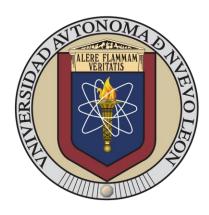
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



ESTUDIO DEL PROCESO DE CURADO DE BIOLAMINADOS EPÓXICOS REFORZADOS CON FIBRAS DE LINO

POR

JOSÉ GUILLERMO SILLER PRADO

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRIA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA CON ORIENTACIÓN EN MATERIALES

AGOSTO 2025

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



ESTUDIO DEL PROCESO DE CURADO DE BIOLAMINADOS EPÓXICOS REFORZADOS CON FIBRAS DE LINO

POR

JOSÉ GUILLERMO SILLER PRADO

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRIA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA CON ORIENTACIÓN EN MATERIALES

AGOSTO 2025

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica Posgrado

Los miembros del Comité de Evaluación de Tesis recomendamos que la Tesis "Estudio del proceso de curado de biolaminados epóxicos reforzados con fibras de lino", realizada por el estudiante José Guillermo Siller Prado, con número de matrícula 1632350, sea aceptada para su defensa como requisito parcial para obtener el grado de Maestría en Ciencias de la Ingeniería con orientación en Materiales.

El Comité de Evaluación de Tesis

Dra, Patricia del Carmen Zambrano Robledo Director

> Dr. Ulises Matías Pérez Garcia Co-director

> Dra. Sofia Vázquez Rodríguez Revisor

Dr. Josué Amilear Aguilar Martínez Revisor

Dra. Maria de Jesús de la Garza Galván Revisor

VO.BO.

Dr. Sinton Martinez-Martinez

Subdirector de Estudios de Posgrado

Institución 19000

Programa 5515

Acta Núm. 4530

Ciudad Universitaria, a 15 de agosto de 2025.

DEDICATORIA

A mis padres, Norma Alicia Prado Maillard y Armando Federico Siller Aguirre, que me brindaron apoyo y amor incondicional a lo largo de mi vida personal y profesional.

A mis hermanos, Armando Federico Siller Prado y Juan Pablo Siller Prado son mis ejemplos a seguir y por las grandes experiencias que en su momento compartieron conmigo.

AGRADECIMIENTOS

A mí, por seguir adelante sin importar lo que pasara en cada momento de mi estancia en el posgrado.

A mi director de tesis, el **Dr. Ulises Matías García Pérez**, por ser amable, al igual por toda la enseñanza brindada en estos tiempos, su comprensión y apoyo que he recibido.

A mi amigo y compañero de laboratorio, el **M.C. Israel de Santiago Talavera**, cuya estancia en el centro de investigación se hicieron muy ameno y me hizo disfrutar cada momento en el trayecto de la experimentación y aprendizaje.

A mi novia **Diana Paola Morales Pérez** cuyo apoyo me ayuda y me permite dar lo mejor de mí para poder cumplir mis metas que decido ponerme. Sigamos con esta historia juntos.

A mis compañeros de la generación de posgrado, el M.C. Javier Alberto Garza Guajardo y el Ing. Luis Pedro González Infante. Su amistad hizo que el posgrado fuera divertido y al convivir con personas con la inteligencia y la habilidad que tienen, me ayudaron a obtener un mayor conocimiento acerca de los materiales.

A **todas** las personas queridas que me apoyaron en todo momento a seguir avanzando a pesar de tener muchos tropiezos en esta vida.

ÍNDICE GENERAL

Resumen	1
Capítulo 1. Introducción	2
1.1 Materiales compuestos	2
1.2 Antecedentes	5
1.2.1 Biolaminados	7
1.3 Hipótesis	9
1.4 Objetivos	9
1.4.1 Objetivo general	9
1.4.2 Objetivos específicos	9
Capítulo 2 Marco teórico	11
2.1 Fibras naturales	11
2.2 Matrices epóxicas	15
2.2.1 Parámetros de curado de la matriz	16
Capítulo 3. Metodología experimental	19
3.1 Matriz epóxica	19
3.1.1 Preparación de la matriz polimérica	19
3.1.2 Caracterización de la matriz epóxica	20
3.1.2.1 Reología	20
3.1.2.2 Calorimetría de barrido diferencial	21
3.2 Biocompuestos	21

3.2.1 Acondicionamiento de las fibras de lino	21
3.2.2 Laminación manual asistida con vacío	22
3.3 Caracterización de biocompuesto	23
3.3.1 Termogravimetría	23
3.3.2 Ensayos mecánicos a tensión	23
Capítulo 4. Resultados y discusión	25
4.1 Establecimiento de parámetros de curado de la matriz epóxica	25
4.1.1 Análisis reológicos	25
4.1.1.1 Análisis isotérmicos a temperatura ambiente	25
4.1.1.2 Análisis dinámico	27
4.1.1.3 Análisis isotérmicos	30
4.1.2 Calorimetría diferencial de barrido	33
4.1.2.1 Análisis dinámico	33
4.1.2.2 Análisis isotérmicos	37
4.2 Ciclo de curado de la matriz epóxica	41
4.3 Biocompuestos	43
4.3.1 Determinación de la fracción másica de los constituyentes de	el laminado
43	
4.3.2 Caracterización termogravimétrica	44
4.3.3 Ensayos mecánicos de tensión	46
Capítulo 5. Conclusiones	49
Referencias	50

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1. Densidad y propiedades mecánicas de fibras de alto rendimiento4
Tabla 1.2. Parámetros de curado empleados para la fabricación de biocompuestos
reforzados
Tabla 2.1. Propiedades físicas y mecánicas de las fibras naturales13
Tabla 2.2. Propiedades mecánicas y térmicas de las matrices poliméricas15
Tabla 2.3. Propiedades reológicas y térmicas de matrices epóxicas comerciales15
Tabla 4.1. Viscosidades mínimas alcanzadas a determinadas temperaturas y temperatura
de gelación de matrices epóxicas empleadas para fabricar composites reforzados con
fibras30
Tabla 4.2. Tiempo de gelación de la matriz epóxica a diferentes temperaturas obtenidos
del entrecruzamiento de las curvas de módulo de almacenamiento (G') y módulo de
pérdida (G'')32
Tabla 4.3. Temperatura y tiempo de gelación reportados en la literatura para matrices
epóxicas empleadas para la fabricación de materiales compuestos reforzados con fibras.
33
Tabla 4.4. Propiedades térmicas de la matriz epóxica a diferentes velocidades de
calentamiento35
Tabla 4.5. Propiedades térmicas de matrices epóxicas reportados en la literatura37
Tabla 4.6. Calor total de la reacción de la matriz epóxica a diferentes temperaturas de
curado39
Tabla 4.7. Grado de curado para las reacciones isotérmicas. 40

Tabla 4.8. Parámetros de curado de matrices epóxicas empleadas para la fabricación	n de
materiales compuestos reforzados con fibras sintéticas o naturales.	433
Tabla 4.9. Fracción másica de fibra de laminados fabricados con fibras de lino y cur	rado
en autoclave.	444
Tabla 4.10. Esfuerzo último de tensión de las probetas de biocompuestos de ma	atriz
epóxica reforzados con fibras de lino fabricados por el método de laminado mar	nual
asistido con vacío y curado en autoclave.	466
Tabla 4.11. Resistencia máxima a tensión reportados para laminados fabricados	con
fibras de lino como refuerzo.	488
Tabla 4.12. Resistencia máxima a tensión reportados para laminados fabricados	con
fibras de vidrio clase E como refuerzo.	488

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Fases presentes en un material compuesto3
Figura 1.2. Aplicaciones de los materiales compuestos; a) Buque naval de clase Visby,
b) Avión Boeing 787 Dreamliner, c) Chasis de un automóvil y d) Marco de bicicleta4
Figura 2.2. Clasificación de las fibras naturales11
Figura 2.3. Estructura de las fibras naturales [10]12
Figura 2.4. Aplicaciones automotrices de biocompuestos reforzados con fibra de lino. 14
Figura 2.5. Estados del curado de una matriz epóxica; i) la viscosidad siendo un líquido
viscoso (antes de la gelación), ii) inicio del entrecruzamiento entre monómero y agente
de curado, teniendo como resultado un gel gomoso, y iii) el entrecruzamiento entre
monómero y agente de curado es completado generando un estado sólido vítreo [14,26].
17
Figura 3.1. Probetas maquinadas para ensayos de tensión en base a norma ASTM D3039.
24
Figura 4.1. Cambio de la viscosidad de la matriz epóxica en función del tiempo a
temperatura ambiente y diferentes relaciones de monómero:endurecedor26
Figura 4.2. Cambio de la viscosidad de la matriz epóxica en función de la temperatura
usando una velocidad de calentamiento de 2 °C min ⁻¹ 27
Figura 4.3. Variación dinámica de los módulos G' y G'' de la matriz epóxica en función
de la temperatura usando una velocidad de calentamiento de 2 °C min ⁻¹ 29
Figura 4.4. Análisis isotérmicos a diferentes temperaturas de los módulos de
almacenamiento y de pérdida de la matriz epóxica; a) 50°C, b) 60°C, c)70°C, d) 80°C, e)
90°C y f) 100°C31

Figura 4.5. Termogramas de calorimetría diferencial de barrido de la matriz epóxica a
diferentes velocidades de calentamiento34
Figura 4.6. Termograma de calorimetría diferencial de barrido de la matriz epóxica
curada obtenido a la velocidad de calentamiento de 10 °C min ⁻¹ 36
Figura 4.7. Termogramas de DSC isotérmicos de la matriz epóxica en el rango de
temperaturas comprendido entre 80°C y 119°C38
Figura 4.8. Grado de curado de la matriz epóxica en función del tiempo a las temperaturas
indicadas400
Figura 4. 9. Ciclo de curado de la matriz epóxica para la fabricación de un biocompuesto
de fibras de lino mediante laminado manual asistido con vacío y curado en autoclave. 42
Figura 4.10. Termograma del biocompuesto de matriz epóxica reforzado con fibras de
lino fabricado por el método de laminado manual asistido con vacío y curado en
autoclave45
Figura 4.11. Curva esfuerzo-desplazamiento representativa de los biolaminados
fabricados con 6 pliegues de fibras de lino por laminado manual asistido con vacío y
curado en autoclave. 47

Resumen

En el presente trabajo se establecieron los parámetros de curado de una matriz epóxica no estandarizada, para su empleo en la fabricación de biomateriales reforzados con fibras de lino por el método de laminado manual asistido con vacío con curado en autoclave.

Se estudió a detalle el efecto de la temperatura y tiempo sobre la formación de gel de la matriz epóxica mediante análisis reológicos dinámicos e isotérmicos. Asimismo, se investigó el efecto de la temperatura y tiempo de curado de la matriz epóxica mediante análisis térmicos dinámicos e isotérmicos de calorimetría diferencial de barrido. También, se evaluaron las propiedades térmicas y mecánicas de biocompuestos reforzados con fibras de lino por el método de laminado manual asistido con vacío con curado en autoclave mediante análisis termogravimétricos y ensayos mecánicos, respectivamente.

