco de 40mm (1) y se fija con el anillo de cierre (3).
2. Se cierra el horno del equipo y se lleva el ambiente a la temperatura indicada en los parámetros del ensayo.
3. Se realiza un mantenimiento isoterma de 5 min para garantizar que, tanto los utillajes como la muestra de material compuesto pre-impregnado adquieran la temperatura objetivo.
4. Una vez alcanzada la temperatura objetivo, se inicia el ensayo, haciendo descender el cilindro de diámetro 10mm (4) hasta contactar con la muestra de material compuesto y aplicar una fuerza de compresión de 3N.
5. La fuerza de contacto es mantenida durante el tiempo establecido en los parámetros del ensayo y, pasado ese tiempo, se libera esta fuerza.
6. Se inicia a incrementar la fuerza de tracción a razón de 9N/min hasta producir el fallo en la interfaz resina-acero.
7. Se retira la muestra y se limpian ambas superficies con acetona para el siguiente ensayo.



Figura 4. Imagen del utillaje montado en el equipo TA Instruments Q800 DMA con la muestra de material compuesto en el instante previo al ensayo

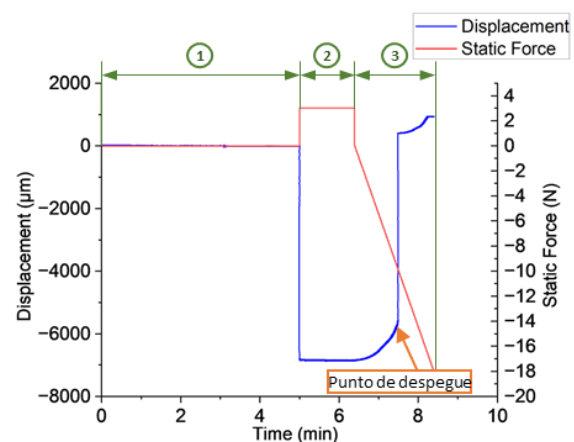


Figura 5. Curva característica de ensayo de adhesión

La Figura 5 muestra una curva típica obtenida en este tipo de ensayos. Si se observa la curva de evolución de la fuerza, se pueden distinguir claramente las tres fases del experimento:

1. Fase de mantenimiento isotermo a la temperatura de ensayo.
2. Fase de compresión: se observa una fuerza positiva constante de 3N.
3. Fase de despegue: en esta fase se observa una rampa de fuerza negativa que empieza en 0 y aumenta a -9N/min.

Es en el transcurso de la tercera fase cuando se produce el fallo. Este punto, indicado en la curva de desplazamiento de la Figura 5, se puede identificar como el punto de mayor velocidad (calculada como la derivada del desplazamiento respecto al tiempo). El valor de fuerza medido en ese instante de tiempo corresponde con el valor de fuerza máxima de adhesión entre el material compuesto pre-impregnado y el acero del cilindro móvil.

Este procedimiento se repite para cada uno de los valores de temperatura de ensayo y tiempos de mantenimiento bajo presión recogidos en la Tabla 1.

Tabla 1. Parámetros de los ensayos de adhesión

Temperaturas de ensayo	°C	20, 25, 30, 35, 40, 45, 50
Tiempos de mantenimiento	min	0.10, 0.14, 0.19, 0.27, 0.37, 0.52, 0.72, 1, 1.39, 1.93, 2.68, 3.73, 5.18, 7.2, 10.00

Con los valores de fuerza máxima de adhesión (F_T) obtenidos para cada uno de los ensayos mencionados es posible construir una curva maestra a la temperatura de referencia elegida (T_0). Para construir esta curva maestra, es necesario desplazar horizontalmente las curvas obtenidas utilizando las ecuaciones (1) y (2). Los valores experimentales se someten a un algoritmo de optimización en el que se buscan las constantes C_1 y C_2 de WLF. Este algoritmo ajusta los datos desplazados a una curva de la forma $F_T(t, T_0) = a \cdot t^b$ y busca los valores de C_1 y C_2 para los cuales se maximiza el coeficiente de determinación (R^2). Este procedimiento de ajuste se realiza, al igual que en los ensayos de reología, a dos temperaturas de referencia: 30°C y 45°C.

