



Departamento de
Ingeniería Mecánica
Universidad de Concepción

Implementación del Ensayo Fiber-Bundle Pull-Out en Materiales Compuestos

Gustavo Manuel Ignacio Palacios Astroza

Memoria de Título presentada a la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Concepción
para optar al título profesional de Ingeniero Civil Mecánico

Profesor guía:
Dr. Alexis Salas S.

Enero 2026
Concepción, Chile

©2025 Gustavo Manuel Ignacio Palacios Astroza

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento,
incluyendo la cita bibliográfica del documento

Esta memoria esta dedicada a...

Mi madre, por su paciencia, su ejemplo de resiliencia y por ser mi apoyo incondicional.

Mi padre, por seguir guiándome a través de las enseñanzas que dejó en mi memoria.

Agradecimientos

Me gustaría expresar mi más sincero agradecimiento a todas las personas que me acompañaron y apoyaron a lo largo de este extenso camino. En primer lugar, agradezco al profesor Alexis Salas por su constante guía y disposición, y por brindarme la oportunidad de participar en el proyecto de investigación “*Fondecyt de Iniciación N.º 11251620*”, experiencia que fue fundamental para mi formación académica y profesional.

Agradezco también a mis compañeros de investigación, Scarlett, Felipe, Agustín y a todo el Equipo Mafia, por el apoyo mutuo, las risas compartidas y las frustraciones superadas. Las interminables caminatas a la NASA y las buenas conversaciones hicieron mucho más llevadero el trabajo y transformaron el proceso en una experiencia enriquecedora.

A mis amigos Betta, Juana y Cami, gracias por estar siempre presentes, por las conversaciones profundas y por una amistad incondicional que nació de la forma más inesperada. A Pancho, Gabo, Nicolás y Josué, gracias por las incontables horas de Discord y *lolcito*, por las noches de risas y los momentos inolvidables que hicieron más livianos y memorables estos años. A Joaco, Luciano y Juaco, gracias por tanta buena onda, las asesorías de programación y las conversaciones de todo tipo que siempre ayudaron a despejar la mente.

A Scar, por ser esa compañía que me permitió desconectarme de las presiones académicas y encontrar un espacio de comprensión y apoyo mutuo, en conversaciones que sabíamos cómo empezaban, pero nunca cómo terminaban.

Asimismo, a Tiare, mi primera roomie, gracias por ser una amiga tan especial. A pesar de la distancia y del tiempo, cada conversación ha sido una oportunidad para ponernos al día, compartir la vida y reafirmar un cariño que se ha mantenido a lo largo de los años. A Pablo, mi último roomie, gracias por tu buena onda y por hacer de esta última etapa algo más liviano y memorable.

Quiero agradecer a Alonso, compañero de aventuras y batallas universitarias. Gracias por estar siempre dispuesto a ayudarme, por los silencios compartidos y las conversaciones que inevitablemente terminaban acompañadas de un buen completo. Un gran amigo y una persona en la que siempre puedo confiar.

No puedo dejar de mencionar a Rodrigo, Elisa y Macarena, quienes son mis hermanos de vida. Gracias por su compañía constante, su apoyo incondicional a pesar de la distancia y por ser una parte fundamental de mi vida antes y durante esta etapa. Sin duda, una amistad para toda la vida.

De manera muy especial, quiero agradecer a mi familia. A María Cristina, mi madre, por su amor incondicional, su paciencia y por ser mi mayor apoyo en cada paso de este camino. A José Manuel, mi padre, por las enseñanzas y valores que han forjado la persona que soy hoy. También a mi abuela Cristina, por su compañía y su regaloneo en cada momento compartido. Sin ustedes tres, nada de esto habría sido posible.

Resumen

La adhesión fibra - matriz es un factor determinante en el desempeño mecánico de los materiales compuestos, ya que gobierna la transferencia de esfuerzos entre el refuerzo y la matriz. En este contexto, el presente trabajo tuvo como objetivo implementar el ensayo *Fiber-Bundle Pull-Out* (FBPO) como técnica de caracterización interfacial a mesoescala, mediante el diseño y fabricación de un sistema experimental reproducible, con el fin de determinar la resistencia al corte interfacial (IFSS aparente) y evaluar la utilidad del método como herramienta confiable para el estudio de la adhesión fibra - matriz.

Para ello, se diseñó y fabricó un sistema experimental que incluyó moldes multicavidad, probetas y dispositivos de sujeción, utilizando modelado CAD e impresión 3D, lo que permitió asegurar el control de parámetros geométricos críticos, tales como la longitud embebida y la alineación axial. El ensayo FBPO se implementó en probetas de material compuesto fabricadas con dos matrices epóxicas y dos tipos de fibra de carbono, correspondientes a un sistema de grado aeroespacial y a una fibra genérica. Se ejecutaron un total de 100 ensayos válidos bajo condiciones controladas, registrándose las curvas fuerza - desplazamiento y determinándose la carga de despegue interfacial. El IFSS aparente se estimó mediante un modelo de reducción basado en la relación entre la carga de despegue y el área embebida.

Los resultados experimentales evidenciaron diferencias claras en los valores de IFSS aparente entre los distintos sistemas fibra - matriz, tanto en términos de magnitud como de dispersión experimental. Las observaciones microscópicas post ensayo mediante SEM permitieron correlacionar estas diferencias con la morfología de la interfase, identificándose regiones con matriz residual adherida, zonas con fibras expuestas y sectores donde permanecía el recubrimiento de teflón (PTFE) de la probeta. Estas evidencias confirmaron que el despegue interfacial ocurre de manera progresiva y localizada, y reforzaron la coherencia entre los resultados mecánicos y los mecanismos interfaciales observados.

El análisis estadístico, realizado mediante ANOVA de Welch y comparaciones múltiples de Games-Howell, mostró que el tipo de fibra constituye el factor dominante en la respuesta interfacial dentro del rango experimental estudiado, mientras que el efecto del tipo de matriz resultó secundario cuando se empleó fibra genérica. La comparación con rangos de IFSS reportados en la literatura para ensayos FBPO mostró una concordancia razonable, considerando las diferencias de escala, materiales y condiciones experimentales.

En conjunto, los resultados confirman que el ensayo FBPO, acompañado de un diseño experimental adecuado, de observaciones microscópicas detalladas y de un análisis estadístico robusto, constituye una técnica válida y reproducible para la evaluación comparativa de la adhesión fibra - matriz a mesoescala, aportando al estudio y comprensión del comportamiento interfacial en materiales compuestos.

Palabras clave: adhesión fibra-matriz; resistencia al corte interfacial (IFSS); Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO); materiales compuestos; caracterización interfacial; mesoescala.

Abstract

Fiber-matrix adhesion is a key factor in the mechanical performance of composite materials, as it governs the stress transfer between the reinforcement and the matrix. In this context, the present work aimed to implement the *Fiber-Bundle Pull-Out* (FBPO) test as a meso-scale interfacial characterization technique, through the design and fabrication of a reproducible experimental system, in order to determine the interfacial shear strength (apparent IFSS) and evaluate the method's utility as a reliable tool for studying fiber-matrix adhesion.

An experimental system was designed and manufactured, including multi-cavity molds, specimens, and clamping devices, using CAD modeling and 3D printing, which allowed precise control of critical geometric parameters such as embedded length and axial alignment. The FBPO test was applied to composite specimens made with two epoxy matrices and two types of carbon fiber, corresponding to an aerospace-grade fiber and a generic fiber. A total of 100 valid tests were performed under controlled conditions, recording load-displacement curves and determining the interfacial debonding load. Apparent IFSS was estimated using a reduction model based on the relationship between the debonding load and the embedded area.