El ciclo de curado establecido presentó una reducción considerable de consumo de energía, aproximadamente del 68%, en comparación a otras matrices epóxicas. Los biolaminados fabricados presentaron una estabilidad térmica hasta 214°C y una resistencia a la tensión máxima de 134.5 MPa. Los resultados obtenidos mostraron que, bajo procesos de fabricación equivalentes, los biocompuestos fabricados presentaron propiedades semejantes a materiales compuestos reforzados con fibra de vidrio clase E.

Capítulo 1. Introducción

Hoy en día, existe una amplia gama de materiales ingenieriles que se usan en diversas aplicaciones industriales, la cual está basada en materiales poliméricos, cerámicos y metálicos. Si bien cada uno de estos materiales satisface los requisitos esenciales para su tarea asignada, algunos presentan propiedades físicas, químicas o mecánicas que limitan su desempeño [1].

Una alternativa que se ha estudiado para mejorar el desempeño de los materiales tradicionales es el uso de materiales compuestos. Dado que se caracterizan por tener excelentes propiedades mecánicas específicas; tales como, resistencia y módulo de elasticidad [1].

Debido a estas ventajas y a su menor costo en comparación con materiales tradicionales, los materiales compuestos representan una opción prometedora para satisfacer las demandas actuales del sector ingenieril, especialmente en la sustitución de materiales convencionales por otros más eficientes y ligeros.

1.1 Materiales compuestos

Los materiales compuestos son definidos como una combinación macroscópica de dos o más materiales diferentes que en conjunto buscan mejorar alguna propiedad, ya sea mecánica, física, química o térmica, con respecto a sus fases constituyentes [2]. Un

material compuesto está constituido por una fase continua y otra discontinua, véase la figura 1.1.

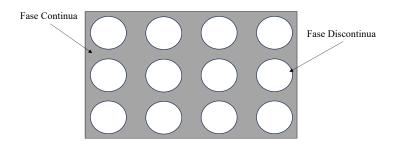


Figura 1.1. Fases presentes en un material compuesto.

La fase continua, también conocida como matriz, cumple con diversas funciones en el material compuesto, destacando la rigidez, distribución de las cargas y la protección de la otra fase. Por otra parte, la fase discontinua, referida también como fase dispersa, es la responsable de proveer la resistencia mecánica al material compuesto.

La selección de la fase continua para fabricar materiales compuestos depende de sus propiedades químicas, térmicas, reológicas y entre otras [3]. En general, las matrices poliméricas han mostrado ser versátiles para producir componentes por sus diferentes métodos de procesamiento [4].

Por otra parte, la selección del refuerzo como constituyente de un material compuesto está condicionada principalmente a los requerimientos mecánicos y condiciones de operación a las que estará expuesto el material [2].

Los reforzamientos de fibras de carbono, fibras de vidrio y fibras de aramida son los refuerzos más utilizados para fabricar materiales compuestos de matriz polimérica aplicados en diversos campos de la ingeniería, como la aeronáutica, automotriz, naval e

incluso la deportiva, gracias a sus excelentes propiedades mecánicas (resistencia y módulo elástico) [5], véase la figura 1.2 [6].



Figura 1.2. Aplicaciones de los materiales compuestos; a) Buque naval de clase Visby, b) Avión Boeing 787 Dreamliner, c) Chasis de un automóvil y d) Marco de bicicleta.

Las propiedades mecánicas de las fibras sintéticas permiten que se consideren como materiales de alto desempeño con una elevada resistencia específica, véase tabla 1.1.

Tabla 1.1. Densidad y propiedades mecánicas de fibras de alto rendimiento.

Fibras	Densidad (g*cm ⁻³)	Módulo de Young (GPa)	Esfuerzo de tensión (MPa)	Módulo de elasticidad especifico (g GPa ⁻¹ cm ⁻³)	Referencia
			Fibra de vidrio)	
Clase E	2.60	77	3700	29.61	[7]
Clase S	2.55	88	4900	34.51	[7]
Clase M	2.89	115	4900	39.79	[7]
			Fibra de carbon	ю	
HST F.C.	1.83	270	7000	147.54	[7]
HM F.C.	1.96	500	3200	255.10	[7]
IM F.C.	1.80	400	5900	222.22	[7]
			Fibra de aramid	la	
Kevlar 29	1.44	83	3600	57.64	[8]
Kevlar 49	1.44	131	4100	90.97	[8]
Kevlar 149	1.47	186	3400	127.21	[8]

Usualmente, las fibras sintéticas son empleadas para fabricar componentes tanto estructurales como no estructurales [5].

Su procesamiento genera una considerable emisión de gases de efecto invernadero y/o un consumo significativo de energía [9]. Por ello, existe la necesidad de desarrollar materiales compuestos que permitan reducir la huella de carbono. Una estrategia que recientemente ha sido ampliamente estudiada ha sido el uso de fibras naturales como material de refuerzo para fabricar materiales compuestos para diferentes aplicaciones con el propósito de sustituir las fibras sintéticas [10-16]. El uso de estos como refuerzo puede proporcionar beneficios a los materiales resultantes, destacando la biodegradabilidad, bajo costo, propiedades aislantes, acústicas, resistencia al impacto, disponibilidad, entre otros [9].

1.2 Antecedentes

La implementación de fibras naturales para la fabricación de biocompuestos como material de reemplazo de fibras sintéticas, ha mostrado ser una alternativa con un impacto positivo para la reducción de la huella de carbono.

En la actualidad, estos materiales han jugado un rol importante en la continuidad de diferentes industrias manufactureras, dadas las propiedades que han mostrado; tales como, ligereza, resistencia al agua, alta resistencia mecánica, capacidad de absorción de energía, entre otras [9].

En 2018, M.R. Sanjay *et al.* [11], reportaron biomateriales con propiedades mecánicas similares a materiales compuestos fabricados empleando refuerzos de fibras

de vidrio, destacando las fibras de lino, cañamo, yute y sisal. Asimismo, evidenciaron las ventajas de la implementación de las fibras naturales como material de refuerzo, debido a impacto favorable con el medio ambiente.

Otros trabajos han demostrado que este tipo de materiales poseen propiedades acústicas que les pueden permitir su uso como material aislante. Por ejemplo, Lee, H. P. et al. [19], estudiaron las propiedades de absorción de sonido de materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con fibras de lino. Los resultados permitieron la implementación exitosa de los biomateriales para el desarrollo de componentes de interior de automóviles, carcasas electrónicas, entre otras.

Trabajos previos han permitido evidenciar las desventajas del uso de las fibras naturales, tales como: resistencia limitada a altas temperaturas, alto nivel de absorción de humedad, variación en propiedades debido a la procedencia de la fibra natural, entre otras [6]. Para contrarrestar estas dificultades, se han establecido diferentes alternativas; tales como, el empleo de matrices poliméricas con propiedades térmicas elevadas, modificación superficial de las fibras y desarrollo de filamentos con parámetros de fibras (relación de aspecto, orientación, entre otros) controlados [6, 23].

Cabe destacar que para que estas alternativas resulten efectivas para el desarrollo de biolaminados, es fundamental detallar los parámetros de curado de la matriz polimérica. Garantizando una adhesión adecuada entre el refuerzo natural y la matriz polimérica a utilizar, lo cual influye de manera directa las propiedades del biolaminado.

1.2.1 Biolaminados

Diferentes biocompuestos constituidos por una matriz epóxica y fibras naturales como refuerzo. Una de las estrategias que conllevo al objetivo la reducción de gases de efecto invernadero ha sido el análisis de los parámetros de curado de la matriz epóxica [9].

Esto debido a que la mayoría de las matrices implementadas detallan los parámetros en las que la matriz se analizó en su momento. La tabla 1.2 muestra los parámetros de curado que han sido empleados para la fabricación de biocompuestos.

Tabla 1.2. Parámetros de curado empleados para la fabricación de biocompuestos reforzados.

Fibra Matriz		Método de	Gelación		Cura	Curado		
	Fabricación —	Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Temperatura (°C)	Tiempo (h)			
Lino	Epolam 5015	Infusión asistido con vacío			25	24	[19]	
Lino	EL2	Infusión			25	24	[22]	
		_	60	0.5	120	2	-	
			60	0.5	140	2		
Lino	E-51	E-51	Compresión de moldeo	60	0.5	160	2	[26]
	modeo	60	0.5	180	2			
			60	0.5	200	2		
Lino	XB 3515 GB	Autoclave	120	1	140	4	[40]	
Lino	LY5150	Autoclave	50	1	130	1	[42]	
Lino	Araldite LY1564	Laminado manual compresión de moldeo	120	0.15	150	2	[43]	
Lino	Epolam 2500	Autoclave	60	1	100	2	[23]	
Lino	XI-120	Autoclave	90	0.25	130	1.5	[50]	
Lino	Prime 27	Manual			80	2.25	[51]	
Lino	Epofine 556	Manual	80	4	120	2	[52]	

En 2017, H.P. Lee *et al.* [19], reportaron el proceso de fabricación de un biocompuesto de matriz epóxica reforzado con fibra de lino unidireccional mediante la

infusión de resina asistido con vacío y otro utilizando un compuesto de fibra de vidrio utilizando la misma matriz epóxica, el proceso se llevó a cabo a temperatura ambiente cuyo tiempo de proceso fue de 24 horas para su curado. El compuesto reforzado con fibra de lino muestra excelentes propiedades acústicas en comparación del compuesto reforzado con fibra de vidrio, siendo más sustentable. Los parámetros de curado de la matriz que reportaron en el estudio influyeron directamente en los resultados como su propiedad acústica del biocompuesto, optimizando la eficiencia del proceso de fabricación.

Cabe recalcar que los parámetros de curado de la matriz tienen una tarea importante para el comportamiento mecánico en los biocompuestos. En 2021, E. Raponi *et al.* [50], fabricaron un biocompuesto de matriz epóxica reforzado con fibra de lino mediante el uso de autoclave empleando un ciclo de curado diseñado en dos etapas, en la primera de 90°C por 25 minutos y la segunda por 130°C por un intervalo de 90 minutos. Estos parámetros influyeron en la fabricación del biocompuesto, debido a que reportaron que en los análisis que fue sometido a los 60°C presentó una disminución en la rigidez, no obstante, el curado beneficio la adhesión entre la fibra y matriz, lo cual como resultado obtuvieron una menor delaminación en comparación de las fibras sintéticas.

Otro punto para consideración de los parámetros de curado de la matriz que juegan un importante rol para la fabricación de biocompuestos, nos permite conocer los límites en las que se obtiene un excelente biocompuesto. En 2020, Q. Li *et al.* [26], emplearon diversos parámetros de curado (en la fase de curado) mediante compresión de moldeo, sin embargo, se calentó e impregnaron los biocompuestos y dejados en el horno a 60°C por 30 minutos para la fabricación de diversos biocompuestos. Los biocompuestos

reportados fueron sometidos a un análisis de tensión para observar los efectos de las diversas temperaturas de curado en las que fueron sometidas. Los resultados obtenidos demostraron que a partir de la temperatura 160°C las propiedades mecánicas del biocompuesto iniciaron a verse afectado, indicando un sobrecurado del sistema.

