

Vacuum bag in vacuum chamber technique for epoxy matrix composite materials fabrication.

J. Arruti R.*

Centro de Investigación en Materiales, Facultad de Ingeniería, Universidad de Carabobo, Venezuela.

Abstract.-

In this research, the vacuum bag in vacuum chamber technique (VBVC) for the manufacture of epoxy matrix composites with low void content is proposed, as an alternative to the traditional technique of vacuum bag (VB). Sheets of 50x50 mm composite material composed of four (4) layers of 2x2 twill carbon fiber fabric 3k and two-component epoxy matrix were manufactured by vacuum bag (VB) and vacuum bag in vacuum chamber (VBVC) processes. To compare the results obtained by both processes, the optical microscopy technique was used to measure void content on the cross sections of the sheets produced. It was determined that the VBVC process allows to obtain high quality parts with lower void content than observed in samples made with the VB technique, because during application of VB process, vacuum pressure squeeze-out part of the resin contained in the reinforcing fibers, and once the consolidation force is applied, trapped air is locked in and unable to escape. It was also observed that the surface of the sheets made with VBVC has higher quality finish than those obtained by VB, with total absence of imperfections.

Keywords: composite materials; epoxy matrix; void content.

La técnica de bolsa de vacío en cámara de vacío para la fabricación de materiales compuestos de matriz epoxi.

Resumen.-

En esta investigación, se propone la técnica de bolsa de vacío en cámara de vacío (BVCV) para la fabricación de materiales compuestos de matriz epoxi con bajos contenidos de porosidades, como alternativa a la técnica tradicional de bolsa de vacío (BV). Se fabricaron láminas de material compuesto de 50x50 mm, formadas por cuatro (4) capas de tejido de fibra de carbono twill 2x2 3k y matriz epoxi de dos componentes, mediante los métodos de bolsa de vacío (BV) y de bolsa de vacío en cámara de vacío (BVCV). Para comparar los resultados obtenidos mediante ambos procesos, se utilizó la técnica de microscopía óptica, que permitió visualizar sobre cortes transversales el contenido de porosidades presente en el interior de las láminas fabricadas. Se logró determinar que el proceso de BVCV permite obtener partes de alta calidad con un contenido de porosidades inferior al observado en las muestras fabricadas con la técnica de BV, debido a que durante la aplicación del proceso de BV, la presión de vacío retira parte de la resina contenida en las fibras de refuerzo y ejerce una fuerza de compactación sobre el laminado que imposibilita la extracción del aire atrapado. También se observó que la superficie de las láminas fabricadas con BVCV tiene un acabado de calidad superior a las obtenidas mediante BV, con la total ausencia de imperfecciones para el aumento utilizado en el estudio.

Palabras clave: materiales compuestos; matriz epoxi; contenido de porosidades.

Recibido: Agosto 2015

Aceptado: Diciembre 2015

*Autor para correspondencia

Correo-e: jarruti@uc.edu.ve (J. Arruti R.)

1. Introducción.

Un material compuesto consiste en todo sistema formado a partir de la unión de dos o más materiales, con una fase continua constituida por la matriz y otra fase discontinua, denominada refuerzo, obteniéndose como resultado un nuevo material con propiedades características diferentes a las de los materiales constituyentes de manera aislada.

Las matrices pueden ser metálicas, cerámicas y poliméricas. Sin embargo, la complejidad y los elevados costos de los procesos de fabricación de los materiales compuestos metálicos y cerámicos hacen que se destinen casi exclusivamente a aplicaciones aeroespaciales. Los de matriz polimérica, son materiales con buenas propiedades mecánicas, resistentes a la corrosión y pueden ser moldeados con absoluta libertad de formas. En estos materiales, la matriz está constituida por un polímero y el refuerzo por algún tipo de fibra, ya sea inorgánica (vidrio, carbono) o sintética (aramídicas). Dentro de las matrices poliméricas destacan las matrices termoestables como las resinas de poliéster, vinilester, las epoxi, las fenólicas, entre otras; y se caracterizan por no fluir por efecto de la temperatura para ser remodeladas, siendo las resinas epoxi las más utilizadas en los materiales compuestos de alta calidad, por poseer las mejores propiedades físicas y mecánicas y porque su buena capacidad de adhesión sobre una gran cantidad de materiales de refuerzo, da como resultado laminados con un elevado contenido de fibra [1, 2].