3. Resultados

3.1. DSC

La Figura 6 muestra los resultados obtenidos al someter una muestra de resina virgen a un ciclo de calentamiento de 10°C/min hasta 300°C. Como se indica en la figura, la temperatura de transición vítrea (definida por el punto de inflexión en el primer calentamiento) se sitúa en 3.7°C, mientras que la

temperatura a partir de la cual se inicia la reacción de polimerización, punto en el cual la curva empieza a descender por la exotermia de la reacción, es cercana a los 90°C. En este rango de temperaturas podemos afirmar que el principio de superposición tiempo-temperatura es de aplicación, ya que el grado de curado de la resina no sufre variaciones significativas. Se puede observar también, que la energía de polimerización de la resina, calculada como el área encerrada entre el pico de la curva y la línea base dibujada en negro, es de 350J/g.

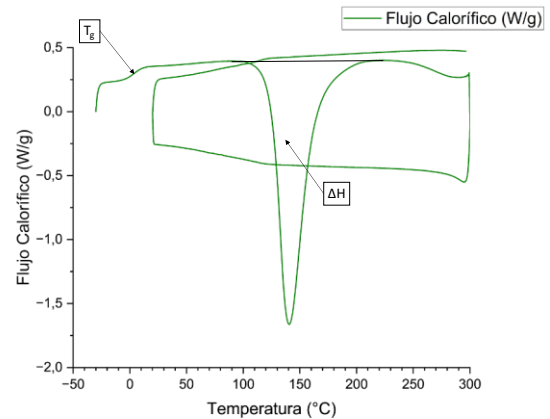


Figura 6. Curva DSC de resina virgen

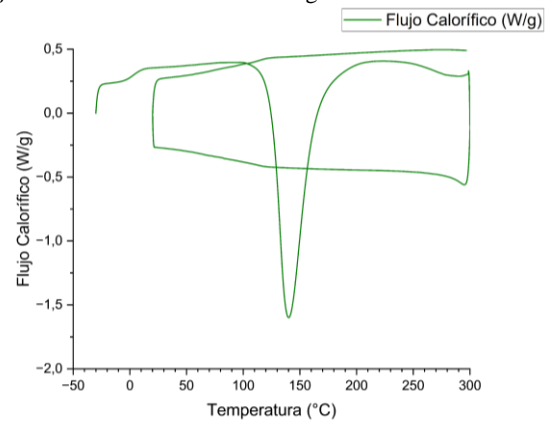


Figura 7. Curva DSC de una muestra obtenida de las probetas de reología.

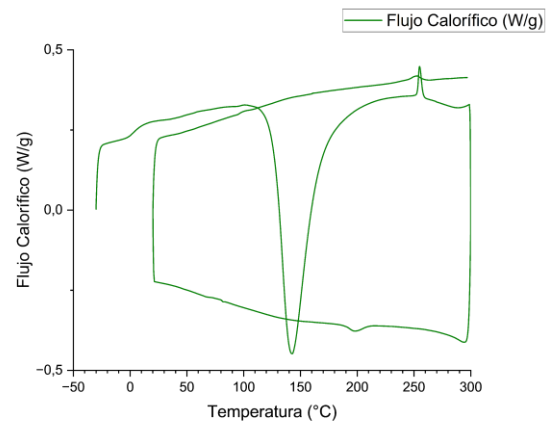


Figura 8. Curva DSC de una muestra de material compuesto pre-impregnado.

La Figura 7, en cambio, muestra la curva obtenida al someter al mismo ciclo a una muestra de resina obtenida de las probetas fabricadas para los ensayos de reología, mientras que la Figura 8 muestra la misma curva para una muestra de material compuesto pre-impregnado no curado.

En la muestra obtenida de las probetas de reología, se puede observar una temperatura de transición vítrea (T_g) de 2,8°C y una entalpía de reacción de 343J/g. En la curva correspondiente al material compuesto, en cambio, se observa una T_g de 2,9°C y una entalpía de reacción de 148J/g. No obstante, cabe destacar, que el material compuesto pre-impregnado posee un 47% en masa de resina, por lo que, para obtener el valor real de la entalpía de polimerización, es necesario corregir el valor medido con este factor. De esta manera, se obtiene que el valor real de la entalpía de polimerización de la resina presente en el material compuesto pre-impregnado es de 310J/g.