1.3 Hipótesis

El estudio de las variables críticas de temperatura y tiempo del proceso de curado de la matriz epóxica permite obtener biolaminados reforzados con fibras de lino bidireccionales por el método de laminado manual asistido con vacío y autoclave a baja temperatura y con propiedades mecánicas equiparables a materiales reforzados con fibras de vidrio clase E.

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivo general

Establecer los parámetros de curado de una matriz epóxica para su empleo en la fabricación de biolaminados epóxicos reforzados con fibras de lino por el método de laminado manual asistido con vacío con curado en autoclave.

1.4.2 Objetivos específicos

 Establecer condiciones térmicas de gelificación y curado de la matriz epóxica mediante análisis reológicos y térmicos, empleando técnicas dinámicas e isotérmicas de reología y calorimetría diferencial de barrido.

- Fabricar materiales compuestos usando un proceso de laminado manual asistido por vacío y curado en autoclave.
- Evaluar las propiedades térmicas del material compuesto con análisis de termogravimetría (TGA).
- Analizar las propiedades mecánicas del compuesto, realizando ensayos de tensión para verificar su resistencia y comportamiento físico.

Capítulo 2. Marco teórico

2.1 Fibras naturales

Las fibras naturales son aquellos refuerzos que son derivados de recursos renovables y de acuerdo a su origen pueden clasificarse en fibras de procedencia animal, mineral o vegetal, véase la figura 2.1.

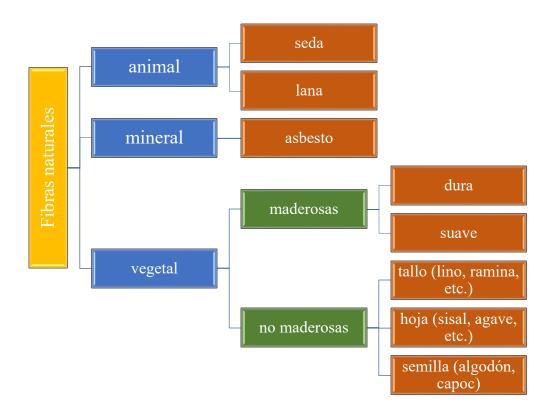


Figura 2.1. Clasificación de las fibras naturales.

Las fibras naturales de procedencia animal como la seda y lana son principalmente utilizadas en la industria textil. En el caso de las fibras minerales como asbesto, se utilizan

en la elaboración de textiles resistentes al fuego. Por último, las fibras de procedencia vegetal se pueden subclasificar en maderosas y no maderosas. Las primeras se dividen a su vez en duras o suaves, mientras que las segundas, de acuerdo a la parte de la planta de la cual provengan, pueden agruparse en tallo, hoja y semilla [9, 17].

Las fibras naturales de procedencia vegetal están constituidas principalmente de celulosa, hemicelulosa y lignina, presentando una composición variable de acuerdo a diferentes factores; tales como, temperatura, cantidad de agua disponible, características del suelo en que se desarrollan, etc. La distribución de dichos constituyentes en la estructura de las fibras naturales se muestra en la figura 2.2.

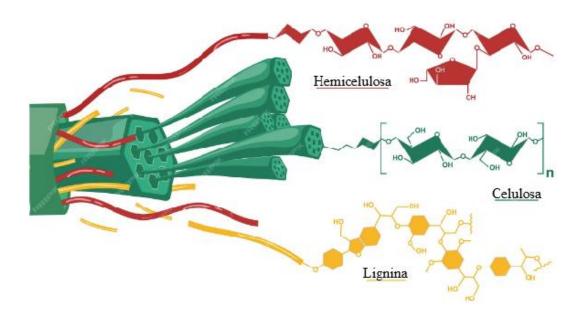


Figura 2.2. Estructura de las fibras naturales [10].

La celulosa es un polímero lineal semicristalino que se encarga de darle rigidez a la fibra, mientras que la hemicelulosa es un polímero ramificado amorfo de baja

resistencia y altamente hidrófilo. Por último, la lignina es un polímero amorfo, al cual se atribuye la absorción de humedad [18].

Recientemente, las fibras naturales de origen vegetal han sido aplicadas como refuerzo en matrices poliméricas, siendo las fibras de lino, ramio y yute son las más estudiadas dado que poseen propiedades específicas comparables a las fibras de vidrio clase E [16], véase la tabla 1.2. No obstante, se ha demostrado que son materiales que presentan una fuerte absorción de humedad, lo cual es una oportunidad para mejorar su rendimiento en diferentes aplicaciones [9], véase la tabla 2.1.

Tabla 2.1. Propiedades físicas y mecánicas de las fibras naturales.

Fibra	Densidad (g·cm ⁻³)	Módulo de Young (GPa)	Esfuerzo de tensión (GPa)	Módulo de elasticidad específico (g GPa ⁻¹ cm ⁻³)	Esfuerzo de tensión específico (g GPa ⁻¹ cm ⁻³)	Referencia
lino	1.4	81	1.60	57.86	1.14	[10]
	1.5	80	1.50	53.33	1.00	[11]
ramio	1.5	130	1.00	86.67	0.67	[10]
	1.55	128	1.00	82.58	0.64	[11]
yute	1.46	31	0.85	21.23	0.58	[10]
	1.46	30	0.80	20.55	0.54	[11]
vidrio clase E	2.58	70	3.50	27.13	1.35	[24]

Las fibras naturales de lino y ramio presentan propiedades específicas mecánicas semejantes o incluso superiores a la fibra de vidrio clase E. Las fibras de lino y yute son las más disponibles comercialmente y, recientemente, se han utilizado ampliamente para fabricar de componentes a base de materiales compuestos. No obstante, la fibra de yute tiende a ser más rígida debido a su alto contenido de lignina (12% - 16%); mientras que, el lino tiene un menor contenido (2% - 2.2%) [16, 18].

La fibra de lino ha sido utilizada especialmente en la industria automotriz en vehículos de marcas de alta gama como Porsche, BMW, Mercedes Benz y McLaren, véase la figura 2.3.

La incorporación de dichas fibras ha favorecido significativamente la reducción de peso de los componentes en los que se han empleado, logrando el mejoramiento de la eficiencia mediante la sustitución de los materiales tradicionalmente usados [10, 12]. Asimismo, el uso de las fibras de lino dentro de la industria automotriz ha permitido reducir la huella de carbono.

Por lo antes mencionado, queda claro el rol e impacto favorable que ha conducido el empleo de biomateriales reforzados con fibras naturales en el mejoramiento ambiental y reducción en el consumo de energía para su procesamiento.

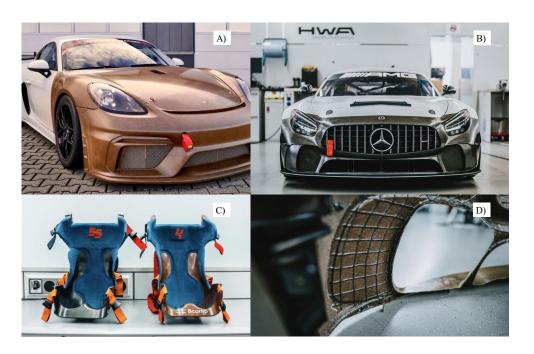


Figura 2.3. Aplicaciones automotrices de biocompuestos reforzados con fibra de lino.

2.2 Matrices epóxicas

En la actualidad, las matrices poliméricas termofijas tales como la epóxica, fenólica y poliéster predominan en la fabricación de biocompuestos en comparación de las termoplásticas.

Dentro de las matrices termofijas existentes, los polímeros epóxicos se emplean ampliamente como matriz para fabricar biocompuestos reforzados con fibras naturales, principalmente por sus buenas propiedades mecánicas y térmicas, véase la tabla 2.2.

Tabla 2.2. Propiedades mecánicas y térmicas de las matrices poliméricas.

Tipo de resina	Densidad $\binom{g}{cm^3}$	Módulo de Young (GPa)	Esfuerzo de tensión (MPa)	Temperatura de transición vítrea (°C)	Referencia
epóxica	1.3	4.10	130	270	[10]
fenólica	1.25	3.60	81	120	[10]
poliéster	1.43	3.45	50	260	[10]

Las propiedades reológicas de la matriz epóxica son otro factor fundamental a considerar, dado que determinan el método y condiciones de procesamiento que se deben emplear para formar materiales compuestos. Comercialmente existen matrices con propiedades diferentes, véase la tabla 2.3.

Tabla 2.3. Propiedades reológicas y térmicas de matrices epóxicas comerciales.

Matriz	Viscosidad a 25°C (cP)	Tiempo de gelación a 25°C (minutos)	Temperatura de gelación (°C)	Temperatura de curado (°C)	Referencia
Epolam 2500	3500	140	80	100	[24]
Epon 9600	5262		90	90	[24]
Araldite LY 556	900	175	100	130	[19]
Epolam 5015	225	225	80	80	[20]
SR1126	1430	85	96	100	[24]

La viscosidad de la resina epóxica a temperatura ambiente es crucial debido a que indica el comportamiento del fluido con respecto a la temperatura y el tiempo del proceso de manufactura de biocompuestos. Por lo que, se debe considerar para el establecimiento de parámetros de curado de la matriz epóxica para garantizar la consistencia y las propiedades específicas finales del biocompuesto [21, 22].

2.2.1 Parámetros de curado de la matriz

Hoy en día, se están implementando matrices epóxicas estandarizadas para la fabricación de biocompuestos con diferentes condiciones de procesamiento; tales como, relación monómero: agente de curado, temperatura, tiempo de precurado, temperatura y tiempo de curado, etc. Una gran cantidad de esas matrices requieren de condiciones de procesamiento que conllevan el uso de temperaturas elevadas [19], véase tabla 2.3.

El uso de bajas temperaturas durante el procesamiento de biomateriales resulta fundamental para evitar la degradación de las fibras naturales empleadas como material de refuerzo. En 2020, Qian Li y colaboradores [26], efectuaron un estudio con la finalidad de establecer el efecto que juega la temperatura de procesamiento sobre las propiedades mecánicas estáticas y dinámicas de materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con fibras de lino unidireccionales. Los resultados evidenciaron que a partir de 160°C se produce la degradación parcial de la celulosa, la hemicelulosa y la lignina presente en las fibras de lino, ocasionando daños en la estructura química de las fibras de lino y perjudicando su rendimiento mecánico.

También, es importante tener en consideración el comportamiento de la viscosidad, ya que es un factor que tiende a cambiar conforme el polímero se cura, presentando 3 estados: i. Líquido viscoso, ii. Gel gomoso y iii. Sólido vítreo [14, 26], véase la figura 2.4.