En la actualidad, se disponen diferentes procesos para la fabricación de materiales compuestos de matriz polimérica, como las técnicas de moldeo por contacto, asistidas por vacío, de moldeo por vía líquida, y autoclaves; obteniéndose mediante estos últimos, partes de gran calidad, con altas relaciones fibra/resina, y bajo contenido de porosidades. Sin embargo, la fabricación de materiales compuestos mediante autoclaves, resulta costosa por la elevada inversión inicial requerida. Por el contrario, uno de los procesos más atractivos por su bajo costo, es la técnica de la bolsa de vacío (BV), la cual utiliza la presión atmosférica

para consolidar el laminado, a medida que se incrementa la presión de vacío con la extracción progresiva del aire en el interior del sistema. El método de la bolsa de vacío (BV) se usa comúnmente en la fabricación de compuestos de matriz termoestable; sin embargo, las resinas de baja viscosidad tienden a ser succionadas del laminado por la presión de vacío, generando porosidades en la superficie y en el interior de la parte, situación que puede acentuarse debido al aire atrapado en las resinas de dos componentes en la fase de mezclado, y entre los tejidos y el molde en la fase de impregnación y disposición de los refuerzos durante el laminado .

Con el objetivo de mejorar el control de porosidades con la técnica de bolsa de vacío, se han desarrollado alternativas como el método de doble bolsa de vacío (DBV) propuesto por la Administración Nacional de la Aeronáutica y el Espacio (NASA, por sus siglas en inglés) [3, 4], para la fabricación de compuestos con matrices de resinas reactivas como las poliamidas y las fenólicas. Mediante este método, una segunda bolsa de vacío permite aplicar presión de vacío sobre el laminado sin ejercer fuerza sobre él, eliminando los volátiles que se forman en este tipo de resinas durante el ciclo de curado y así obtener partes libres de porosidades, objetivo imposible de lograr con el método de bolsa de vacío (BV) tradicional.

En esta investigación, se propone un proceso de fabricación de materiales compuestos de matriz epoxi de curado a temperatura ambiente, que consiste en la disposición del arreglo de bolsa de vacío (BV) que contiene a la parte a fabricar en el interior de una cámara de vacío, para lograr la desgasificación total de la resina epoxi de dos componentes durante la primera etapa del ciclo de curado de la matriz y controlar la cantidad de resina retirada de las fibras de refuerzo por el vacío generado y así obtener un laminado libre de porosidades, sin el uso de autoclaves.

2. Metodología.

Para determinar la efectividad de la técnica de BVCV en la elaboración de partes de alta calidad,

se fabricaron láminas de material compuesto de 50x50 mm, constituidas por cuatro (4) capas de fibra de carbono twill 2x2 3k, y resina epoxi de dos componentes, mediante los procesos de BV y BVCV, comparando las imperfecciones presentes en las superficies de las láminas y el contenido de porosidades en el interior de las mismas con la técnica de microscopía óptica.

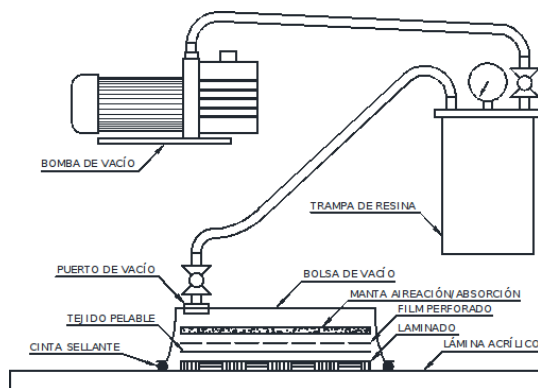


Figura 1: Representación esquemática de proceso de BV.

2.1. Técnica de BV.

En la Figura 1, se muestra una representación esquemática de la técnica tradicional de BV. Inicialmente, las fibras de refuerzo se disponen sobre el molde que posee la geometría de la parte a fabricar, a medida que son impregnadas con resina. Seguidamente, se colocan los consumibles para el vacío (tejido pelable, film perforado y manta de aireación/absorción) y el laminado es cubierto mediante la bolsa de vacío, que se fija al molde con cinta sellante, después de ubicar un puerto de vacío en el interior de la misma.