Experimental results showed clear differences in apparent IFSS values among the different fiber-matrix systems, both in magnitude and in experimental dispersion. Post-test SEM observations allowed correlating these differences with interfacial morphology, identifying regions with residual matrix, areas with exposed fibers, and sections where the specimen's PTFE coating remained embedded in the matrix. These observations confirmed that interfacial debonding occurs progressively and locally, supporting the coherence between mechanical results and the interfacial mechanisms observed.

Statistical analysis using Welch's ANOVA and Games-Howell multiple comparisons showed that fiber type is the dominant factor in the interfacial response within the experimental range studied, while the effect of matrix type was secondary when generic fibers were used. Comparison with IFSS ranges reported in the literature for FBPO tests showed reasonable agreement, considering differences in scale, materials, and experimental conditions.

Overall, the results confirm that the FBPO test, combined with a well-controlled experimental design, detailed microscopic observations, and robust statistical analysis, is a valid and reproducible technique for comparative evaluation of fiber-matrix adhesion at the meso-scale, contributing to the study and understanding of interfacial behavior in composite materials.

Keywords: fiber-matrix adhesion; interfacial shear strength (IFSS); Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO); composite materials; interfacial characterization; meso-scale.

Contenidos

Lista de Figuras	1
Lista de Tablas	3
1 Introducción	4
1.1 Planteamiento del problema	4
1.2 Alcance	6
1.3 Objetivos	6
1.3.1 Objetivo General	6
1.3.2 Objetivos Específicos	7
1.4 Propuesta metodológica	7
2 Estado del Arte y Marco Teórico	8
2.1 Estado del Arte	8
2.1.1 Valores reportados en la literatura	10
2.2 Marco Teórico	11
2.2.1 Interfaz fibra - matriz	11
2.2.2 Resistencia al corte interfacial (IFSS)	13
2.2.3 IFSS aparente vs. real	14
2.2.4 Mecanismos de falla interfacial	15
2.2.5 Escalas de estudio	16
2.2.6 Variables experimentales que afectan la IFSS	17
2.2.7 Ensayos de caracterización interfacial	18
2.2.8 Efecto del <i>sizing</i> y la topografía superficial	19
2.2.9 Profundización en el rol del <i>sizing</i>	20
2.2.10 Análisis estadístico (normalidad, ANOVA y Tukey)	21
2.2.11 Normas y estandarización	22
3 Metodología	25
3.1 Materiales	25
3.1.1 Fibras de carbono utilizadas	25
3.2 Diseño general de la investigación	27
3.3 Etapas de desarrollo	28
3.3.1 Etapa 1: Diseño del sistema experimental	28
3.3.2 Etapa 2: Fabricación de moldes de silicona	29
3.3.3 Etapa 3: Fabricación de probetas	30
3.3.4 Etapa 3.1: Caracterización mecánica de las resinas epóxicas	32
3.3.5 Etapa 4: Ejecución de los ensayos FBPO	34
3.3.6 Etapa 5: Procesamiento y análisis de datos	36
3.4 Replicabilidad y validez	38
4 Resultados	39
4.1 Observaciones experimentales durante el ensayo FBPO	39
4.2 Resultados de las mediciones experimentales	41
4.3 Observaciones microscópicas post ensayo (SEM)	43
4.4 Resultados procesados de IFSS aparente	45
4.5 Comparación con valores FBPO de referencia	47
4.6 Análisis estadístico de los resultados de IFSS aparente	48

5	Discusión de resultados	51
5.1	Interpretación de los resultados	51
5.2	Relación entre IFSS y micrografías SEM post ensayo	52
5.3	Discusión del análisis estadístico del IFSS aparente	53
5.4	Relación con el estado del arte	54
5.5	Limitaciones del estudio	54
5.6	Implicancias y proyecciones	55
6	Conclusiones	56
6.1	Trabajo futuro	57
	Referencias	58
	Anexo A Carta Gantt	61
	Anexo B Repositorio IFSS	62
	Anexo C Micrografías SEM de probetas FBPO	63

Lista de Figuras

Figura 1.1	Esquema conceptual de la interfaz fibra - matriz en materiales compuestos [6].	4
Figura 1.2	Esquema simplificado de la metodología propuesta y su relación con los OE.	7
Figura 2.1	Ejemplo esquemático (izq) y experimental (der) de una curva fuerza - desplazamiento típica de un ensayo tipo pull-out [10].	9
Figura 2.2	Rangos de IFSS reportados para distintos métodos de ensayo [3–5, 9–11, 18–21].	10
Figura 2.3	Ejemplo de micrografía SEM de una superficie de fractura en un material compuesto reforzado con fibras [15].	13
Figura 2.4	Escalas de estudio en materiales compuestos reforzados con fibra [22]. . .	16
Figura 2.5	Tipos de ensayo para la caracterización interfacial [23].	18
Figura 3.1	Etiqueta técnica del tejido de fibra de carbono Tenax [®] -E HTA40 / 3k / HT (ECC-Style 462), grado aeroespacial.	26
Figura 3.2	Etiqueta técnica del tejido de fibra de carbono HT 3k / 200 tex.	26
Figura 3.3	Molde negativo impreso en PLA (arquitectura multicavidad) con canales de sección constante y topes geométricos integrados para fijar la longitud de embebido ℓ_e	29
Figura 3.4	Sistema de silicona RTV empleado para la fabricación del molde blando (dureza nominal \sim Shore A 30, kit silicona y catalizador).	30
Figura 3.5	Esquema de sujeción y alineación axial de la hebra en el molde.	31
Figura 3.6	Secuencia de fabricación de probetas FBPO: (a) cavidad de silicona, (b) posicionamiento de la hebra, (c) colado y curado de la resina y (d) probeta desmoldeada.	32
Figura 3.7	Sistemas epoxi de baja viscosidad utilizados en este estudio. Izquierda: MEPOX 1685L. Derecha: EPO 200.	33
Figura 3.8	Montaje experimental del ensayo <i>Fiber-Bundle Pull-Out</i> (FBPO) en máquina Zwick-Roell Z005.	34
Figura 3.9	Mordaza diseñada para el ensayo FBPO: (A) vista frontal, mostrando la geometría de sujeción de la hebra; (B) vista lateral.	35
Figura 3.10	Identificación de regiones en una probeta FBPO: (A) región embebida asociada al despegue interfacial, (B) región de hebra libre dominada por fricción y sujeción.	37
Figura 4.1	Probeta durante el ensayo FBPO, mostrando la hebra de fibra de carbono parcialmente embebida en la matriz polimérica.	39
Figura 4.2	Comparación visual de una probeta FBPO antes y después del ensayo, evidenciando el despegue interfacial y la extracción parcial de la hebra. .	40
Figura 4.3	Estado post ensayo FBPO para sistemas con fibra de grado aeroespacial: (a) MEPOX-HTA y (b) EPO-HTA, mostrando la extracción parcial de la hebra y la matriz residual tras el despegue interfacial.	40