La Tabla 2 muestra un resumen de los valores más importantes que se obtienen de los ensayos de DSC realizados para cada una de las muestras. En ella, y suponiendo un grado de curado (DOC) del 0% para la resina virgen, se puede observar que las muestras obtenidas tras el proceso de impregnación de las fibras y tras el proceso de fabricación de las probetas de reología han alcanzado un grado de curado del 11% y 2% respectivamente. En ambos casos se observan unos grados de curado bajo. No obstante, esta diferencia en el grado de curado puede afectar a los valores obtenidos para las constantes de WLF

Tabla 2. Tabla resumen de los resultados de DSC

Muestra	Entalpía de polimerización (J/g)	T _g (°C)	DOC
Resina virgen	350	3,7	0%
Material pre-impregnado	310	2,9	11%
Apilado para reología	343	2,8	2%

3.2. Reología

Las Figuras 9 y 10 representan los valores obtenidos para el módulo de almacenamiento (G') y de pérdidas (G''), respectivamente, al someter una probeta de resina como la descrita en el apartado 2.4 a barridos de frecuencia isoterms con una amplitud del 0.5% de deformación. Aplicando el principio de superposición tiempo-temperatura, se aplican desplazamientos horizontales a las curvas obtenidas hasta una temperatura de referencia (T_0). La Tabla 3 muestra los valores de las constantes de WLF para 2 temperaturas de referencia (30°C y 45°C) calculadas a partir de los datos obtenidos de ensayar dos probetas de resina bajo las condiciones de ensayo descritas.

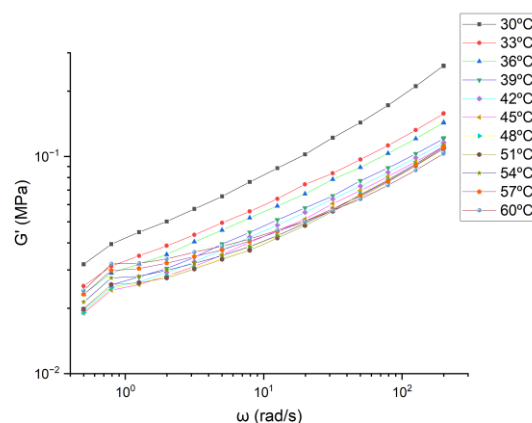


Figura 9. Módulo de almacenamiento (G') obtenido a partir de barridos de frecuencia isoterms.

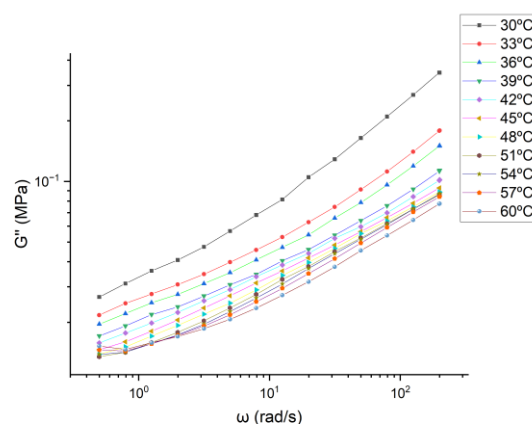


Figura 10. Módulo de pérdidas (G'') obtenido a partir de barridos de frecuencia isoterms.

Tabla 3. Valores de los factores de cambio C_1 y C_2 a 30°C y 45°C calculados a partir de ensayos reológicos a muestras de resina pura.

Ensayo	30°C		45°C	
	C_1 (-)	C_2 (°C)	C_1 (-)	C_2 (°C)
1	1.37	6.89	0.41	21.14
2	1.35	9.15	0.47	23.14
Media	1.36	8.02	0.44	22.15
Desviación típica	0.019	1.60	0.043	1.41

3.3. Ensayos de adhesión

La Figura 11 muestra los resultados obtenidos en los ensayos de adhesión descritos en el apartado 2.5 de este documento. En ella se puede observar cómo, de forma general, la fuerza de adhesión entre el material compuesto pre-impregnado y la superficie de acero del cilindro móvil aumenta al aumentar la temperatura y el tiempo de contacto bajo presión. Estas tendencias también han sido observadas por autores como Crossley [17] o Budelmann [5] para temperaturas en las cuales se produce fallo cohesivo. Dubois [18], en cambio, observó una tendencia monótona descendente de la fuerza de adhesión con la temperatura.