Previo a la aplicación del vacío, la bolsa se encuentra en un estado de equilibrio, la presión en el interior y en el exterior de ella, es igual a la presión atmosférica de aproximadamente 1 kg/cm^2 o $29,9 \text{ pulgHg}$. En esta etapa, la parte no está sometida a fuerzas externas de compactación. Antes de que la resina empiece a curar, la bomba de vacío extrae el aire desde el interior de la bolsa generando vacío mientras que la presión en el exterior se mantiene en 1 kg/cm^2 . Este diferencial de presión hace que la bolsa colapse y compacte el material compuesto, ejerciendo una fuerza uniforme sobre la superficie del mismo,

produciéndose en consecuencia una reducción del espesor del laminado. El diferencial de presión determina la magnitud de la fuerza aplicada. Teóricamente, la máxima presión que puede ser ejercida sobre el laminado, en caso de que sea posible alcanzar un vacío perfecto y remover todo el aire en el interior de la bolsa, es de 1 kg/cm^2 .

Los materiales y equipos utilizados durante la fabricación con la técnica de BV fueron los siguientes (ver Figura 1):

Refuerzos. Se seleccionó tejido de fibra de carbono de grado comercial twill 2x2 de $193,26 \text{ g/m}^2$ (5,7oz), 3k (3000 filamentos de carbono en cada trenza), de $0,25 \text{ mm}$ (0,01 pulg) de espesor, siendo la más empleada en la industria automotriz.

Matriz. Se utilizó una matriz termoestable epoxi de dos componentes, con una viscosidad dinámica a 20°C de $1000\text{-}1400 \text{ mPas}$ ($1200\text{-}1800 \text{ mPas}$ para la resina y $5\text{-}80 \text{ mPas}$ para el endurecedor) y un tiempo de trabajo de 90 min .

Molde. Como las partes fabricadas son pequeñas láminas de material compuesto, se usó como molde una lámina de acrílico transparente de 10 mm de espesor, para poder observar el estado del laminado a lo largo del proceso de fabricación.

Bolsa de vacío. Encargada de ejercer presión sobre la parte a fabricar, debe tener la capacidad de deformarse para adaptarse a la geometría del molde. Las especificaciones de la bolsa de vacío empleada son: material, nylon; esfuerzo de fluencia, 55 MPa ; máxima temperatura de trabajo, 204°C ; máximo alargamiento, 400% ; espesor de $0,05 \text{ mm}$.

Tejido pelable. Representa la primera barrera entre el laminado y el resto de los materiales requeridos en la técnica de BV, no se adhiere al laminado y puede ser retirado después del proceso de curado de la resina proporcionando una superficie rugosa de acabado uniforme. Se utilizó un tejido pelable de nylon, con una densidad de 88 g/m^2 y un espesor de $0,152 \text{ mm}$.

Film perforado. Posee pequeños agujeros igualmente espaciados y controla la cantidad de resina que es retirada del laminado a través del tejido pelable, haciéndola pasar por las pequeñas perforaciones hasta la manta de aireación/absorción, reduciendo el contenido de resina y mejorando la relación resistencia/peso de la parte fabricada. Se empleó film perforado P3 (perforaciones cada 8mm de 0,4mm de diámetro), con las siguientes especificaciones: material, ETFE (Etileno-TetraFluoroEtileno); máxima temperatura de operación, 260°C; esfuerzo de fluencia, 48MPa; máximo alargamiento, 350 %; espesor de 0,015mm.

Manta de aireación/absorción. Permite que el aire en el interior de la bolsa de vacío salga libremente y absorbe el exceso de resina del laminado. Se hizo uso de una manta de poliéster, con una densidad de 135g/m², espesor de 3mm y una temperatura máxima de operación de 190°C.