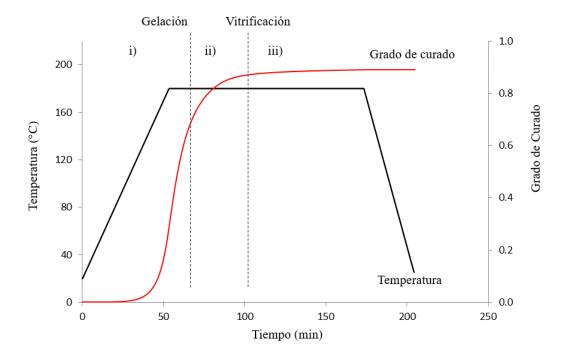


Figura 2.4. Estados del curado de una matriz epóxica; i) la viscosidad siendo un líquido viscoso (antes de la gelación), ii) inicio del entrecruzamiento entre monómero y agente de curado, teniendo como resultado un gel gomoso, y iii) el entrecruzamiento entre monómero y agente de curado es completado generando un estado sólido vítreo [14,26].

Durante cada estado la viscosidad del polímero se comporta de manera diferente. Inicialmente, el polímero es un líquido con determinada fluidez, la cual disminuye hasta llegar a valores mínimos conforme aumenta la temperatura o tiempo de curado. Después, el líquido viscoso se transforma en un gel gomoso (proceso de gelificación). Y finalmente, a medida que transcurre el proceso de curado, el gel gomoso pasa a ser un sólido vítreo (proceso de vitrificación) [14, 24].

En años recientes, se ha investigado el uso de diversas matrices epóxicas para la fabricación de biocompuestos reforzados con fibras de lino, en si para la reducción del consumo de energía y al mismo tiempo disminuir el uso de refuerzos sintéticos, especialmente la fibra de vidrio clase E [16, 23].

Sin embargo, esas matrices epóxicas utilizadas para la fabricación de biocompuestos ya tienen sus parámetros definidos lo cual tienen un consumo de energía elevado, de acuerdo con la información reportada en la literatura [14].

Es por esta razón que la presente investigación tiene como fin establecer los parámetros de curado de una matriz epóxica no estandarizada para su empleo en la fabricación de materiales compuestos reforzados con fibras de lino por el método de laminado manual asistido con vacío con curado en autoclave. Se determinarán las temperaturas y los tiempos idóneos para la fabricación del biocompuesto sin afectar a las fibras de lino usadas como refuerzo.

Asimismo, se evaluará el desempeño mecánico del biocompuesto reforzado con fibra de lino desarrollado.

Capítulo 3. Metodología experimental

En la presente sección se muestra la metodología experimental aplicada para establecer los parámetros de curado de una resina epóxica de la marca Arzen, modelo Arzen #85-1 con el endurecedor Arzen 85-1C mediante estudios de reología y calorimetría de barrido diferencial. Además, se describe a detalle el proceso seguido para la fabricación de biocompuestos reforzados con fibra de lino por el método de laminado manual asistido con vacío con curado en autoclave. Finalmente, se presentan los métodos de caracterización usados para estudiar las propiedades mecánicas y térmicas de los biomateriales obtenidos

3.1 Matriz epóxica

3.1.1 Preparación de la matriz polimérica

El proceso de fabricación de la matriz polimérica epóxica consistió en hacer una mezcla homogénea entre el monómero epóxico y el endurecedor, guardando la relación 70:30 de monómero:agente de curado recomendada por el fabricante. Inicialmente, se pesaron por separado las cantidades necesarias de monómero y endurecedor. Posteriormente, se vertió el endurecedor al monómero epóxico y la mezcla fue homogenizada con una espátula plástica durante 5 minutos a temperatura ambiente. Después, la mezcla se colocó en un desgasificador con la finalidad de eliminar el aire presente.

3.1.2 Caracterización de la matriz epóxica

3.1.2.1 Reología

Para estudiar la viscosidad de la mezcla polimérica, se utilizó un reómetro marca Brookfield, modelo DVnext LV y un husillo LV-4 (64). Con la finalidad de establecer la mejor relación monómero:agente de curado (M:E) se realizaron estudios isotérmicos a temperatura ambiente usando las relaciones 70:30, 60:40 y 50:50 con un intervalo de tiempo de 80 minutos.

Con el propósito de establecer la temperatura en que la mezcla polimérica alcanza la viscosidad mínima y el tiempo requerido para que pase de un estado líquido a gomoso, se llevaron a cabo estudios dinámicos e isotérmicos. Las pruebas se realizaron mediante un reómetro de la marca Anton Paar, modelo CTD 450, con platos de 25 mm de diámetro y una separación de 0.5 mm en base a las especificaciones establecidas en la norma ASTM D4440. La muestra se calentó desde una temperatura de 20°C hasta 160°C con una velocidad de calentamiento de 2 °C/min. Los estudios isotérmicos de la viscosidad se realizaron desde 50°C hasta 100°C con un intervalo de tiempo de 80 min.

Cabe destacar que la temperatura de 160°C alcanzada al final del análisis dinámico puede considerarse como una referencia para la temperatura de curado propuesta. Sin embargo, este valor permitió analizar el comportamiento de la mezcla polimérica durante el proceso de calentamiento. No obstante, no se realizaron análisis isotérmicos a dicha temperatura, el hecho de haberla utilizado como límite en el análisis dinámico respalda el uso como parámetro representativo para el curado.

3.1.2.2 Calorimetría de barrido diferencial

La determinación de propiedades térmicas de la mezcla polimérica se desarrolló empleando un analizador térmico marca Shimadzu, modelo DSC-60Plus, en base a la norma ASTM D3418. Se realizaron ensayos dinámicos a diferentes velocidades de calentamiento de 5, 10, 15 y 20 °C/min. Los estudios se implementaron bajo un flujo constante de nitrógeno líquido de 50 mL/min para llegar a bajas temperaturas. Las muestras fueron analizadas en el rango de temperatura de enfriamiento hasta -40°C y posteriormente calentamiento a 300°C.

Los estudios isotérmicos se realizaron a partir de 80°C hasta 119°C durante 60 minutos. Estos análisis se implementaron con el propósito de poder obtener la temperatura y el tiempo necesario de curado de la mezcla polimérica.

3.2 Biocompuestos

3.2.1 Acondicionamiento de las fibras de lino

La fibra natural de lino empleada para la fabricación de los biocompuestos por el método de laminado manual asistido con vacío con curado en autoclave fue marca Lingrove, tejido twill 2 x 2 con orientación 0°/90°. Las fibras fueron cortadas en secciones de 35 cm x 60 cm. Posteriormente, la fibra de lino se sometió a un tratamiento térmico a 40°C durante 168 h con la intención de eliminar humedad.

3.2.2 Laminación manual asistida con vacío

El procedimiento seguido para formar el laminado por el método de laminación manual asistido con vacío consistió en lo siguiente: inicialmente, se vertió resina sobre la película desmoldante ubicada sobre el molde y se distribuyó en base a las dimensiones de la fibra de lino. Posteriormente, se colocó un pliegue de la fibra de lino sobre la resina y se presionó con ayuda de un rodillo.

A continuación, se vertió resina y se distribuyó con una espátula plástica a lo largo de la fibra hasta que se garantizó la correcta humectación de toda la fibra. En seguida, se colocó otro pliegue de la fibra y dicho proceso fue repetido las veces necesarias hasta obtener la cantidad establecida de 6 pliegues.

Una vez terminado el proceso de laminación se colocó el peel-ply (tela de desmoldeo, capa de tejido sintético diseñado para evitar la adherencia de la resina a las superficies de contacto) encima del último pliegue de fibra. Posteriormente, se colocó la película perforada y se aplicó presión con el rodillo para distribuir los excedentes de la resina hacia los extremos del laminado. Sucesivamente, el tejido de respiración fue colocado. Enseguida, se colocaron las válvulas de vacío. A continuación, se procedió a sellar el sistema con la bolsa de plástico y cinta doble cara. Finalmente, se verificó el sellado del sistema y se introdujo el material en una autoclave marca ASC, modelo EC2X4 para llevar a cabo el curado de la matriz.

El ciclo de curado consistió en tres fases; la primera fase se aplicó una temperatura definida durante cierto tiempo con la finalidad de garantizar la reducción máxima de la viscosidad de la mezcla polimérica. La segunda fase se aplicó a la temperatura de curado y el tiempo requerido para obtener el curado máximo del polímero. Finalmente, se llevó

a cabo el enfriamiento de manera controlada con una velocidad de 2 °C/min hasta temperatura ambiente para extraer el biocompuesto.

3.3 Caracterización de biocompuesto

3.3.1 Termogravimetría

Con el objetivo de analizar la descomposición térmica de los materiales de los biocompuestos fabricados, se llevó a cabo el estudio termogravimétrico utilizando un analizador térmico de la marca Shimadzu, modelo DTG-60AH.

Los análisis se llevaron a cabo en un rango de temperatura de 24°C hasta 900°C usando una velocidad de calentamiento de 10°C/min en una atmósfera inerte de nitrógeno.

3.3.2 Ensayos mecánicos a tensión

Para evaluar las propiedades mecánicas a tensión de los materiales compuestos estudiados se realizaron ensayos de tensión en una máquina universal MTS International G2 de 50kN. Los ensayos se realizaron a condiciones ambiente con una velocidad de desplazamiento de 2 mm/min hasta la ruptura de los materiales, se ensayaron 5 probetas.

Las probetas ensayadas fueron maquinadas por corte con chorro de agua. Las probetas fueron de una dimensión de 25 mm de ancho y 250 mm de largo en base las especificaciones establecidas en la norma ASTM D3039. A cada probeta se le colocaron placas de aluminio en los extremos para distribuir mejor la carga de la mordaza de la máquina universal y así evitar daños sobre el material, véase la figura 3.1.



Figura 3.1. Probetas maquinadas para ensayos de tensión en base a norma ASTM D3039.

Capítulo 4. Resultados y discusión

En la sección se muestran y discuten los resultados obtenidos de la caracterización reológica y térmica de la resina epóxica propuesta para su uso como matriz polimérica de materiales compuestos reforzados con fibras de lino. Asimismo, se presentan los resultados de los estudios mecánicos y térmicos realizados en los biomateriales obtenidos por el método de laminación manual asistido con vacío con curado en autoclave.

4.1 Establecimiento de parámetros de curado de la matriz epóxica

4.1.1 Análisis reológicos

4.1.1.1 Análisis isotérmicos a temperatura ambiente

Con la finalidad de determinar la relación óptima entre monómero:endurecedor (M:E) para alcanzar la viscosidad mínima de la mezcla para el curado de la matriz, se analizó el comportamiento de la viscosidad en función del tiempo en tres muestras con relaciones M:E de 50:50, 60:40 y 70:30.

La figura 4.1 presenta el cambio de la viscosidad en función del tiempo de tres mezclas con diferente relación monómero:endurecedor a temperatura ambiente.