En este trabajo no se ha observado la transición de fallo cohesivo a fallo adhesivo, lo cual puede deberse a dos razones: o bien la resina utilizada presenta un comportamiento similar al detectado por Dubois en su estudio, o bien el punto de máxima fuerza de adhesión detectado por Crossley y Budelmann, y que marca la transición, se encuentra, para esta resina, a una temperatura inferior al rango estudiado. Además, la inestabilidad que se observa para bajos tiempos de contacto en las temperaturas inferiores del rango estudiado podría ser explicado por la cercanía de dicho punto de transición.

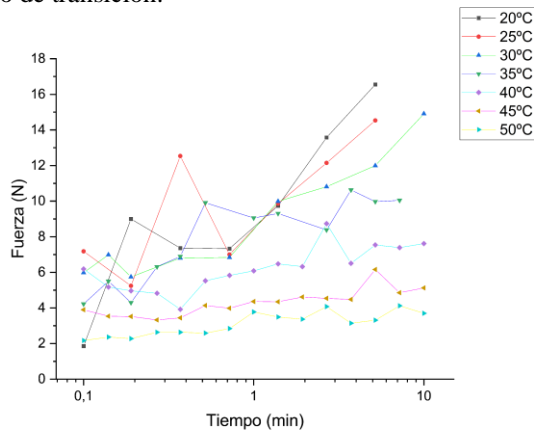


Figura 11. Fuerza de adhesión (F_T) entre el material compuesto pre-impregnado y el acero en función del tiempo de contacto bajo presión (t) y la temperatura de ensayo (T).

Las Figuras 12 y 13 muestran los valores de F_T desplazados a las temperaturas de referencia $T_0=30^\circ\text{C}$ y $T_0=45^\circ\text{C}$, respectivamente, con los factores de desplazamiento de WLF recogidos en la Tabla 4. En estas curvas se puede observar un elevado grado de coincidencia, especialmente en los puntos desplazados a partir de los resultados a alta temperatura. Muestra de ello es que, en ambos casos, los valores del coeficiente de determinación obtenido son superiores a 0.99.

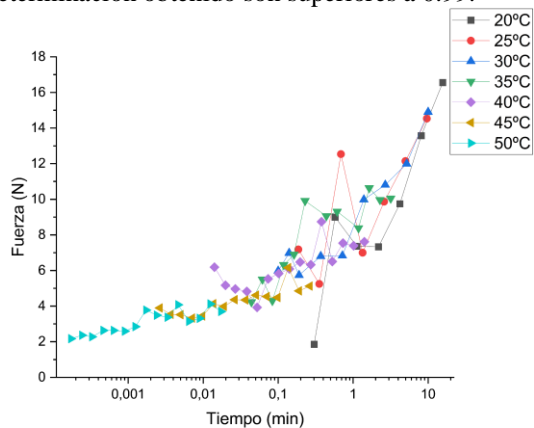


Figura 12. Curvas de fuerza de adhesión (F_T) desplazadas a $T_0=30^\circ\text{C}$ aplicando el principio de superposición tiempo-temperatura.

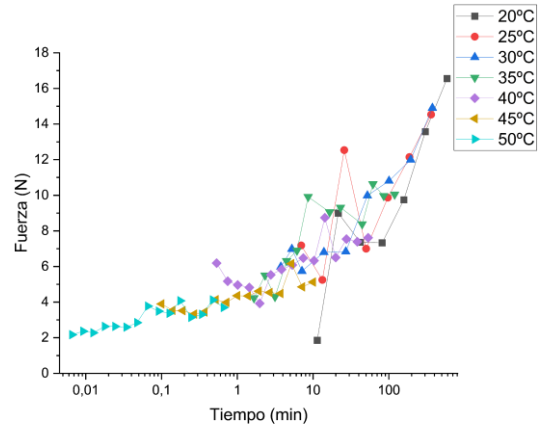


Figura 13. Curvas de fuerza de adhesión (F_T) desplazadas a $T_0=45^\circ\text{C}$ aplicando el principio de superposición tiempo-temperatura.