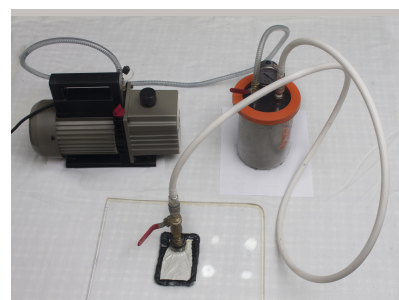
Cinta sellante. Proporciona un sellado hermético entre el molde y la bolsa de vacío. Como cinta sellante se empleó goma butílica, marca 3M de 9,5mm (3/8pulg) de espesor.

Desmoldante. Evita que la resina epoxi se adhiera al molde después de la fase de curado. Se hicieron pruebas con cera de carnauba y alcohol polivinílico (PVA, por sus siglas en ingles). Aunque con la cera se obtuvo una superficie uniforme y brillante, la resina se adhería en ciertas zonas al acrílico, dificultando el desmolde, produciendo el desprendimiento de resina de la superficie de la parte, por lo que se optó por el uso del PVA, que a pesar de no proporcionar el mismo nivel de acabado de la cera, evita que la parte quede adherida a la lámina de acrílico.

Trampa de resina. Recolecta cualquier exceso de resina que haya sido succionada hacia afuera del sistema de bolsa de vacío, para evitar que produzca daños en la bomba. Se utilizó una trampa de resina: marca Best Value Vacs, con recipiente de acero inoxidable de 1892,7ml (1/2 galón), cubierta de policarbonato de 12,7mm (½ pulg) de espesor, empackadura de silicona, vacuómetro con glicerina

con una precisión de 0,017kgf/m² (0,5pulgHg) y un intervalo de medición de 0 a - 1,032 kgf/cm² (29,9pulgHg) al nivel del mar y conexión rápida de ¼ pulg.

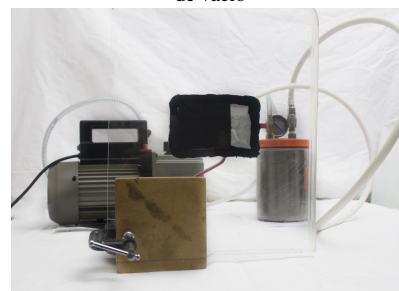
Bomba de vacío. Debe ser capaz de aplicar la máxima presión de vacío y mantenerla a pesar de las filtraciones de aire que puedan presentarse en el sistema. Por ser más compacta y silenciosa que las de pistón, se seleccionó una bomba rotativa de doble etapa con las siguientes especificaciones: marca, QE Quality; modelo, QVP-500; caudal, 138L/min (5 CFM); presión absoluta de 0,3Pa; potencia ½ Hp.



(a) Equipos y materiales utilizados



(b) Sistema de BV después de la aplicación de vacío



(c) Visualización de la lámina de compuesto durante la fabricación.

Figura 2: Fabricación mediante el proceso de BV.

En la Figura 2, se observa el arreglo de equipos y materiales utilizado para fabricar las partes con la técnica de BV.

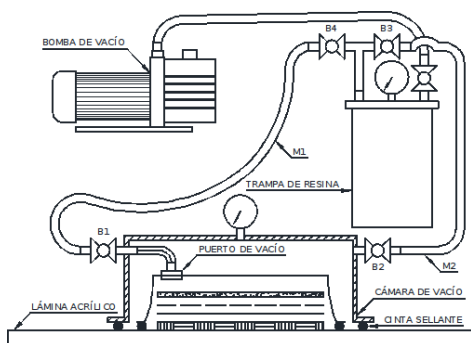


Figura 3: Representación esquemática del proceso de BVCV.