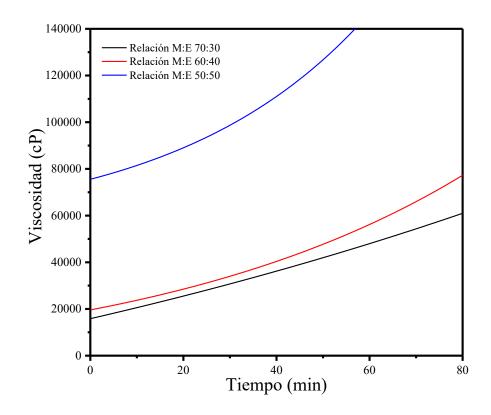


Figura 4.1. Cambio de la viscosidad de la matriz epóxica en función del tiempo a temperatura ambiente y diferentes relaciones de monómero: endurecedor.

Las curvas obtenidas evidenciaron que la viscosidad inicial de las mezclas fue diferente y que esta aumentó en función de la cantidad de endurecedor utilizado, alcanzando valores iniciales de 75,595, 19,618 y 15,852 cP para la relación 50:50 60:40 y 70:30, respectivamente.

Dada la importancia de la viscosidad de la matriz en el proceso de impregnación y humectación de las fibras, y considerando que se busca la más baja para implementarse para el procesamiento de materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con fibras naturales por el método de laminación manual asistido con vacío con curado en autoclave, se consideró la relación 70:30 para llevar a cabo los estudios dinámicos e isotérmicos [27].

4.1.1.2 Análisis dinámico

Con el objetivo de determinar la temperatura a la que el polímero alcanza la viscosidad mínima, se evaluó el comportamiento de la viscosidad de la matriz epóxica efectuando un calentamiento desde temperatura ambiente hasta 160°C usando una velocidad de calentamiento de 2 °C min⁻¹. Aunque el proceso de manufactura sea manual, el análisis dinámico fue fundamental para la determinación de la temperatura a la que la matriz cambia su comportamiento reológico.

La figura 4.2 muestra el comportamiento de la viscosidad de la matriz epóxica estudiada en función de la temperatura, evidenciando que a 59.86°C la matriz alcanzó la viscosidad mínima.

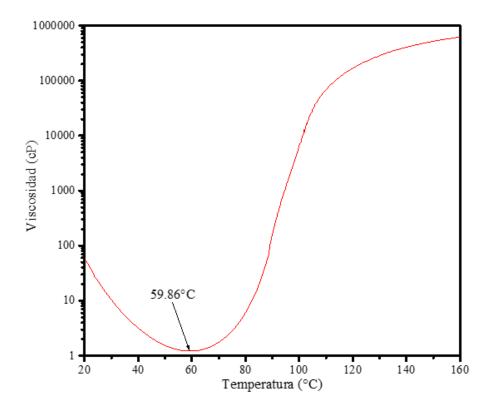


Figura 4.2. Cambio de la viscosidad de la matriz epóxica en función de la temperatura usando una velocidad de calentamiento de 2 °C min⁻¹.

En trabajos previos llevados a cabo para otras matrices epóxicas, se ha establecido que la viscosidad mínima puede servir para establecer la temperatura máxima de la primera fase del ciclo de curado con el fin de favorecer la impregnación completa de las fibras que se usarán como agentes de refuerzo en la fabricación de materiales compuestos [28].

El resultado obtenido (59.86°C) reveló que el comportamiento de la viscosidad de la matriz epóxica analizada alcanzó su viscosidad mínima a una temperatura relativamente baja, indicando que se requiere una baja cantidad de energía para lograrlo.

Este análisis se repitió dos veces, permitiendo verificar la consistencia del resultado bajo las mismas condiciones experimentales.

También, se efectuaron ensayos dinámicos, con la finalidad de establecer la temperatura de gelación de la matriz epóxica, se estudió el comportamiento del módulo de almacenamiento (G') y módulo de pérdida (G'') de temperatura ambiente a 140°C usando una velocidad de calentamiento de 2 °C min⁻¹, véase figura 4.3.

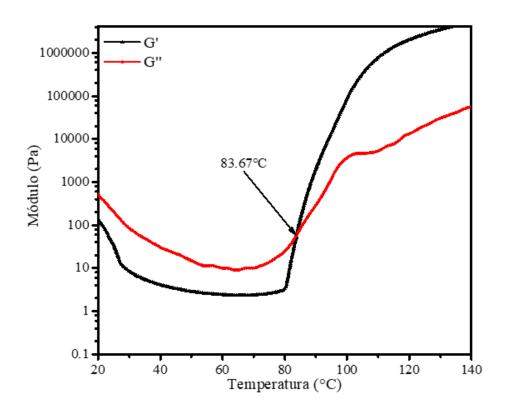


Figura 4.3. Variación dinámica de los módulos G'yG'' de la matriz epóxica en función de la temperatura usando una velocidad de calentamiento de $2 \, ^{\circ}C$ min⁻¹.

Los resultados obtenidos evidenciaron que las curvas G'y G'' se entrecruzaron a 83.67°C, la cual puede ser atribuida al proceso de gelación de la matriz epóxica. Dicha temperatura corresponde a una transición irreversible del polímero de estado líquido a gomoso [13, 32].

Los resultados de la caracterización reológica efectuada a la matriz epóxica estudiada en el presente trabajo, evidenciaron que tanto la temperatura a la que alcanza la viscosidad mínima y la temperatura de gelación de la matriz son menores a las reportadas en la literatura para otros tipos de matrices epóxicas empleadas para fabricar compuestos reforzados con fibras. Dicho comportamiento se atribuye a la formulación

específica del epóxico analizado, incluyendo el agente de curado utilizado, lo cual influye en la temperatura de activación y en la reactividad del polímero.

Esta diferencia podría atribuirse a la composición específica de la matriz utilizada en este estudio, la cual podría incluir modificadores o agentes de curado que favorecen una reactividad temprana, véase la tabla 4.1.

Tabla 4.1. Viscosidades mínimas alcanzadas a determinadas temperaturas y temperatura de gelación de matrices epóxicas empleadas para fabricar composites reforzados con fibras.

Matriz	Viscosidad mínima (cP)	Temperatura de viscosidad mínima (°C)	Temperatura de gelación (°C)	Referencia
Arzen	1.21	59.86	83.67	Presente investigación
Hexcel 8552	40	107	154	[29]
CYCOM 5320-1	2	30	157	[30]
DA 409	10000	85	148	[31]

4.1.1.3 Análisis isotérmicos

Con la finalidad de establecer el tiempo de gelación de la matriz epóxica a diferentes temperaturas, se llevaron a cabo estudios isotérmicos en el rango de temperaturas de 50°C a 100°C. La figura 4.4 muestra las curvas correspondientes al módulo de almacenamiento (G') y módulo de pérdida (G'') de la matriz epóxica obtenidas a diferentes temperaturas.

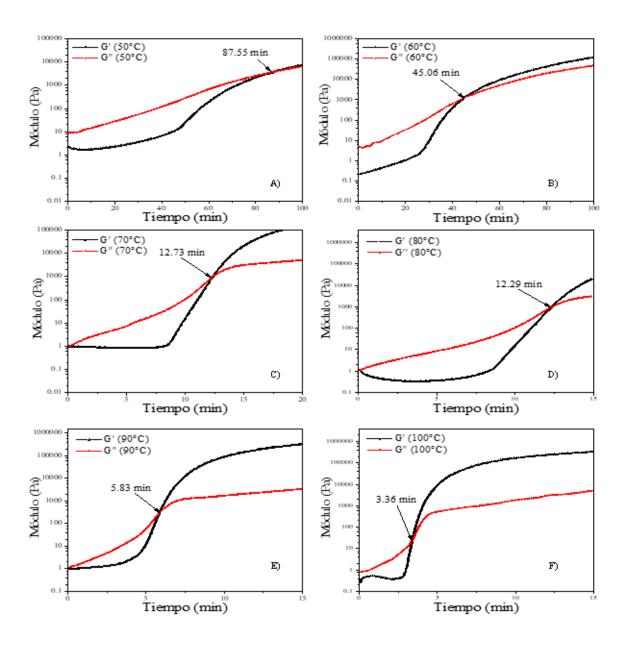


Figura 4.4. Análisis isotérmicos a diferentes temperaturas de los módulos de almacenamiento y de pérdida de la matriz epóxica; a) 50° C, b) 60° C, c) 70° C, d) 80° C, e) 90° C y f) 100° C.

Los resultados obtenidos revelaron que el tiempo de gelación de la matriz epóxica varió de manera inversamente proporcional a la temperatura aplicada, oscilando en el rango de 3.30-87.55 min, véase Tabla 4.2.

Tabla 4.2. Tiempo de gelación de la matriz epóxica a diferentes temperaturas obtenidos del entrecruzamiento de las curvas de módulo de almacenamiento (G') y módulo de pérdida (G'').

Temperatura (°C)	Tiempo (min)
100	3.30
90	5.83
80	12.29
70	12.73
60	45.06
50	87.55

Para llevar a cabo el procesamiento de materiales compuestos por el método de laminación manual asistido con vacío, es fundamental establecer el tiempo y temperatura que permitan realizar las etapas de laminación y consolidación del material, respectivamente [32].

Por tal motivo, de los resultados obtenidos en la presente investigación fue seleccionada la temperatura de 60°C para efectuar el precurado de la matriz epóxica, dado que esa temperatura permite tener el tiempo adecuado para llevar a cabo esa etapa. Con respecto a lo reportado en la literatura la matriz epóxica estudiada, los resultados obtenidos revelaron que la matriz propuesta requiere de menor temperatura y tiempo para su primera etapa de procesamiento, resultando atractiva para su empleo como matriz en la fabricación de composites reforzados con fibras [23], como se muestra en la tabla 4.3.

Tabla 4.3. Temperatura y tiempo de gelación reportados en la literatura para matrices epóxicas empleadas para la fabricación de materiales compuestos reforzados con fibras.

Matriz	Temperatura (°C)	Tiempo de gelación (min)	Referencia
Arzen	60	45	Presente investigación
Hexcel 8552	107	60	[29]
CYCOM 5320	120	100	[30]
DA 409	100	85	[31]

4.1.2 Calorimetría diferencial de barrido

4.1.2.1 Análisis dinámico

Con la finalidad de determinar el calor total de la reacción de curado de la matriz epóxica (ΔH_o) , se llevaron a cabo ensayos dinámicos por la técnica de calorimetría diferencial de barrido. La figura 4.5 muestra los termogramas de calorimetría diferencial de barrido de la matriz epóxica obtenidos a diferentes velocidades de calentamiento.