Tabla 4. Valores de los factores de cambio C_1 y C_2 a 30°C y 45°C calculados a partir de ensayos de adhesión a muestras de material compuesto pre-impregnado.

30°C		45°C	
C_1 (-)	C_2 (°C)	C_1 (-)	C_2 (°C)
2.21	36.01	3.78	21.01

4. Conclusiones

En este trabajo se plantea la necesidad de desarrollar una técnica alternativa a la reología para la obtención de las constantes de Williams-Landel-Ferry en materiales compuestos pre-impregnados. Para ello los autores desarrollan un método basado en ensayos de adhesión que permite obtener dichos valores directamente de muestras del material compuesto, sin necesidad de disponer de la resina por separado de las fibras.

Utilizando una máquina de análisis mecánico diferencial (DMA) se realizan ensayos en los que se mide la fuerza de adhesión del material pre-impregnado a los utilajes (F_T) a distintas temperaturas y con distintos tiempos de contacto bajo presión. Empleando estos valores en la resolución de las ecuaciones de WLF para distintos puntos de las curvas de F_T , se pueden obtener las constantes de WLF objeto de este trabajo.

Se realizan también barridos de frecuencia isotermos a muestras de la misma resina utilizando un reómetro. Los resultados obtenidos de estos ensayos permiten calcular, por los métodos hasta ahora presentes en la literatura, las constantes de WLF para validar las obtenidas por la nueva metodología.

La metodología propuesta en este trabajo arroja valores de las constantes del WLF en los órdenes de magnitud esperados. Estos valores permiten la construcción de curvas maestras con un ajuste excelente a varias

temperaturas. No obstante, se observa como los valores obtenidos para estas constantes no coinciden con los obtenidos mediante reología, lo cual abre la puerta a una mejora de la metodología propuesta. Se identifican una serie de aspectos que pueden resultar clave a la hora de optimizar la metodología.

Por una parte, como ya se ha comentado en los resultados, las muestras empleadas en reología presentan un grado de curado sustancialmente inferior al de la resina presente en el material compuesto pre-impregnado, pese a haber sido fabricados con los mismos ciclos térmicos. El principio de superposición tiempo-temperatura es de aplicación si, y sólo si, el grado de curado permanece inalterado, por lo que estas diferencias en el grado de curado estén generando, probablemente, discrepancias en los valores de las constantes obtenidos.

Por otra parte, en este trabajo se considera que la fuerza de adhesión entre el material compuesto pre-impregnado y el acero depende del tiempo de contacto bajo presión, pero no se considera el tiempo de contacto sin presión desde que la fuerza de tracción se empieza a aplicar hasta que se produce el despegue. Resultaría de gran interés estudiar el efecto de este tiempo que, si bien sufre variaciones pequeñas de unos ensayos a otros, puede afectar a los resultados obtenidos.

Finalmente, resulta imprescindible ampliar la campaña de ensayos. Por un lado, es necesario conocer la variabilidad presente tanto en el sistema como en el material compuesto fabricado por los autores. Por otro lado, en el rango de temperaturas estudiado no se ha observado la transición entre fallo adhesivo y fallo cohesivo. Sería interesante identificar dicho punto para analizar la validez de la metodología para condiciones de ensayo en los que se produzca el fallo cohesivo.