Figura 4.4	Curvas esfuerzo - desplazamiento representativas obtenidas durante los ensayos FBPO para los sistemas fibra - matriz evaluados.	41
Figura 4.5	Curvas esfuerzo - desplazamiento con registro de las etapas del ensayo. . .	42
Figura 4.6	Curvas esfuerzo - desplazamiento con la diferencia de comportamiento de este sistema.	43
Figura 4.7	Micrografías SEM de A) Probeta MEPOX-HTA, B) Acercamiento zona de la interfase, C) Acercamiento a varios filamentos, D) Acercamiento a filamento individual.	44
Figura 4.8	Micrografías SEM de A) Probeta EPO-HTA, B) Acercamiento zona de la interfase, C) Acercamiento a varios filamentos, D) Acercamiento a filamento individual.	45
Figura 4.9	Boxplot de los valores de IFSS aparente obtenidos para los sistemas evaluados.	46
Figura 4.10	Comparación entre los valores de IFSS aparente obtenidos experimentalmente en este estudio y los rangos de IFSS reportados en la literatura para ensayos FBPO.	47
Figura 4.11	Comparación de distribución para IFSS aparente del sistema EPO-HTA. A) Ajuste para diferentes curvas teóricas. B) Ajuste utilizando Weibull. .	48
Figura 4.12	Comparación de distribución para IFSS aparente del sistema MEPOX-HTA. A) Ajuste para diferentes curvas teóricas. B) Ajuste utilizando Gamma.	48
Figura A.1	Carta Gantt del proyecto.	61
Figura B.1	Repositorio bibliográfico de valores de IFSS reportados en la literatura para distintos métodos y escalas de caracterización interfacial [10,18]. . .	62
Figura C.1	Micrografías SEM de las probetas FBPO, sistema MEPOX-HTA.	63
Figura C.2	Micrografías SEM de las probetas FBPO, sistema EPO-HTA.	63
Figura C.3	Micrografías SEM de las probetas FBPO, con restos de PTFE en la zona de la matriz. A) Probeta con restos de PTFE en la zona de la interfase, B) Acercamiento a varios filamentos.	64
Figura C.4	Micrografías SEM de las probetas FBPO, comparativa entre MEPOX (A) y EPO (B).	64

Lista de Tablas

Tabla 4.1	Estadísticos descriptivos de la IFSS aparente obtenidos mediante el ensayo FBPO.	46
Tabla 4.2	Análisis de varianza (ANOVA) de una vía para IFSS aparente.	49
Tabla 4.3	Resultados del ANOVA de Welch para los valores de IFSS aparente.	49
Tabla 4.4	Comparaciones múltiples mediante el método de Games-Howell.	50

1 Introducción

1.1 Planteamiento del problema

Los materiales compuestos reforzados con fibras son cada vez más utilizados en sectores de alto impacto como la aeronáutica, el transporte, la energía y la construcción, debido a su elevada relación resistencia - peso y a su versatilidad de aplicación. Sin embargo, el desempeño mecánico de estos materiales depende en gran medida de la calidad de la interfaz entre la fibra y la matriz, entendida como la zona de contacto donde se transfiere el esfuerzo mecánico desde la matriz polimérica hacia los filamentos de refuerzo (Fig. 1.1). Una interfaz deficiente puede conducir a fallas prematuras, pérdida de rigidez y reducción de la vida útil de los componentes, lo que limita la competitividad de los compuestos en aplicaciones críticas [1–3]. Adicionalmente, en sistemas aparentemente idénticos a nivel de matriz y fibra, diferencias en el *sizing* (recubrimiento de fábrica) entre proveedores pueden alterar la humectabilidad, la actividad química superficial y la fricción post - despegue, impactando la resistencia al corte interfacial (*Interfacial Shear Strength*, IFSS) y su comportamiento mecánico [4, 5].

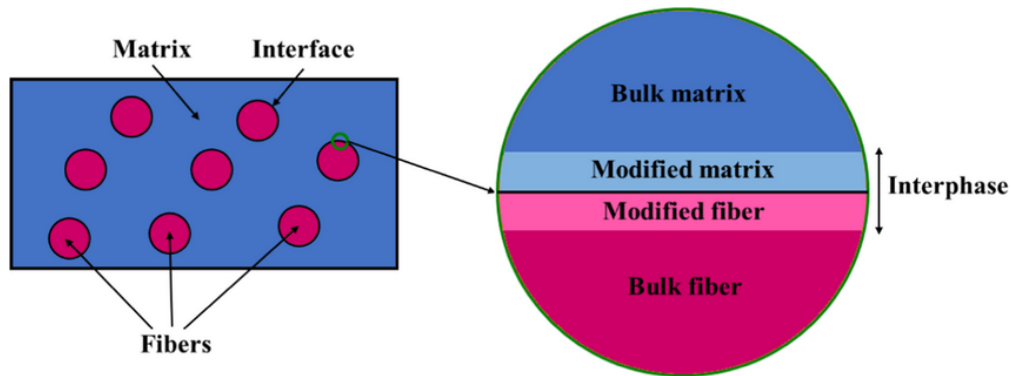


Figura 1.1 Esquema conceptual de la interfaz fibra - matriz en materiales compuestos [6].

Para evaluar esta adhesión interfacial, se han desarrollado diversos métodos experimentales a escala micromecánica. Definida como aquella en la que se estudia la interacción entre un único filamento y la matriz circundante, utilizando equipos de microensayo de alta precisión y sistemas de registro especializados. Entre los que destacan el *Single-Fiber Pull-Out Test*, el *Push-Out Test* y el *Microdroplet Test*. Estos ensayos han sido ampliamente documentados y normalizados, permitiendo obtener estimaciones de la IFSS. No obstante, su aplicación sobre fibras individuales presenta limitaciones importantes: alta dispersión de resultados, poca representatividad frente al comportamiento real de hebras de fibras (una hebra corresponde aproximadamente a 3000 filamentos, cada uno con un diámetro típico cercano a $7\ \mu\text{m}$) y dificultad para escalar a configuraciones prácticas de ingeniería [7]. En este ámbito, la reciente **ISO 19375:2024** consolida criterios para el *single-fibre pull-out* (alineación, control geométrico y reducción de datos), lo cual refuerza las buenas prácticas que pueden trasladarse a otros montajes [8]. Asimismo, la literatura destaca que la IFSS obtenida suele ser una *medida aparente* condicionada por estados de tensión no uniformes, por lo que se recomienda explicitar el modelo de reducción utilizado y, cuando sea posible, corroborar tendencias con métricas complementarias [5, 9].

En este contexto, el *Fiber-Bundle Pull-Out Test* (FBPO) se presenta como una alternativa experimental de gran potencial. Este ensayo se sitúa en la mesoescala, es decir, entre el nivel micromecánico (un solo filamento) y el nivel macroscópico (laminados o componentes

estructurales). En la mesoescala se estudia el comportamiento de una hebra completa, lo que permite capturar la interacción colectiva fibra - matriz. Esto otorga mayor robustez estadística a los resultados, ya que se reduce la dispersión asociada a variaciones individuales de cada filamento. De Leon et al. [10] propusieron un método de fabricación escalable para probetas de FBPO, utilizando moldes multicavidad y dispositivos de alineación geométrica, lo que garantiza control en la longitud de embebido, mejorando la repetibilidad y permitiendo la producción de grandes lotes de muestras. Dicho avance abre la posibilidad de implementar este ensayo en laboratorios convencionales y de generar datos sistemáticos para estudios comparativos de adhesión. Mientras que [11] mostraron que un FBPO mejorado entrega valores de IFSS coherentes con métodos micromecánicos y que la ruta de curado (p.ej., microondas) puede reducir tiempos de fabricación sin sacrificar desempeño.