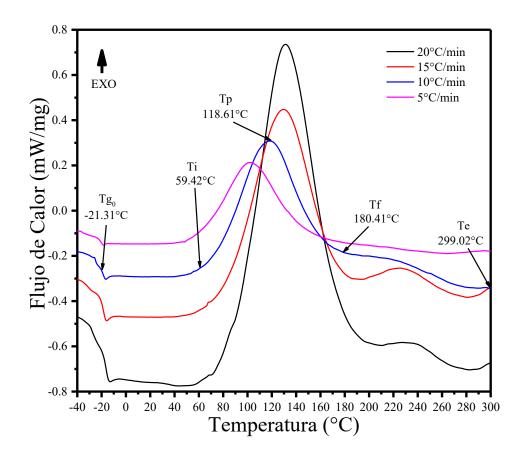


Figura 4.5. Termogramas de calorimetría diferencial de barrido de la matriz epóxica a diferentes velocidades de calentamiento.

Los termogramas obtenidos a las velocidades de calentamiento de 10, 15 y 20 °C min⁻¹ presentaron dos picos exotérmicos; un pico predominante (T_p) en el rango de los 59.42-180.41°C y un segundo pico (T_e) de menor intensidad en el rango de los 180.32-299.02°C.

En el termograma obtenido a baja velocidad de calentamiento (5 °C min⁻¹) no fue posible detectar con claridad el segundo pico correspondiente a una reacción exotérmica. Esto se puede atribuir a que las altas velocidades de calentamiento aceleran la velocidad

de la reacción de polimerización, provocando un curado parcial del polímero debido al corto tiempo que se proporciona para que la reacción se efectué [33].

El primer pico puede ser atribuido a la reacción de curado de la matriz epóxica y con el agente de curado formando enlaces covalentes en la apertura del anillo epóxico y la formación de grupos de hidroxilo. Mientras que, el segundo pico puede asociarse a una reacción de homopolimerización entre las moléculas del monómero [34].

Asimismo, todos los termogramas evidenciaron que la matriz presentó una transición de estado vítreo a estado líquido que se conoce como temperatura de transición vítrea a baja temperatura (Tg_o), la cual en los polímeros se asocia con el cambio de estado rígido y quebradizo a otro blando y maleable [34]. Los valores de Tg_0 determinados oscilaron en el rango de -21.31°C a -18.90°C. Es importante señalar que estos valores corresponden al primer ciclo de calentamiento. En la tabla 4.4 se muestran los valores de ΔH_o de la matriz obtenidos para cada velocidad de calentamiento estudiada.

Tabla 4.4. Propiedades térmicas de la matriz epóxica a diferentes velocidades de calentamiento.

Velocidad de calentamiento (°C/min)	<i>T_{go}</i> (°C)	<i>T_i</i> (°C)	<i>T_p</i> (°C)	T _f (°C)	ΔH_o (mJ/mg)
5	-20.22	54.02	101.60	153.95	281.34
10	-21.31	59.42	118.61	169.40	287.4
15	-18.90	75.55	129.68	172.98	246.47
20	-21.19	82.69	131.22	186.56	265.10

Dentro de las condiciones experimentales de velocidad de calentamiento estudiadas a 10 °C min⁻¹ se alcanzó la mayor liberación de energía en forma de calor

 (ΔH_o) (287.40 mJ/mg), indicando que la reacción de polimerización se efectuó de manera completa.

Para obtener la temperatura de transición vítrea (T_g) de la matriz curada, se efectuó una segunda corrida de calentamiento a la misma velocidad de calentamiento, resultando el valor de 80.41°C, véase figura 4.6. Dicha temperatura se estableció como base de partida para realizar los estudios isotérmicos en el rango de temperatura de 80-119°C empleando una velocidad de calentamiento de 10 °C min⁻¹.

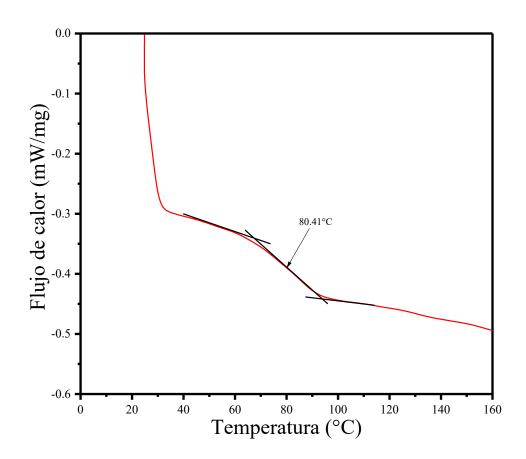


Figura 4.6. Termograma de calorimetría diferencial de barrido de la matriz epóxica curada obtenido a la velocidad de calentamiento de 10 °C min⁻¹.

Los resultados obtenidos mediante el análisis dinámico (bajo la norma D-3418) tienen un parecido con lo reportado en la literatura, véase la tabla 4.5. Cabe destacar que, aunque no todos los estudios de referencia mencionan que se realizó bajo la misma norma ASTM ni las mismas condiciones experimentales, la comparación se realizó de forma referencial, considerando los diversos parámetros de curado que se efectuaron en su proceso.

Tabla 4.5. Propiedades térmicas de matrices epóxicas reportados en la literatura.

Matriz	Velocidad de calentamiento (°C/min)	ΔH_o (mJ/mg)	<i>T_{go}</i> (°C)	<i>T_g</i> (°C)	<i>T</i> _p (°C)	Referencia
Araldite	10	283			142.50	[35]
Arzen	10	287.40	-21.31	80.41	118.61	Presente Investigación
E51	10	327.9	-20	135	150.23	[36]
ER CLR	10	406.6	-43.1	66	120.35	[37]

4.1.2.2 Análisis isotérmicos

Con la finalidad de determinar el grado de conversión en la reacción de curado de la matriz epóxica (α), se realizaron análisis isotérmicos en un rango de temperatura de 80-119°C empleando una velocidad de calentamiento de 10 °C min⁻¹. La figura 4.7 presenta los termogramas de DSC isotérmicos de la matriz epóxica a distintas temperaturas.

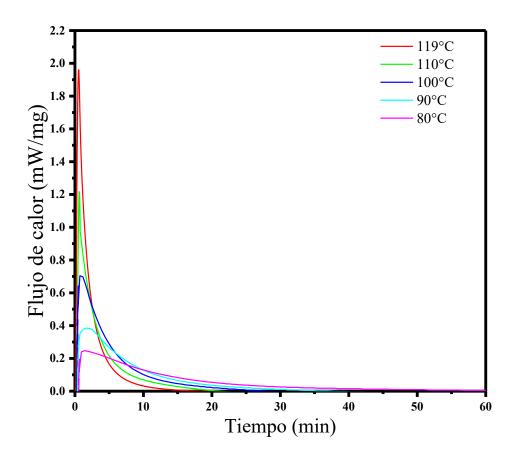


Figura 4.7. Termogramas de DSC isotérmicos de la matriz epóxica en el rango de temperaturas comprendido entre 80°C y 119°C

Todos los termogramas revelaron la presencia de un pico exotérmico bien definido, sin embargo, mostró una menor intensidad conforme aumentó la temperatura de curado acompañado de un incremento en su altura. De tal manera, que el tiempo de curado se redujo conforme aumentó la temperatura de curado en un rango de tiempo de 0-17 min, involucrando que la reacción se complete a altas temperaturas en tiempos muy cortos.

De los termogramas medidos a diferentes temperaturas de curado se obtuvo el calor total de la reacción (ΔH_t) para cada temperatura estudiada, véase la tabla 4.6.

Tabla 4.6. Calor total de la reacción de la matriz epóxica a diferentes temperaturas de curado.

Temperatura (°C)	ΔH_o (mJ/mg)	
119	3.30	
110	5.83	
100	12.29	
90	12.73	
80	45.06	

El grado de curado (α) fue determinado para cada temperatura de curado a partir de la siguiente ecuación.

$$\alpha = \frac{\Delta H_t}{\Delta H_o} \tag{1}$$

La figura 4.8 presenta las curvas de grado de curado (α) en función del tiempo de curado de la matriz epóxica a diferentes temperaturas, el cual fue determinado como el flujo de calor acumulado a un determinado tiempo para alcanzar el calor de curado total (ΔH_t) de 287.40 mJ/mg.

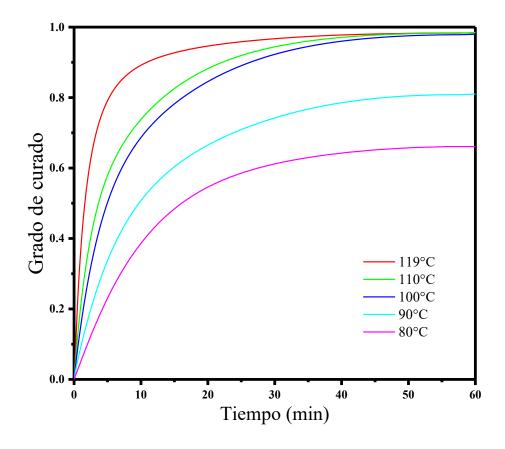


Figura 4.8. Grado de curado de la matriz epóxica en función del tiempo a las temperaturas indicadas.

El grado de curado máximo se alcanzó a 119°C. El grado de curado de la reacción de polimerización de la matriz epóxica aumentó conforme se incrementó la temperatura de curado, reduciendo significativamente el tiempo de curado, véase la tabla 4.7.

Tabla 4.7. Grado de curado para las reacciones isotérmicas.

Temperatura (°C)	119	110	100	90	80
α	0.983	0.982	0.978	0.808	0.665

Dado lo anterior y considerando que la temperatura de curado del polímero debe ser mayor que su temperatura de transición vítrea [31], se seleccionó la temperatura de 119°C para efectuar el curado de la matriz.

4.2 Ciclo de curado de la matriz epóxica

Una vez determinados los parámetros reológicos y térmicos de la matriz epóxica; tales como, velocidad de calentamiento, temperatura de curado, tiempo de gelación y tiempo de curado, se estableció el ciclo de calentamiento para el curado de la matriz epóxica en la fabricación de un biocompuesto mediante el método de laminado manual asistido con vacío y curado en autoclave.

La figura 4.9 muestra los perfiles de temperatura y presión en función del tiempo establecidos para curar la matriz epóxica.

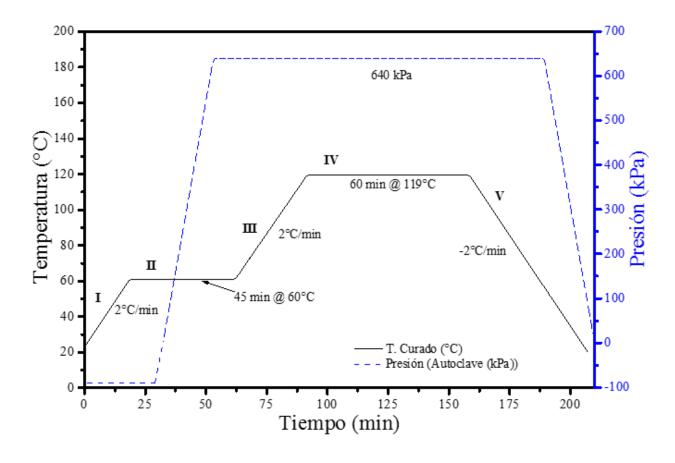


Figura 4. 9. Ciclo de curado de la matriz epóxica para la fabricación de un biocompuesto de fibras de lino mediante laminado manual asistido con vacío y curado en autoclave.