2.2. Técnica de bolsa de vacío en cámara de vacío (BVCV).

En la Figura 3, se muestra un esquema del concepto de BVCV. Inicialmente, se disponen los refuerzos impregnados con resina y los consumibles para el vacío (tejido pelable, film perforado y manta de aireación/absorción) sobre la lámina de acrílico, se ubica el puerto de vacío y se procede a cubrir el arreglo con la bolsa haciendo uso de la cinta sellante. Seguidamente, se conecta el puerto de vacío a una pequeña manguera en el interior de la cámara que conduce a la válvula de bola B1, la cual regula el flujo de aire hacia la trampa de resina a través de la manguera M1. La válvula de bola B2, cumple con una función similar pero regulando la presión de aire en el interior de la cámara; para ello se conecta con la trampa de resina a través de la manguera M2. La cámara de vacío se fija al molde mediante cinta sellante que se ubica por fuera del perímetro de la bolsa de vacío. Durante la fase inicial del curado de la resina, se mantienen abiertas las válvulas de bola B1, B2, B3 y B4, se aplica la presión de vacío requerida para degasificar el laminado tanto en la cámara como en la bolsa de vacío, evitando así que se ejerza presión sobre el material compuesto, mientras el aire atrapado escapa hacia el exterior a través de la manguera M1. Cuando la resina alcanza el punto de gel, se cierran las válvulas de bola B2 y B3, se desconecta la manguera M2 y se abre progresivamente la válvula de bola B2, liberando el vacío en la cámara, produciéndose un diferencial de presión entre la cámara y el interior de la bolsa, por lo que ésta colapsa sobre el laminado, ejerciendo fuerza sobre el mismo,

compactándolo y manteniendo los refuerzos en la posición correcta durante el resto de la fase de curado de la resina epoxi. En el interior de la bolsa siempre debe aplicarse máxima presión de vacío.



(a) Equipos y materiales utilizados



(b) Conexión del puerto de vacío a la manguera interna que conduce el aire a la válvula de bola B1



(c) Lámina de compuesto en el interior del arreglo BVCV

Figura 4: Fabricación mediante el proceso de BVCV.

En la Figura 4, puede observarse el arreglo empleado en el método de BVCV. Además de los equipos mostrados en la Figura 2, destaca una cámara de vacío fabricada con refuerzo de fibra de vidrio woven roving plain de 200 g/m^2 y resina epoxi, con un espesor de pared de 1 mm, que es capaz de soportar presiones máximas de vacío sin colapsar. Posee dos válvulas de bola de $\frac{1}{4}$ pulg NPT que regulan el flujo de aire desde el interior de la cámara y de la bolsa de vacío, y un vacuómetro para registrar la presión en la cámara con un intervalo de medición de 0 a -76 cmHg . La

presión en el interior de la bolsa de vacío se mide con el vacuómetro ubicado en la trampa de resina.

2.3. Microscopia óptica.

Utilizando un microscopio óptico Versamet 2, modelo Union 7761 con cámara Sony incorporada de 35 mm, se realizaron observaciones de las secciones transversales de las láminas fabricadas mediante las técnicas de BV y BVCV, para comparar la cantidad de porosidades contenidas en cada una de las muestras estudiadas.

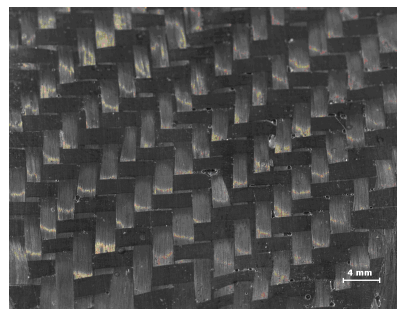
3. Resultados.

3.1. Técnica de BV.

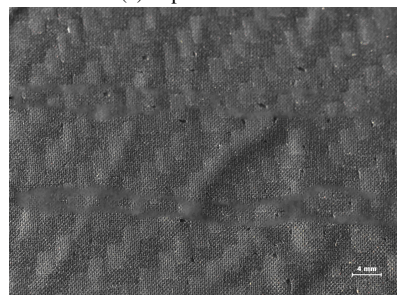
El uso de una lámina de acrílico transparente como molde, permitió visualizar la apariencia de la superficie de las láminas de fibra de carbono-resina epoxi durante el proceso de fabricación mediante la técnica de BV. De esta manera se pudo constatar, que la presión máxima de vacío (1 kgf/cm^2) extrae resina del laminado, lo que da lugar a la formación de gran cantidad de defectos en la superficie de la parte fabricada.