Asimismo, la implementación del FBPO encuentra respaldo en normativas afines que, aunque fueron desarrolladas para fibras individuales o hilos, ofrecen criterios *transferibles* a la mesoescala. En particular, la **DIN SPEC 19289** para *single-fibre pull-out* pone énfasis en la alineación axial, el control geométrico (definición y verificación de la longitud embebida ℓ_e), la velocidad de ensayo y la reducción de datos, además de pautas de trazabilidad (identificación de probetas, lote de fibra y resina) y criterios de validez/invalidación de ensayos (por ejemplo, deslizamiento en mordazas o daño del bloque) [7]. Estos elementos son directamente adaptables al FBPO: i) fijación y verificación metrológica de ℓ_e por topes y testigos, ii) tolerancias para paralelismo/asiento del bloque y coaxialidad hebra – carga, iii) estandarización de la velocidad de cruceta, y iv) reporte de incertidumbre asociada a la determinación de P^* (despegue) y del área embebida A_e .

Complementariamente, normas de ensayo de hilos como **ISO 3341** aportan prácticas de sujeción, acondicionamiento (temperatura/humedad) y pretensión que mejoran la repetibilidad cuando la unidad ensayada es una hebra completa; estas prácticas se pueden extrapolar al FBPO para minimizar fenómenos como el *bundle scattering* o el daño por mordazas [12]. Por su parte, **DIN 29965** entrega especificaciones del hilo de carbono relevantes para trazabilidad de materiales (designación del hilo, masas lineales, requisitos de calidad), lo que facilita documentar la equivalencia entre proveedores y el control del *sizing* de fábrica utilizado en las probetas [13]. En conjunto, estas guías permiten definir una hoja de ruta de QA/QC (Aseguramiento de Calidad (*Quality Assurance, QA*) y Control de Calidad (*Quality Control, QC*)) en FBPO: identificación unívoca de probetas, registro de cavidad/molde, control ambiental previo al ensayo y criterios explícitos de aceptación.

De forma más reciente, la **ISO 19375:2024** estandariza el *single-fibre pull-out* con lineamientos modernos de **alineación, geometría y reducción** (incluida la recomendación de declarar supuestos y limitar la interpretación de la IFSS a una medida *aparente* bajo el modelo adoptado), lo cual es especialmente útil para explicitar el procedimiento de cálculo que se emplea en FBPO [8]. Como referencia adicional de **normalización de “extracción” y corte aparente** en materiales pultruidos, **ASTM D4475** muestra cómo se estructuran los apartados de *aparejos, calibración, tasa de carga y tratamiento de datos/criterios de reporte*; si bien no es un método pull-out polimérico, resulta valioso para discutir **escalas y control de variables** en configuraciones análogas [14]. En este trabajo, el FBPO se *inspira* en estas normas para definir tolerancias geométricas, condiciones de ensayo y un esquema de reporte reproducible, manteniendo claro que la IFSS obtenida es *aparente* y dependiente del modelo de reducción utilizado.

Adicionalmente, como etapa de verificación, la validez de los resultados del presente trabajo se reforzará mediante su comparación con otros ensayos desarrollados a mesoescala, particu-

larmente el ensayo de Iosipescu y los ensayos de tracción de hebras a 45° y 90°, los cuales han sido utilizados previamente para estimar la resistencia al corte interfacial en configuraciones más representativas. De esta manera, el *Fiber-Bundle Pull-Out Test* se analizará no solo como técnica complementaria a los métodos micromecánicos tradicionales, sino también en relación con metodologías meso ya reportadas en la literatura [10].

De forma complementaria, se incorporará un análisis morfológico post - ensayo mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) como herramienta cualitativa para la interpretación del comportamiento interfacial [15]. La observación de la superficie de las fibras luego del ensayo permitirá verificar tendencias asociadas a los mecanismos de falla y reforzar la interpretación física de los valores de IFSS aparente obtenidos mediante FBPO. En conjunto, este enfoque permitirá contrastar los resultados con métodos de referencia y métricas complementarias, preservando la trazabilidad y las buenas prácticas inspiradas en ISO/DIN/ASTM [7, 8, 12–14].

1.2 Alcance

El presente trabajo se enmarca en la implementación experimental del ensayo *Fiber-Bundle Pull-Out* (FBPO) en materiales compuestos, con el objetivo de caracterizar la adhesión fibra - matriz a nivel de mesoescala. El alcance de la investigación considera el diseño y fabricación de mordazas, moldes y probetas mediante modelado CAD y técnicas de manufactura, la ejecución de ensayos bajo condiciones controladas en máquina de tracción, y el análisis estadístico de los resultados mediante análisis de varianza (ANOVA). Esta técnica permite identificar diferencias significativas entre distintas condiciones experimentales, lo que contribuirá a la obtención de resultados confiables y representativos sobre la resistencia al corte interfacial. De esta forma, se busca establecer un protocolo experimental reproducible que permita evaluar de manera representativa la resistencia al corte interfacial. Se reportará explícitamente la **IFSS** aparente (**FBPO**) indicando el modelo de reducción adoptado y se considerará, cuando sea pertinente, una *verificación de tendencia* con métricas complementarias. Para aislar el efecto del recubrimiento, todas las probetas emplearán la misma resina y la misma hebra de fibra nominal proveniente de dos proveedores, de modo de estudiar el impacto del *sizing* de fábrica.

Este estudio se limita al análisis experimental en laboratorio y no contempla el desarrollo de modelos numéricos, la evaluación de componentes estructurales a escala industrial ni el estudio de efectos de degradación ambiental como fatiga o envejecimiento. El horizonte temporal de ejecución corresponde a un período de cuatro meses, en el cual se espera generar un procedimiento validado y transferible que complemente las metodologías convencionales de caracterización interfacial. Las prácticas de ensayo y trazabilidad se inspirarán en **ISO 19375**, **DIN SPEC 19289**, **ISO 3341** y **DIN 29965**, con el objeto de reforzar la repetibilidad y la comparabilidad interlaboratorio [7, 8, 12, 13].

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo General

Implementar el ensayo *Fiber-Bundle Pull-Out* (FBPO) en materiales compuestos, para determinar la resistencia al corte interfacial (IFSS) aparente y evaluar su aplicabilidad como técnica confiable de caracterización de la adhesión fibra-matriz.

1.3.2 Objetivos Específicos

- **OE1:** Diseñar y preparar el ensayo FBPO a mesoescala, mediante modelado CAD de los dispositivos de sujeción, moldes y probetas, con el fin de asegurar la reproducibilidad de los ensayos.
- **OE2:** Implementar el ensayo *Fiber-Bundle Pull-Out* en materiales compuesto, utilizando equipos de tracción instrumentados, para obtener parámetros experimentales de IFSS aparente.
- **OE3:** Analizar los resultados experimentales mediante métodos estadísticos (ANOVA) y compararlos con antecedentes bibliográficos, para evaluar la validez del método como técnica de caracterización a mesoescala.

1.4 Propuesta metodológica

La metodología propuesta se estructura en tres fases principales, coherentes con los objetivos planteados. En primer lugar, se desarrollará el diseño y fabricación del sistema experimental a mesoescala, que comprende mordazas, moldes y probetas. Este proceso se concibe como iterativo: los primeros prototipos permitirán identificar fallas o limitaciones y se rediseñarán hasta alcanzar una configuración robusta y reproducible.

En una segunda etapa se llevará a cabo la implementación del ensayo *Fiber-Bundle Pull-Out*, utilizando las probetas fabricadas y un equipo de tracción instrumentado bajo condiciones controladas.

Finalmente, en la tercera etapa se procesarán y analizarán los resultados mediante técnicas estadísticas, en particular ANOVA, con el objetivo de identificar diferencias significativas entre condiciones de ensayo y contrastar los hallazgos con antecedentes bibliográficos. Se controlarán variables críticas de ejecución (alineación axial, longitud embebida, velocidad de ensayo y criterio de muestra válida) y se documentarán las tolerancias. El análisis estadístico incluirá prueba de normalidad y ANOVA o alternativas no paramétricas según proceda, con intervalos de confianza para la pendiente de reducción. Cuando sea pertinente, se incorporará evidencia superficial/interfacial para explicar diferencias entre proveedores de fibra [4, 5].