El ciclo de calentamiento establecido para el curado de la matriz consta de 5 etapas. En la primera etapa (I), el laminado constituido por fibras de lino impregnadas con matriz epóxica se calienta de temperatura ambiente hasta 60°C empleando una rampa de calentamiento de 2 °C min⁻¹. Posteriormente, en la etapa II, el laminado se mantiene a dicha temperatura durante 45 min con la finalidad de disminuir la viscosidad de la matriz a su mínimo nivel, favoreciendo la impregnación de las fibras de lino.

Una vez alcanzada la mitad de la etapa se aplica la presión de 640 kPa sobre el laminado con el objetivo de expulsar el excedente de la matriz polimérica. Posteriormente, se aumenta la temperatura a 119°C (etapa III) a razón de 2 °C min⁻¹.

Subsecuentemente, el laminado se mantiene a esa temperatura durante 60 min y una presión de 640 kPa (etapa IV). Finalmente, el laminado se enfría hasta temperatura ambiente usando velocidad de enfriamiento de -2 °C/min (etapa V). La presión se deja de aplicar una vez transcurridos 188.60 min de la etapa final.

El tiempo de 200 min y temperatura de curado de 119°C establecidos en el presente trabajo para fabricar un material compuesto representan una alternativa que reduce de manera significativa los parámetros para el procesamiento de materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con fibras sintéticas o naturales, de acuerdo con lo reportado en otras investigaciones en las que han empleado otro tipo de matrices epóxicas [27], véase la tabla 4.8.

Tabla 4.8. Parámetros de curado de matrices epóxicas empleadas para la fabricación de materiales compuestos reforzados con fibras sintéticas o naturales.

Matriz	Temperatura de gelación (°C)	Tiempo de gelación (min)	Temperatura de curado (°C)	Tiempo de curado (min)	Tiempo total (min)	Ref.
Arzen	60	45	119	59	200	Presente investigación
Toray 2510	88	90	132	120	345	[38]
F161	100	60	170	125	270	[32]
Hexcel M56	110	60	180	120	395	[39]

4.3 Biocompuestos

4.3.1 Determinación de la fracción másica de los constituyentes del laminado

Dado que las propiedades mecánicas de los materiales compuestos se comprometen fuertemente con la fracción de fibra presente en el material, se determinó la fracción másica de las fibras de lino presente en los materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con fibras fabricados por el método de laminado manual asistido con vacío y curado en autoclave, véase la tabla 4.9.

$$Fracción\ m\'asica = \frac{Masa\ del\ componente}{Masa\ total\ compuesto} \tag{2}$$

La fracción de fibra de los biolaminados fue de 0.47, indicando que los laminados desarrollados presentaron una fracción másica similar a lo reportado en la literatura para biolaminados reforzados con fibra de lino fabricados utilizando los mismos procesos de fabricación [6-8]. Las diferencias se pueden atribuir a la arquitectura de los tejidos usados, dado que influye en la distribución y flujo de la matriz a través de los pliegues.

Tabla 4.9. Fracción másica de fibra de laminados fabricados con fibras de lino y curado en autoclave.

Fracción másica	Arquitectura de fibra	Proceso de manufactura	Referencia
0.40	UD	Autoclave	[23]
0.42	Tejido	Autoclave	[40]
0.47	Tejido	Autoclave	Presente investigación
0.52	UD 0°/90°	Autoclave	[41]
0.52	UD	Autoclave	[41]

4.3.2 Caracterización termogravimétrica

Se efectuaron análisis termogravimétricos desde temperatura ambiente hasta 900°C usando una rampa de calentamiento de 10 °C min⁻¹ bajo atmósfera de nitrógeno.

La figura 4.10 presenta el termograma correspondiente al biocompuesto fabricado en el presente estudio.

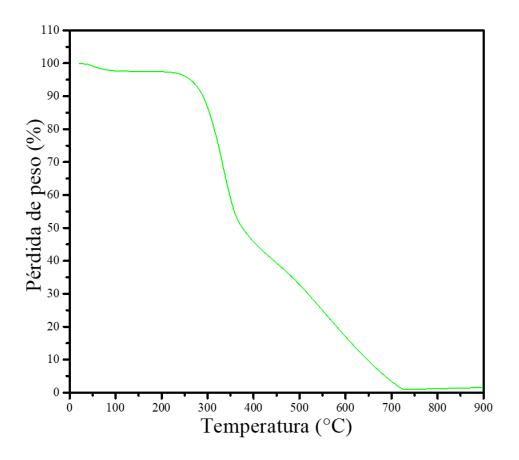


Figura 4.10. Termograma del biocompuesto de matriz epóxica reforzado con fibras de lino fabricado por el método de laminado manual asistido con vacío y curado en autoclave.

El termograma medido evidenció que el biocompuesto fabricado presentó una estabilidad térmica hasta 214°C y la presencia de tres procesos térmicos conforme el material se calentó desde temperatura ambiente; el primero se detectó a 120°C, el segundo en el rango de 214-422°C y el tercero en el intervalo de 422-752°C cada uno con una pérdida en peso de 2.4%, 54.55% y 41.77%, respectivamente.

El primer proceso puede relacionarse a la evaporación de la humedad nominal contenida en el biocompuesto. El segundo proceso puede ser atribuido al rompimiento de los enlaces C-C presentes en la matriz polimérica y constituyentes de la fibra de lino

(hemicelulosa y celulosa). El tercer proceso puede asociarse con el rompimiento de los enlaces de mayor energía presentes en la matriz epóxica (residuos de la matriz, etc.) y constituyentes de las fibras de lino [34].

4.3.3 Ensayos mecánicos de tensión

Con la finalidad de estudiar el comportamiento mecánico y determinar las propiedades mecánicas a tensión de los biolaminados, se efectuaron ensayos mecánicos de tensión de 5 probetas base a la norma ASTM D3039. La tabla 4.10 muestra los valores de esfuerzo último de tensión de los materiales ensayados.

Tabla 4.10. Esfuerzo último de tensión de las probetas de biocompuestos de matriz epóxica reforzados con fibras de lino fabricados por el método de laminado manual asistido con vacío y curado en autoclave.

Probeta	Esfuerzo último de tensión (MPa)
1	130.00
2	141.17
3	129.64
4	134.09
5	137.57

En la figura 4.11 muestra la curva esfuerzo-desplazamiento representativo de los biolaminados ensayados.

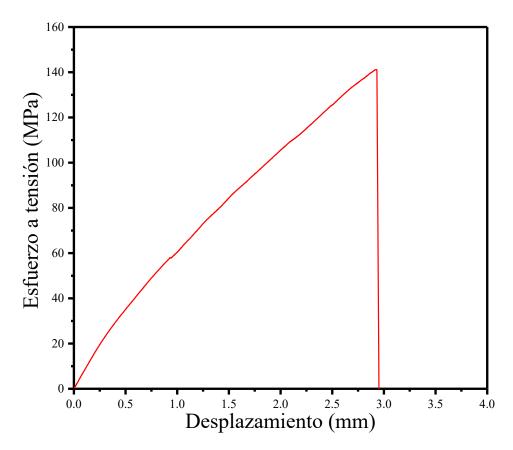


Figura 4.11. Curva esfuerzo-desplazamiento representativa de los biolaminados fabricados con 6 pliegues de fibras de lino por laminado manual asistido con vacío y curado en autoclave.

La forma de la curva esfuerzo-desplazamiento reveló que los laminados presentaron un cambio de pendiente aproximadamente a los 57.97 MPa, la cual puede ser asociado con el cambio del comportamiento elástico y plástico del material. El esfuerzo último a tensión y desplazamiento máximo del material fueron 141.06 MPa y 2.93 mm, respectivamente.

Los resultados obtenidos evidenciaron que el promedio del esfuerzo último de tensión de los materiales fabricados en el presente estudio fue de 134.50 MPa.

Tabla 4.11. Resistencia máxima a tensión reportados para laminados fabricados con fibras de lino como refuerzo.

Resistencia máxima a la tensión (MPa)	Arquitectura de la fibra	Proceso de manufactura	Referencia
99.0	Tejido	Infusión	[42]
104.0	Tejido	Autoclave	[43]
133.0	UD	Autoclave	[23]
134.5	Tejido-Lin	Autoclave	Presente investigación
136.8	Tejido	Autoclave	[40]
158.4	UD 0°/90°	Autoclave	[44]

El valor promedio del esfuerzo último a tensión de los materiales estudiados en la presente investigación demostró ser comparable con el reportado para otros compuestos manufacturados con fibras de lino unidireccionales, véase tabla 3.8. Incluso, resultó superior o semejante a los resultados reportados para materiales compuestos fabricados con reforzamiento de fibra de vidrio clase E, evidenciando la viabilidad que tienen los materiales desarrollados para reemplazar el uso de ese tipo de fibras, véase la tabla 4.12.

Tabla 4.12. Resistencia máxima a tensión reportados para laminados fabricados con fibras de vidrio clase E como refuerzo.

Resistencia máxima a la tensión (MPa)	Arquitectura de la fibra	Proceso de manufactura	Referencia
32.4	Tejido	Laminado manual	[45]
72.0	Fibras aleatorias cortas	Laminado manual	[46]
88.7	Tejido	Laminado manual	[47]
134.5	Tejido-Lin	Autoclave	Presente investigación
143.9	Tejido	Moldeo manual asistido con vacío	[48]
147.6	Tejido	RTM	[49]
161.7	Tejido	Autoclave	[49]

Capítulo 5. Conclusiones

Se desarrolló un proceso conformado por 5 etapas para la fabricación de biocompuestos de matriz epóxica reforzados con fibras bidireccionales de lino mediante el método de laminado manual asistido con vacío y curado en autoclave a baja temperatura (119°C) y tiempos bajos de procesamiento (200 min), empleando por primera vez la matriz epóxica Arzen 85-1.

El biocompuesto fabricado de matriz epóxica reforzado con fibra bidireccional de lino mediante el método de laminado manual asistido con vacío y curado en autoclave presentaron una estabilidad térmica en el rango de 25–214°C.

Las propiedades mecánicas alcanzadas fueron comparables a los compuestos reforzados con fibras de vidrio clase E, reflejando el desempeño del biocompuesto desarrollado y mostrando una alternativa sostenible y eficiente para aplicaciones estructurales.

Referencias

- [1]. Chawla, K. K. (2012). Composite materials: science and engineering. Springer science & business media.
- [2]. Campbell, F. C. (2010). Structural composite materials. ASM international.
- [3]. Muc, A., Romanowicz, P., & Chwał, M. (2019). Description of the resin curing process—formulation and optimization. Polymers, 11(1), 127.
- [4]. Campbell F. C. (2004). Manufacturing processes for advanced composites.