En vista de esta situación, se fabricaron láminas aplicando presiones de vacío inferiores, mientras la resina alcanzaba el punto de gel, obteniéndose los mejores acabados superficiales con presiones en el orden del 20 % del vacío máximo. Posteriormente, se aplicó presión máxima de vacío hasta el curado total de la matriz epoxi para mejorar la compactación del laminado y con ello la relación fibra/resina, lográndose una parte con aproximadamente un 55 % en peso de fibra. Sin embargo, a pesar de haberse retrasado la aplicación del vacío máximo hasta el inicio del proceso de endurecimiento de la resina, se logró apreciar que el vacío generado continuaba retirando cierta cantidad de la misma de las fibras de refuerzo. De haberse mantenido un vacío del 20 % del máximo durante todo el ciclo de curado para minimizar aun más el efecto antes descrito, se hubiese reducido la fuerza de compactación ejercida sobre el laminado, dando lugar a una parte con una relación en peso fibra/resina inferior y por lo tanto con propiedades mecánicas más pobres [5, 6].

También se pudo observar que el aire atrapado entre las fibras de refuerzo y el molde al momento de realizar el laminado manual al inicio del proceso, no es extraído a pesar del vacío generado, debido a la fuerza de compactación que el mismo induce sobre las fibras, lo que imposibilita que se presenten rutas de escape para el aire.



(a) Superficie frontal



(b) Superficie posterior

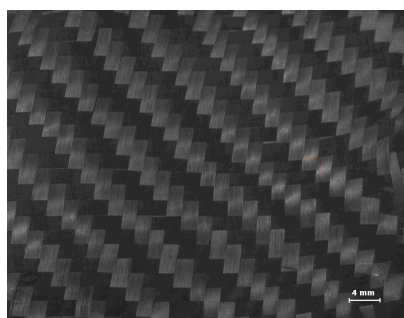
Figura 5: Lámina fabricada mediante BV.

En la Figura 5 se muestran las superficies frontal y posterior de la lámina fabricada. La superficie frontal corresponde a aquella en contacto con el molde y la posterior, a la superficie sobre la cual se dispone el tejido pelable. En ambas se observan imperfecciones caracterizadas por discontinuidades en la matriz epoxi, originadas por el aire atrapado en el laminado, que produce pequeñas regiones carentes de resina. Se determinó que tanto la superficie frontal como la posterior, presentan una cantidad similar de imperfecciones de aproximadamente $8 \text{ porosidades/cm}^2$.

3.2. Técnica BVCV.

Para poder definir la presión requerida tanto en el interior de la bolsa como en el de la cámara de vacío, para eliminar el aire atrapado en el laminado durante la aplicación de la técnica BVCV, se hicieron pruebas de degasificación de la matriz epoxi, disponiendo un recipiente

con una muestra de la misma con gran cantidad de aire atrapado, en el interior de la trampa de resina con las válvulas de bola B3 y B4 cerradas. Seguidamente, la presión de vacío se fue incrementando progresivamente, observándose que las burbujas de aire contenidas en la resina epoxi, empezaban a ser extraídas cuando la presión de vacío alcanzaba los $0,97 \text{ kgf/cm}^2$ (28 *pulgHg*), siendo necesaria la aplicación del vacío máximo, 1 kgf/cm^2 (29,9 *pulgHg*), para conseguir la desgasificación completa.



(a) Superficie frontal



(b) Superficie posterior.

Figura 6: Lámina fabricada mediante BVCV.

En la Figura 6, se observa la apariencia de las superficies frontal y posterior de la lámina de fibra de carbono-resina epoxi fabricada, presentando una calidad muy superior a la obtenida a través de la técnica de BV, con la ausencia total de imperfecciones para el aumento utilizado.

La lámina de material compuesto obtenida mediante la técnica de BVCV, presentó un contenido de aproximadamente 54 % en peso de fibra, muy similar al alcanzado mediante la técnica de BV, debido a que en ambos procesos la fuerza máxima de compactación está en función de la presión atmosférica.

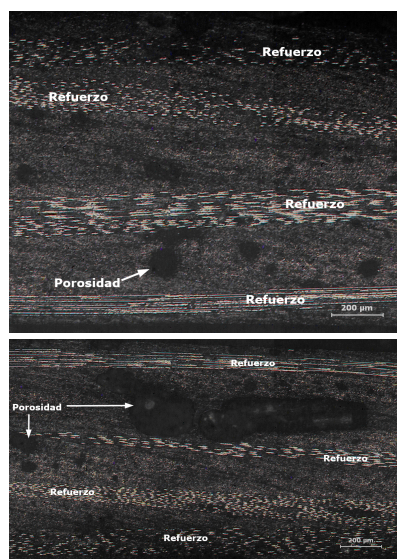


Figura 7: Micrografías ópticas de la lámina de fibra de carbono-resina epoxi obtenida mediante BV.