5. Referencias

- [1] G. C. Newell, R. O Buckingham, and K. Khodabandehloo, “The automated manufacture of prepreg broadgoods components-a review of literature,” 1996.
- [2] D. H. J. A. Lukaszewicz, C. Ward, and K. D. Potter, “The engineering aspects of automated prepreg layup: History, present and future,” *Compos B Eng*, vol. 43, no. 3, pp. 997–1009, Apr. 2012, doi: 10.1016/j.compositesb.2011.12.003.
- [3] A. Brasington, C. Sacco, J. Halbritter, R. Wehbe, and R. Harik, “Automated fiber placement: A review of history, current technologies, and future paths forward,” *Composites Part C: Open Access*, vol. 6, Elsevier B.V., Oct. 01, 2021. doi: 10.1016/j.jcomc.2021.100182.
- [4] F. Michl and M. Coquel, “Fully-automated production of complex CFRP parts using Fibre-Patch- Preforming technology,” *JEC Composites Magazine*, vol. 51, no. 87, pp. 108–110, 2014.
- [5] D. Budelmann, H. Detampel, C. Schmidt, and D. Meiners, “Interaction of process parameters and material properties with regard to prepreg tack in automated lay-up and draping processes,” *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 117, pp. 308–316, Feb. 2019, doi: 10.1016/j.compositesa.2018.12.001.
- [6] D. Budelmann, C. Schmidt, and D. Meiners, “Prepreg tack: A review of mechanisms, measurement, and manufacturing implication,” *Polymer Composites*, vol. 41, no. 9, John Wiley and Sons Inc, pp. 3440–3458, Sep. 01, 2020. doi: 10.1002/pc.25642.
- [7] M. Y. Matveev, P. J. Schubel, A. C. Long, and I. A. Jones, “Understanding the buckling behaviour of steered tows in Automated Dry Fibre Placement (ADFP),” *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 90, pp. 451–456, Nov. 2016, doi: 10.1016/J.COMPOSITESA.2016.08.014.
- [8] N. Bakhshi and M. Hojjati, “Time-dependent wrinkle formation during tow steering in automated fiber placement,” *Compos B Eng*, vol. 165, pp. 586–593, May 2019, doi: 10.1016/J.COMPOSITESB.2019.02.034.
- [9] R. Lichtinger, J. Lacalle, R. Hinterhölzl, U. Beier, and K. Drechsler, “Simulation and experimental validation of gaps and bridging in the automated fiber placement process,” *Science and Engineering of Composite Materials*, vol. 22, no. 2, pp. 131–148, Mar. 2015, doi: 10.1515/SECM-2013-0158/MACHINEREADABLECITATION/RIS.
- [10] R. Lichtinger, J. Lacalle, R. Hinterhölzl, U. Beier, and K. Drechsler, “Simulation and experimental validation of gaps and bridging in the automated fiber placement process,” *Science and Engineering of Composite Materials*, vol. 22, no. 2, pp. 131–148, Mar. 2015, doi: 10.1515/SECM-2013-0158.
- [11] M. L. Williams, R. F. Landel, and J. D. Ferry, “The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids,” *J Am Chem Soc*, vol. 77, no. 14, pp. 3701–3707, Jul. 1955, doi: 10.1021/ja01619a008.
- [12] R. J. Crossley, P. J. Schubel, and D. S. A. de Focatiis, “Time-temperature equivalence in the tack and dynamic stiffness of polymer prepreg and its application to automated composites manufacturing,” *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 52, pp. 126–133, 2013, doi: 10.1016/j.compositesa.2013.05.002.

- [13] D. Plazek, "Time-temperature superposition-a users guide," 2009, Accessed: Jul. 16, 2022. [Online]. Available: <https://www.researchgate.net/publication/284663363>
- [14] A. Das, G. Y. H. Choong, D. A. Dillard, D. S. A. de Focatiis, and M. J. Bortner, "Characterizing friction for fiber reinforced composites manufacturing: Method development and effect of process parameters," *Compos B Eng*, vol. 236, p. 109777, May 2022, doi: 10.1016/J.COMPOSITESB.2022.109777.
- [15] D. Roşu, C. N. Caşcaval, F. Musta, and C. Ciobanu, "Cure kinetics of epoxy resins studied by non-isothermal DSC data," *Thermochim Acta*, vol. 383, no. 1–2, pp. 119–127, Feb. 2002, doi: 10.1016/S0040-6031(01)00672-4.
- [16] A. Endruweit *et al.*, "Characterisation of tack for uni-directional prepreg tape employing a continuous application-and-peel test method," *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 114, pp. 295–306, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.compositesa.2018.08.027.
- [17] R. J. Crossley, P. J. Schubel, and N. A. Warrior, "The experimental determination of prepreg tack and dynamic stiffness," *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 43, no. 3, pp. 423–434, Mar. 2012, doi: 10.1016/j.compositesa.2011.10.014.
- [18] O. Dubois, J. B. le Cam, and A. Béakou, "Experimental analysis of prepreg tack," *Exp Mech*, vol. 50, no. 5, pp. 599–606, Jun. 2010, doi: 10.1007/S11340-009-9236-7.