La Fig. 1.2 resume gráficamente estas tres fases y su relación con los objetivos específicos.

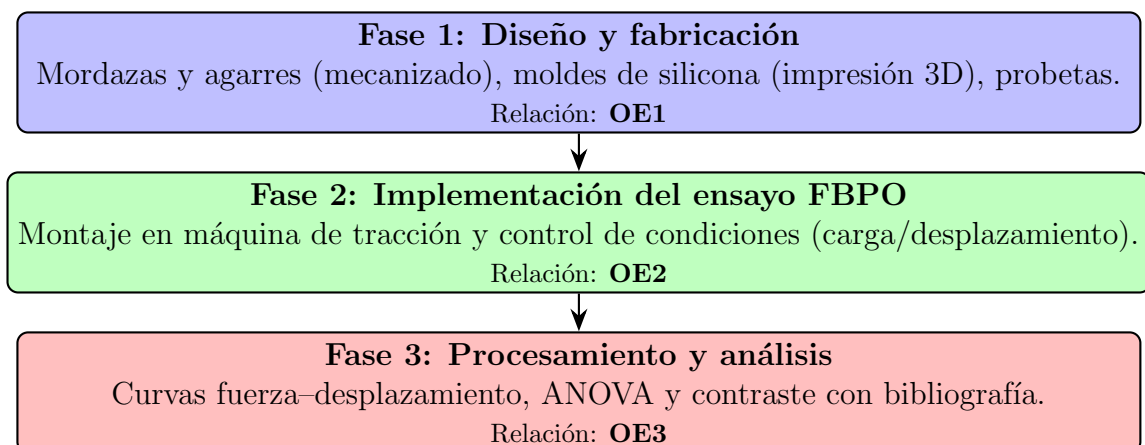


Figura 1.2 Esquema simplificado de la metodología propuesta y su relación con los OE.

2 Estado del Arte y Marco Teórico

2.1 Estado del Arte

El estudio de la adhesión fibra - matriz en materiales compuestos ha sido principalmente abordado mediante ensayos a escala micromecánica, los cuales permiten caracterizar la resistencia al corte interfacial (*Interfacial Shear Strength*, IFSS) de fibras individuales embebidas en una matriz polimérica. Entre los métodos más utilizados destacan el *Single-Fiber Pull-Out Test*, el *Push-Out Test* y el *Microdroplet Test* [3, 16, 17]. Estos ensayos han demostrado ser efectivos para estimar la fuerza de adhesión a nivel de un filamento, pero presentan limitaciones importantes: alta dispersión de los resultados, baja representatividad frente a la interacción colectiva de fibras, y dificultad para escalar a configuraciones de ingeniería práctica [5, 7].

En años recientes, la **ISO 19375:2024** ha consolidado criterios para el *single-fibre pull-out* (control de alineación, geometría y reducción de datos), reforzando buenas prácticas que pueden transferirse a otras configuraciones [8]. En paralelo, varias revisiones subrayan que la IFSS obtenida es una *métrica aparente* sensible al estado de tensiones no uniforme, al acoplamiento normal - corte y al modelo de reducción empleado; por ello, se recomienda explicitar el procedimiento de cálculo y corroborar tendencias con métricas complementarias cuando sea pertinente [4, 5, 9].

Para superar estas limitaciones, se ha desarrollado el *Fiber-Bundle Pull-Out Test* (FBPO), que permite extraer hebras completas de fibras (aproximadamente 3000 filamentos por hebra) embebidas en la matriz [10]. Al trabajar en la mesoescala, este método captura de manera más representativa la interacción colectiva fibra - matriz, reduciendo la dispersión de los resultados y aumentando la robustez estadística. De León et al. describen un procedimiento escalable basado en moldes multicavidad y dispositivos de alineación geométrica, asegurando un control preciso de la longitud de embebido y permitiendo la producción repetible de probetas homogéneas.

Adicionalmente, se ha mostrado que configuraciones FBPO mejoradas logran consistencia con métodos micromecánicos (microbond/pull-out) y que la ruta de curado puede reducir tiempos manteniendo o mejorando el desempeño interfacial, siempre que se controle el grado de curado [11]. Para sistemas de fibras cortas y termoplásticos, estudios de *push-out* a microescala también han servido como referencia para entender cómo la “IFSS verdadera” puede diferir de la aparente por distribuciones de tensión y confinamiento [5].

Además, la implementación de ensayos FBPO puede apoyarse en normativas existentes para fibras individuales o hilos textiles, cuyas recomendaciones son transferibles a la mesoescala. La **DIN SPEC 19289** establece procedimientos estandarizados para el *single-fiber pull-out*, enfatizando el control geométrico y la alineación durante el ensayo. La **ISO 3341** proporciona lineamientos para la tracción de hilos de vidrio, incluyendo prácticas de sujeción y acondicionamiento que pueden aplicarse a hebras completas. Por último, la **DIN 29965** define especificaciones para hilos de carbono en aplicaciones aeroespaciales, relevantes para la trazabilidad del material utilizado en probetas [7, 12, 13]. La **ISO 19375:2024** aporta lineamientos adicionales de alineación y validez para *single-fibre pull-out*, útiles para inspirar configuraciones FBPO, mientras que **ASTM D4475** ilustra criterios de normalización de metodologías de corte aparente en compuestos pultruidos.

Más allá del montaje, la literatura enfatiza fuentes de variabilidad que afectan la comparación entre estudios: (i) longitud embebida ℓ_e y su dispersión real; (ii) velocidad de ensayo y *rate effects* sobre la fricción post - despegue; (iii) condición de superficie y *sizing* (química,

espesor, energía superficial); y (iv) criterios de identificación de la carga de despegue P^* y del área embebida efectiva A_e [4, 5, 9]. Los estándares citados ofrecen listas de verificación transferibles al FBPO, las cuales permiten reducir dispersión y mejorar trazabilidad mediante control de pretensión, bloqueo geométrico y reporte sistemático de tolerancias.

Desde el punto de vista mecánico, el comportamiento interfacial durante un ensayo de tipo *pull-out* suele representarse mediante una curva fuerza - desplazamiento característica, la cual permite identificar distintas etapas del proceso de despegue y extracción de la fibra o hebra. La Fig. 2.1 ilustra de manera esquemática una respuesta típica, donde se distinguen una etapa inicial elástica con interfaz intacta, el inicio y propagación del despegue interfacial, y una etapa posterior dominada por fricción post - despegue.

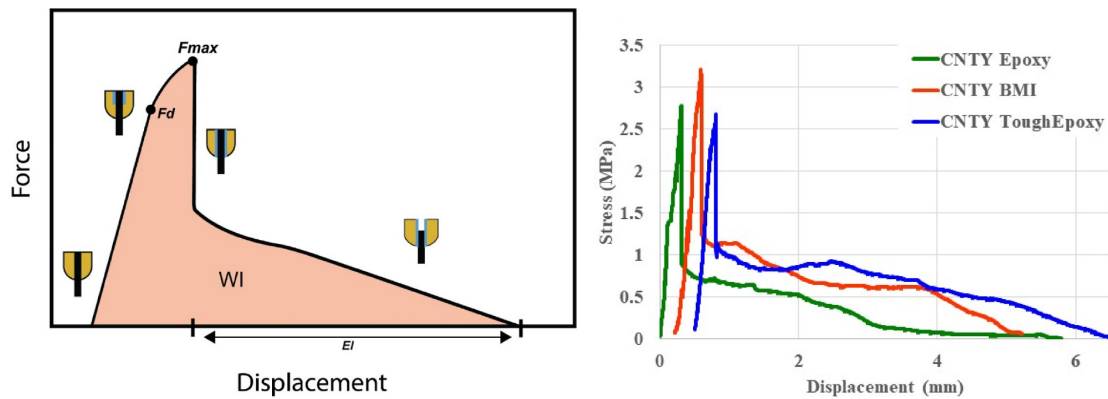


Figura 2.1 Ejemplo esquemático (izq) y experimental (der) de una curva fuerza - desplazamiento típica de un ensayo tipo pull-out [10].