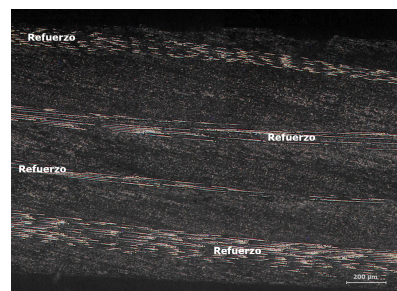


Figura 8: Micrografía óptica de la lámina de fibra de carbono-resina epoxi obtenida mediante BVCV.

3.3. Microscopía óptica.

Las micrografías ópticas de las secciones transversales de las láminas de fibra de carbono-resina epoxi, se muestran en las Figuras 7 y 8. En las micrografías de la parte obtenida mediante la técnica de BV, se observa la presencia de porosidades, por lo que los defectos identificados en las superficies en la Figura 5, también se evidencian en el interior del material compuesto. El contenido de porosidades representa entre 4 y 10 % de las áreas de las secciones transversales sometidas a estudio. Las regiones ricas en resina ubicadas entre las capas de la fibra de refuerzo, poseen una gran cantidad de imperfecciones, que son generadas debido a la extracción de resina por la presión de vacío y por la imposibilidad de eliminar todo el aire atrapado en el laminado, problema que puede acentuarse con el incremento

de la viscosidad de la matriz epoxi, lo cual incide de forma negativa sobre las propiedades mecánicas del material [7, 8, 9]. La micrografía de la lámina fabricada por el método de BVCV, muestra una parte de gran calidad con la ausencia total de porosidades para el aumento utilizado.

4. Conclusiones.

El método de BVCV permite obtener laminados de alta calidad tal como se observó en las micrografías ópticas, ofreciendo resultados superiores a los de la técnica de BV tradicional, en cuanto al contenido de porosidades y al acabado de las superficies.

Se requiere de la aplicación de presión máxima de vacío (1 kgf/cm^2), para lograr la desgasificación total de la resina epoxi y retirar el aire atrapado en el laminado, de lo contrario el método de BVCV no resulta efectivo.

Los mejores acabados superficiales con la técnica de BV, se consiguen aplicando presiones en el orden del 20 % de la presión de vacío máxima hasta el inicio del proceso de solidificación de la matriz epoxi, con ello se reduce la cantidad de resina retirada de las fibras de refuerzo.

Con ambos procesos de fabricación, se obtienen materiales compuestos con relaciones en peso de fibra/resina muy similares, porque la fuerza ejercida para compactar el laminado está en función de la presión atmosférica.

Referencias

- [1] A. Besednjak. *Materiales compuestos*, volume 100. Universitat Politècnica de Catalunya, 2009.
- [2] D. Hull. *Materiales compuestos*. Editorial Reverte, 1987.
- [3] Tan-Hung Hou and Brian J Jensen. Double-vacuum-bag technology for volatile management in composite fabrication. *Polymer Composites*, 29(8):906–914, 2008.
- [4] Tan-Hung Hou, JM Bai, and James M Baughman. Processing and properties of a phenolic composite system. *Journal of reinforced plastics and composites*, 25(5):495–502, 2006.
- [5] Michael W Hyer. *Stress analysis of fiber-reinforced composite materials*. DEStech Publications, Inc, 2009.
- [6] Pankar K Mallick. *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*. CRC press, 2007.

- [7] Ling Liu, Bo-Ming Zhang, Dian-Fu Wang, and Zhan-Jun Wu. Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates. *Composite Structures*, 73(3):303–309, 2006.
- [8] P. Olivier, J. Cottu, and B. Ferret. Effects of cure cycle pressure and voids on some mechanical properties of carbon/epoxy laminates. *Composites*, 26(7):509–515, 1995.
- [9] S. Müller and Z. Dos Santos. Effect of void content on the strength of composite laminates. *Composite structures*, 28(2):139–148, 1994.