 Chapter 6: Curing: It's a matter of time (t), temperature (T) and pressure (P).

 Elsevier, 175-221.
- [5]. Mazumdar, S. (2001). Composites manufacturing: Materials, product, and process engineering. CRC Press.
- [6]. Camarillo Vega Valeria Monserrat (2022). Fabricación de biocompuestos híbridos de yute/lino por infusión de resina con prensado en caliente, Tesis de Maestría. Universidad Autónoma de Nuevo León.
- [7]. Prashanth, S., Subbaya, K. M., Nithin, K., & Sachhidananda, S. (2017). *Fiber reinforced composites-a review*. Journal of Material Sciences & Engineering, 6 (03), 2-6.
- [8]. Gibson, R. F. (2016). Principles of composite material mechanics. CRC Press.
- [9]. Kerni, L., Singh, S., Patnaik, A., & Kumar, N. (2020). *A review on natural fiber reinforced composites*. Materials Today: Proceedings, 28, 1616-1621.

- [10]. Karthi, N., Kumaresan, K., Sathish, S., Gokulkumar, S., Prabhu, L., & Vigneshkumar, N. (2020). An overview: Natural fiber reinforced hybrid composites, chemical treatments, and application areas. Materials Today: Proceedings, 27, 2828-2834.
- [11]. Sanjay, M. R., Madhu, P., Jawaid, M., Senthamaraikannan, P., Senthil, S., & Pradeep, S. (2018). *Characterization and properties of natural fiber polymer composites: A comprehensive review.* Journal of Cleaner Production, 172, 566-581.
- [12]. Nehls, G. (2022). *Composites world*. *Composites world*. Recuperado 11 de mayo de 2022, de https://www.compositesworld.com/news/bmw-group-invests-in-bcomp-for-high-performance-natural-fiber-components-
- [13]. Brazel, C. S., & Rosen, S. L. (2012). Fundamental principles of polymeric materials. John Wiley & Sons.
- [14]. Mohd Nurazzi, N., Khalina, A., Sapuan, S. M., Dayang Laila, A. H. A. M., Rahmah, M., & Hanafee, Z. (2017). *A review: fibres, polymer matrices and composites*. Pertanika Journal of Science & Technology, 25(4).
- [15]. Kar, K. K. (Ed.). (2016). Composite materials: processing, applications, characterizations. Springer.
- [16]. Dénes, O., Florea, I., & Manea, D. L. (2019). *Utilization of sheep wool as a building material*. Procedia Manufacturing, 32, 236-241.
- [17]. Fuqua, M. A., Huo, S., & Ulven, C. A. (2012). *Natural fiber reinforced composites*. Polymer Reviews, 52(3), 259-320.
- [18]. Leistner, C., Hartmann, S., Abliz, D., & Ziegmann, G. (2020). *Modeling and simulation of the curing process of epoxy resins using finite elements*. Continuum Mechanics and Thermodynamics, 32, 327-350.

- [19]. Lee, H. P., Ng, B. M. P., Rammohan, A. V., & Tran, L. Q. N. (2017). An investigation of the sound absorption properties of flax/epoxy composites compared with glass/epoxy composites. Journal of Natural Fibers, 14(1), 71-77.
- [20]. Balasubramanian, M. (2013). Composite materials and processing. CRC Press.
- [21]. Rahman, M. M., & Akhtarul Islam, M. (2022). *Application of epoxy resins in building materials: progress and prospects*. Polymer Bulletin, 79(3), 1949-1975.
- [22]. Sarkar, F., Akonda, M., & Shah, D. U. (2020). *Mechanical properties of flax tape-reinforced thermoset composites*. Materials, 13(23), 5485.
- [23]. De Santiago Talavera Israel. (2021). Evaluación del desempeño mecánico de biocompuestos reforzados con fibras de lino fabricados por el método de laminado manual asistido con vacío y curado en autoclave, Tesis de Maestría. Universidad Autónoma de Nuevo León.
- [24]. Sicomin. *Fire retardant epoxy systems* [Internet]. 2014 [Cited in 2023 Nov 20]. Available from: https://sicomin.com/datasheets/SR1126 SD820x SD1305.pdf
- [25]. TA Instruments. (2023, May 17). *Thermosetting polymers–rheological testing*. AZoM. Retrieved on August 15, 2024 from https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=12103.
- [26]. Li, Q., Li, Y., Ma, H., Cai, S., & Huang, X. (2020). Effect of processing temperature on the static and dynamic mechanical properties and failure mechanisms of flax fiber reinforced composites. Composites Communications, 20, 100343.
- [27]. Ackermann, A. C., Carosella, S., Rettenmayr, M., Fox, B. L., & Middendorf, P. (2022). *Rheology, dispersion, and cure kinetics of epoxy filled with amine-and non-*

- functionalized reduced graphene oxide for composite manufacturing. Journal of Applied Polymer Science, 139(8), 51664.
- [28]. Wang, W., Zhao, W., Zhang, J., and Zhou, J. (2021). *Epoxy-based grouting materials with super-low viscosities and improved toughness*. Construction and Building Materials, 267, 121104.
- [29]. Hwang, S. S., Park, S. Y., Kwon, G. C., and Choi, W. J. (2018). *Cure kinetics and viscosity modeling for the optimization of cure cycles in a vacuum-bag-only prepreg process*. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, *99*, 2743-2753.
- [30]. Puentes, J., Quintana, J. L. C., Chaloupka, A., Rudolph, N., and Osswald, T. A. (2019). *Moduli development of epoxy adhesives during cure*. Polymer Testing, 77, 105863.
- [31]. Hu, J., Shan, J., Zhao, J., and Tong, Z. (2016). *Isothermal curing kinetics of a flame retardant epoxy resin containing DOPO investigated by DSC and rheology*. Thermochimica Acta, 632, 56-63.
- [32]. Costa, M. L., Botelho, E. C., and Rezende, M. C. (2006). *Monitoring of cure kinetic prepreg and cure cycle modeling*. Journal of Materials Science, *41*(13), 4349-4356.
- [33]. Lascano, D., Lerma-Canto, A., Fombuena, V., Balart, R., Montanes, N., & Quiles-Carrillo, L. (2021). *Kinetic analysis of the curing process of biobased epoxy resin from epoxidized linseed oil by dynamic differential scanning calorimetry*. Polymers, *13*(8), 1279.

- [34]. Sukanto, H., Raharjo, W. W., Ariawan, D., Triyono, J., and Kaavesina, M. (2021). Epoxy resins thermosetting for mechanical engineering. Open Engineering, 11(1), 797-814.
- [35]. Gerami, G., Bagheri, R., and Darvishi, R. (2019). *Investigation of isothermal and dynamic cure kinetics of epoxy resin/nadic methyl anhydride/dicyandiamide by differential scanning calorimetry (DSC)*. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 137, 575-582.
- [36]. Tziamtzi, C. K., and Chrissafis, K. (2021). Optimization of a commercial epoxy curing cycle via DSC data kinetics modelling and TTT plot construction. Polymer, 230, 124091.
- [37]. Kumar, S., Samal, S. K., Mohanty, S., and Nayak, S. K. (2019). *Curing kinetics of bio-based epoxy resin-toughened DGEBA epoxy resin blend: synthesis and characterization*. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, *137*, 1567-1578.
- [38]. Severson, P., Camber, K., and El Hajjar, R. (2022). Carbon fiber reinforced plastics with aluminum honeycomb core design methodology for space and surface mining applications. Acta Astronautica, 193, 721-730.
- [39]. Shaik, F., Ramakrishna, M., and Varma, P. D. (2021). A Review on fabrication of thermoset prepreg composites using out-of-autoclave technology. INCAS Bulletin, 13(2), 133-149.
- [40]. Panzera, T. H., Jeannin, T., Gabrion, X., Placet, V., Remillat, C., Farrow, I., and Scarpa, F. (2020). *Static, fatigue, and impact behaviour of an autoclaved flax fibre reinforced composite for aerospace engineering*. Composites Part B: Engineering, 197, 108049.

- [41]. Winkelmann, J., Shamsuyeva, M., and Endres, H. J. (2020). *Hybrid fabrics for use in bio-based composites for technical applications*. Materials Today: Proceedings, *31*, S263-S268.
- [42]. Phillips, S., Baets, J., Lessard, L., Hubert, P., and Verpoest, I. (2013). Characterization of flax/epoxy prepregs before and after cure. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 32(11), 777-785.
- [43]. Mahboob, Z., El Sawi, I., Zdero, R., Fawaz, Z., and Bougherara, H. (2017). Tensile and compressive damaged response in flax fibre reinforced epoxy composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 92, 118-133.
- [44]. Kumar, S., and Saha, A. (2022). Effects of stacking sequence of pineapple leafflax reinforced hybrid composite laminates on mechanical characterization and moisture resistant properties. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science, 236(3), 1733-1750.
- [45]. Guruprasad, H. L., Prakash, J. N., and Aravind, K. U. (2018). *Influence of surface treatments on chopped strand mat E-glass fiber reinforced with epoxy polymer matrix composites*. International Journal of Advance Research, Ideas and Innovations in Technology, 4(4), 908-912.
- [46]. Gujjala, R., Ojha, S., Acharya, S. K., and Pal, S. K. (2014). *Mechanical properties* of woven jute–glass hybrid-reinforced epoxy composite. Journal of Composite Materials, 48(28), 3445-3455.
- [47]. Kumar, S. M., Ravikiran, K. R., and Govindaraju, H. K. (2018). Development of E-glass woven fabric/polyester resin polymer matrix composite and study of mechanical properties. Materials Today: Proceedings, 5(5), 13367-13374.

- [48]. Abraham, D., Matthews, S., and McIlhagger, R. (1998). A comparison of physical properties of glass fibre epoxy composites produced by wet lay-up with autoclave consolidation and resin transfer moulding. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 29(7), 795-801.
- [49]. Martínez-Miranda, M. R., García-Martínez, V., and Gude, M. R. (2019). *Gel point determination of a thermoset prepreg by means of rheology*. Polymer Testing, 78, 105950.
- [50]. Raponi, E., Sergi, C., Boria, S., Tirillò, J., Sarasini, F., & Calzolari, A. (2021). Temperature effect on impact response of flax/epoxy laminates: Analytical, numerical and experimental results. Composite Structures, 274, 114316.
- [51]. Pisupati, A., Ayadi, A., Deleglise-Lagardere, M., & Park, C. H. (2019). *Influence of resin curing cycle on the characterization of the tensile properties of flax fibers by impregnated fiber bundle test*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 126, 105572.
- [52]. Prasad, V., Muhammed Hunize, C. V., Abhiraj, R. I., Jospeh, M. A., Sekar, K., & Ali, M. (2019). Mechanical properties of flax fiber reinforced composites manufactured using hand layup and compression molding—a comparison. In Advances in industrial and production engineering: select proceedings of FLAME 2018 (pp. 781-789). Springer Singapore.