A nivel histórico, el desarrollo de métodos experimentales para cuantificar la adhesión fibra - matriz ha evolucionado desde los primeros microbond en los años 80, pasando por la consolidación del *single-fibre pull-out* en los 90, el avance de técnicas ópticas/SEM/AFM en los 2000 y la incorporación de modelos shear - lag enriquecidos en la década de 2010. Desde 2015, los métodos mesoscópicos como FBPO se posicionan como alternativas más representativas para estudiar adhesión en hebras completas [10].

Los distintos ensayos aportan ventanas complementarias al fenómeno interfacial. El microbond representa despegue altamente localizado; el *single-fibre pull-out* permite controlar ℓ_e ; el *push-out* revela efectos de confinamiento; y el FBPO introduce mecanismos colectivos de fricción y redistribución de carga. No existe equivalencia directa entre sus valores, ya que difieren sus estados tensionales, sensibilidad geométrica y escalas de medida.

El **sizing** emerge como el factor más determinante de la adhesión. A nivel químico regula la energía superficial y humectación; a nivel microestructural define rugosidad, espesor y continuidad de la capa; y en mesoescala controla la compactación de la hebra, el *wicking* y la fricción colectiva. De León et al. demostraron mediante SEM/AFM que diferencias entre proveedores pueden modificar sistemáticamente los modos de falla y la fricción post - despegue [10].

El escalamiento micro \rightarrow meso \rightarrow macro es central para comprender la IFSS moderna: la micromecánica captura mecanismos locales; la mesomecánica (FBPO) captura efectos colectivos; y los ensayos estructurales permiten validar tendencias en configuraciones reales. En este sentido, FBPO actúa como un puente entre lo local y lo estructural, aportando valores más representativos que un filamento individual.

Finalmente, la variabilidad experimental sigue siendo un desafío. La literatura moderna recomienda un tratamiento estadístico explícito: ANOVA, intervalos de confianza, bloqueos por cavidad y verificación de supuestos. El FBPO, gracias a su naturaleza multicavidad, permite tamaños muestrales significativamente mayores que los ensayos micromecánicos tradicionales.

2.1.1 Valores reportados en la literatura

El *review* más reciente sobre adhesión fibra - matriz [4] compila los rangos típicos de IFSS reportados para configuraciones micro, meso y macroscópicas en sistemas carbono/epoxi y vidrio/epoxi. En general, los métodos micromecánicos presentan los valores más altos debido al confinamiento geométrico y al estado tensional no uniforme, mientras que los métodos mesoscópicos (como FBPO) entregan valores más moderados pero de mayor representatividad estadística.

Estos rangos reflejan claramente la disminución progresiva de la IFSS aparente al pasar de escalas micromecánicas a mesoscópicas y finalmente a ensayos estructurales. La Fig. 2.2 resume estos valores mediante un boxplot, lo que permite visualizar simultáneamente la amplitud del rango reportado y las diferencias sistemáticas entre métodos. Este comportamiento coincide con los valores de la literatura actual [3–5, 9–11, 18–21], quien destaca que los ensayos a microescala tienden a sobreestimar la adhesión debido a restricciones geométricas que no representan adecuadamente la interacción colectiva de una hebra completa.

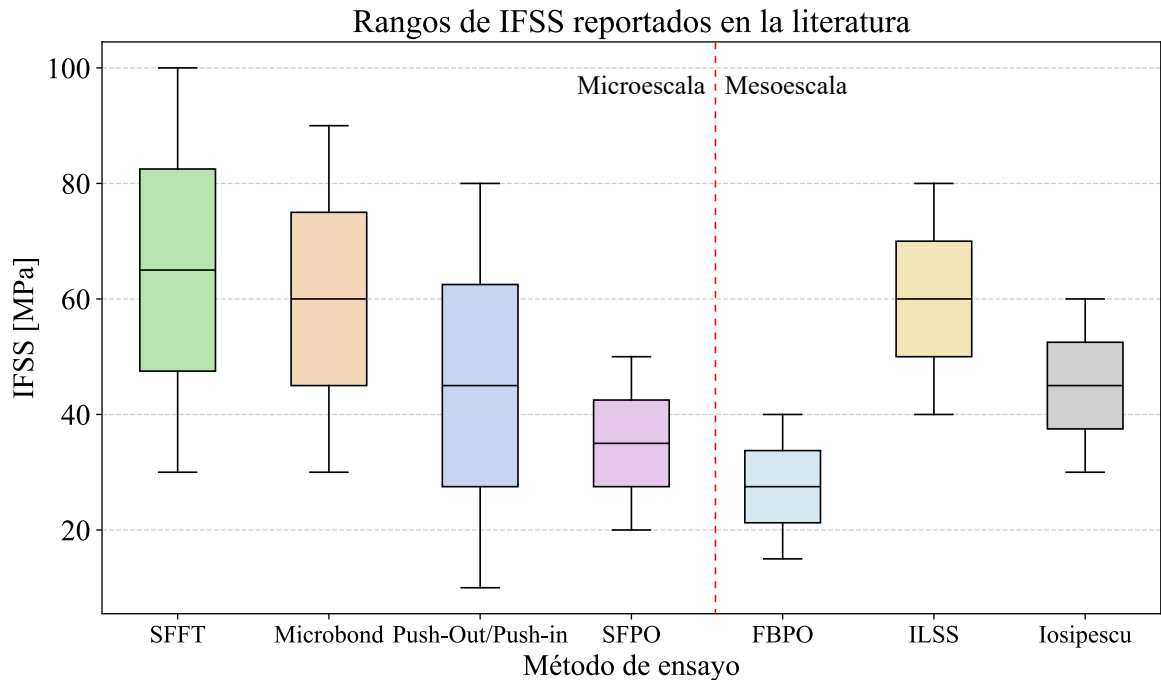


Figura 2.2 Rangos de IFSS reportados para distintos métodos de ensayo [3–5, 9–11, 18–21].

Discusión. El FBPO se sitúa en una escala intermedia que permite reducir la elevada dispersión típica de los ensayos micromecánicos convencionales sin perder sensibilidad hacia los mecanismos fundamentales de la interfase. Sin embargo, la $\tau_{IFSS,ap}$ obtenida continúa siendo un parámetro dependiente del método, condicionado por el modelo de reducción empleado ($P^* - A_e$), la longitud embebida ℓ_e , el perímetro efectivo d_{eq} y la historia de procesamiento

(curado, rugosidad, *sizing*). Los valores de FBPO no son directamente comparables con microbond, *pull-out* ni *push-out*, pues cada método ilumina diferentes mecanismos interfaciales.

Esta dependencia refuerza la necesidad de interpretar resultados desde un enfoque multi-escala: la micromecánica captura fenómenos locales de adhesión, mientras que FBPO incorpora mecanismos colectivos como fricción residual, redistribución de carga y variabilidad topológica de la hebra. A nivel estructural, estas propiedades emergentes condicionan la tenacidad interlaminar y el desempeño transversal del laminado.

El *sizing* es uno de los factores más influyentes en la IFSS aparente. La evidencia de De León et al. muestra que la morfología post - ensayo y la fricción residual permiten discriminar entre interacciones interfaciales fuertes y débiles, imponiendo la necesidad de caracterizar superficie y registrar lote/proveedor para aislar efectos reales.

La variabilidad experimental requiere un enfoque estadístico explícito: regresiones con intervalos de confianza, análisis ANOVA, bloqueos por cavidad/lote y verificación de supuestos. El FBPO es especialmente adecuado para esta aproximación debido a su escalabilidad y capacidad de generar grandes tamaños muestrales.

Persisten brechas abiertas: ausencia de modelos universales que integren adhesión, fricción y topología de la hebra; falta de criterios estandarizados para definir P^* ; y necesidad de profundizar en modelos fisicoquímicos que describan el rol del *sizing*. El presente trabajo replica y adapta la metodología multicavidad propuesta por [10] para comparar dos proveedores de la misma fibra en idéntica resina, generando evidencia reproducible y trazable sobre la influencia del recubrimiento de fábrica en la adhesión fibra - matriz a mesoescala.

2.2 Marco Teórico

El marco teórico tiene como objetivo proporcionar los conceptos fundamentales que sustentan la implementación del ensayo *Fiber-Bundle Pull-Out* (FBPO) y la interpretación de los resultados obtenidos.

2.2.1 Interfaz fibra - matriz

La interfaz fibra - matriz se define como la región de contacto entre los filamentos de refuerzo y la matriz polimérica en un material compuesto. Esta zona es crucial, ya que permite la transferencia de esfuerzos desde la matriz hacia las fibras, determinando el comportamiento mecánico global del material. La calidad de la interfaz influye directamente en propiedades tales como la rigidez, resistencia y tenacidad del compuesto, y un fallo en esta región puede conducir a una disminución significativa de la vida útil de los componentes estructurales [1,2].

Desde un punto de vista micromecánico, la interfaz actúa como el elemento de acoplamiento que controla la eficiencia de la transferencia de carga entre dos fases con propiedades mecánicas marcadamente distintas. Una interfaz débil puede provocar deslizamiento prematuro de las fibras, mientras que una interfaz excesivamente fuerte puede favorecer la iniciación de grietas frágiles en la matriz, reduciendo la capacidad de disipación de energía del material compuesto. En este sentido, la interfaz fibra - matriz no solo debe ser resistente, sino también capaz de acomodar deformaciones relativas de manera controlada.

La contribución química está asociada a la compatibilidad entre los grupos funcionales presentes en la superficie de la fibra (generalmente introducidos mediante el *sizing*) y la matriz polimérica. En sistemas carbono/epoxi, esta adhesión depende de la presencia de grupos reactivos capaces de establecer enlaces covalentes o interacciones secundarias estables durante

el curado de la resina. Una adecuada compatibilidad química favorece el mojado de la fibra, reduce la energía interfacial y aumenta la resistencia al inicio del despegue [4, 5].

El anclaje mecánico, por su parte, está relacionado con la topografía superficial efectiva de la fibra y con la capacidad de la matriz para penetrar irregularidades, defectos o rugosidades a escala micro y submicrométrica. Este mecanismo contribuye a la resistencia interfacial incluso en ausencia de enlaces químicos fuertes, y su efecto es particularmente relevante en fibras con tratamientos superficiales oxidativos o con *sizing* que modifica la rugosidad efectiva [4]. La magnitud de este aporte depende tanto de la morfología superficial de la fibra como de la viscosidad y cinética de curado de la matriz.

Finalmente, la fricción post - despegue domina el comportamiento una vez que se ha producido la pérdida del anclaje químico y/o mecánico inicial. En esta etapa, la resistencia al deslizamiento relativo entre fibra y matriz está gobernada por la presión normal en la interfaz, la rugosidad superficial y el confinamiento local impuesto por la matriz circundante. Este mecanismo es especialmente relevante en ensayos de tipo *pull-out* y, en particular, en configuraciones a mesoescala como el Fiber-Bundle Pull-Out, donde la interacción colectiva de múltiples filamentos amplifica el efecto friccional.

En términos microestructurales, puede existir una zona de interfase caracterizada por gradientes de composición y propiedades, influenciada por la química del *sizing*, su espesor y la energía superficial de la fibra. Esta región intermedia condiciona la iniciación del despegue interfacial y el modo de falla observado, que puede ser cohesivo en la matriz, cohesivo en la interfase o adhesivo en la superficie de la fibra [4, 5].

Operativamente, estas características se reflejan en la respuesta mecánica medida durante los ensayos de caracterización interfacial. La carga de despegue P^* está fuertemente asociada a la tenacidad química y mecánica de la interfase, mientras que el tramo post - despegue de la curva fuerza - desplazamiento depende del confinamiento local y de la fricción fibra - matriz, ambos sensibles al estado superficial y a la longitud embebida ℓ_e . En consecuencia, diferencias en el *sizing* entre proveedores (aun cuando se emplee la misma fibra nominal y la misma matriz) pueden modificar el mojado, la adhesión química y la fricción efectiva, alterando tanto la forma de la curva fuerza - desplazamiento como la IFSS aparente estimada mediante modelos de reducción basados en P^* y el área embebida [4, 5].

En lo experimental, la observación microestructural post - ensayo constituye una herramienta complementaria para interpretar los mecanismos que gobiernan la adhesión fibra - matriz. En particular, la microscopía electrónica de barrido (SEM) permite analizar la morfología superficial de las fibras extraídas, identificar restos de matriz adherida, zonas de deslizamiento, daño superficial y evidencias del modo de falla interfacial. Estas observaciones no proporcionan una medida directa de la IFSS, pero aportan evidencia cualitativa relevante para distinguir entre adhesión química, anclaje mecánico y fricción post - despegue.

Diversos estudios han utilizado SEM como apoyo interpretativo en ensayos de tipo pull-out y Fiber-Bundle Pull-Out, mostrando su utilidad para vincular diferencias en la respuesta mecánica con cambios en la topografía superficial, el estado del *sizing* y la morfología de la interfase tras el despegue [5, 10]. En este sentido, la caracterización SEM se integra como una herramienta auxiliar para respaldar la interpretación de tendencias observadas en la IFSS aparente.

La Fig. 2.3 presenta un ejemplo de micrografía obtenida mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), correspondiente a la superficie de fractura de un material compuesto reforzado con fibras. Este tipo de imágenes permite ilustrar el uso del SEM como herramienta

para la observación de características morfológicas de la interfaz fibra - matriz a escala micrométrica.

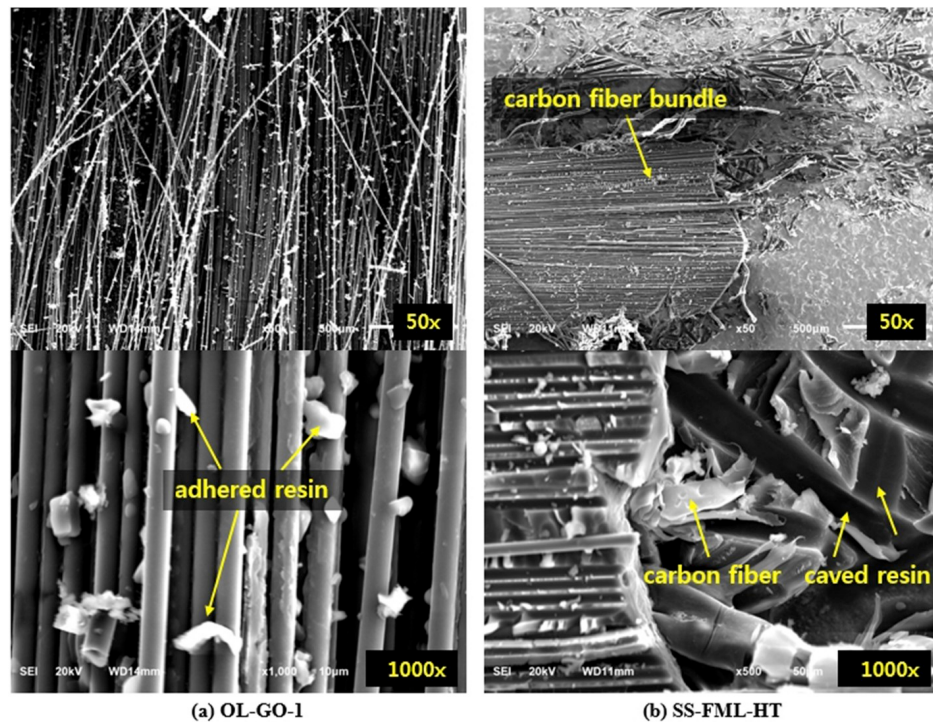


Figura 2.3 Ejemplo de micrografía SEM de una superficie de fractura en un material compuesto reforzado con fibras [15].

2.2.2 Resistencia al corte interfacial (IFSS)

La *Interfacial Shear Strength* (IFSS) describe la capacidad de la interfaz fibra - matriz para resistir el deslizamiento relativo entre ambas fases bajo sollicitación de corte. Este parámetro se utiliza ampliamente como indicador del nivel de adhesión interfacial y de la eficiencia en la transferencia de carga desde la matriz hacia el refuerzo. En la práctica, la IFSS no se mide de forma directa, sino que se estima a partir de ensayos mecánicos a escala micro o meso, entre los que destacan el *single-fibre pull-out*, el *microbond* y, a mesoescala, el *fiber-bundle pull-out* (FBPO) [3, 10]. Su magnitud orienta el diseño y la optimización de materiales compuestos, ya que condiciona el inicio del despegue interfacial, la longitud efectiva de transferencia de carga y, en consecuencia, la respuesta mecánica global del material.

Desde un punto de vista conceptual, la IFSS debe interpretarse como un parámetro operativo más que como una propiedad intrínseca de la interfaz. Su valor depende del modo de carga, del estado de tensiones real en la interfase y de los supuestos adoptados para reducir la respuesta experimental a una magnitud escalar representativa. En particular, los ensayos de *pull-out* y *microbond* inducen campos de tensiones no uniformes a lo largo de la longitud embebida, con concentraciones locales que dificultan una interpretación estrictamente local del esfuerzo de corte interfacial [3, 11].

En el caso del ensayo FBPO, la IFSS reportada se considera una medida *aparente*, ya que representa un promedio efectivo de los mecanismos interfaciales activos durante el despegue de la hebra de fibras. La estimación de este parámetro depende del modelo de reducción adoptado para convertir la señal fuerza - desplazamiento en un valor de adhesión interfacial, así como de la definición operativa del punto de despegue en la curva experimental. En la

literatura, es práctica habitual identificar este punto a partir de un cambio de pendiente, un máximo local de carga o un criterio energético, relacionándolo con la extensión de contacto fibra - matriz para obtener una magnitud representativa de la IFSS [5, 9, 10].

Este enfoque enfatiza la comparación de tendencias entre sistemas evaluados bajo condiciones controladas, más que la equivalencia numérica directa con valores obtenidos mediante otros métodos o escalas de ensayo. En este contexto, resulta fundamental informar de manera explícita el procedimiento de cálculo, los supuestos mecánicos asumidos (como la distribución uniforme del esfuerzo cortante o el comportamiento elástico de la matriz) y la incertidumbre asociada a la estimación del parámetro.

La IFSS es altamente sensible a múltiples variables experimentales y de procesamiento. Entre las variables geométricas destacan la longitud embebida, el diámetro efectivo de la hebra y el grado de compactación de la hebra. A nivel de ejecución del ensayo, factores como la alineación, la calidad de la sujeción y la velocidad de carga influyen de manera significativa en la forma de la curva fuerza - desplazamiento y en la identificación del despegue interfacial. Asimismo, variables de proceso tales como la ruta y grado de curado, la contracción de la matriz y las tensiones residuales pueden modificar el estado de tensiones en la interfase.

Las características superficiales de la fibra (particularmente la química, el espesor del *sizing* y la rugosidad efectiva) juegan un rol determinante en la magnitud de la IFSS aparente, al afectar simultáneamente los mecanismos de adhesión química, anclaje mecánico y fricción post - despegue. Por estas razones, se recomienda normalizar en la medida de lo posible la preparación de probetas y el procedimiento de ensayo, así como reportar de forma detallada los parámetros relevantes de geometría, alineación, sujeción y validez del ensayo [5, 8, 9, 11].

Bajo estas premisas, la IFSS aparente obtenida mediante FBPO se consolida como un indicador robusto para evaluar diferencias relativas de adhesión interfacial entre materiales, tratamientos superficiales o condiciones de procesamiento, manteniendo explícito su carácter dependiente del modelo de reducción y de las condiciones experimentales bajo las cuales se determina.

2.2.3 IFSS aparente vs. real

La resistencia al corte interfacial reportada en los ensayos (IFSS) es, en la mayoría de los casos, una *magnitud aparente*. Esto se debe a que su cálculo se basa en modelos de reducción que suponen condiciones idealizadas: distribución uniforme de corte, perímetro constante, ausencia de tensiones normales y contacto perfecto fibra - matriz. En configuraciones reales, estos supuestos no se cumplen estrictamente debido a fenómenos como rugosidad superficial, gradientes de adherencia, infiltración capilar (*wicking*), fricción post - despegue y heterogeneidad en la compactación de la hebra [4, 5].

Por ello, la IFSS calculada representa una combinación efectiva de adhesión química, anclaje mecánico y fricción residual. Su valor depende del método utilizado (microbond, pull-out, push-out, FBPO), de la escala del ensayo y del modelo adoptado para interpretar la curva fuerza - desplazamiento. En este contexto, la comparación de IFSS entre distintos métodos no debe realizarse en términos absolutos, sino interpretando *tendencias bajo condiciones controladas* y especificando siempre el modelo y supuestos utilizados en la reducción de datos.

Desde un punto de vista físico, una IFSS “real” (entendida como el esfuerzo cortante local intrínseco en la interfase) resulta difícil de definir experimentalmente, dado que el estado

de tensiones durante el despegue no es uniforme ni estrictamente cortante. En ensayos de extracción, el esfuerzo interfacial varía a lo largo de la longitud embebida y evoluciona durante el proceso de carga, coexistiendo regiones adheridas, zonas en transición y tramos dominados por fricción. Como consecuencia, el parámetro IFSS obtenido corresponde a un promedio efectivo asociado al evento de despegue y al modelo de reducción adoptado.

En este marco, la IFSS aparente debe interpretarse como una métrica comparativa, adecuada para evaluar diferencias relativas de adhesión interfacial entre sistemas fibra - matriz ensayados bajo un mismo protocolo experimental. Su utilidad radica en la capacidad de capturar cambios sistemáticos asociados a variaciones de *sizing*, condiciones de curado o preparación superficial, más que en la obtención de un valor absoluto independiente del método. Esta distinción es particularmente relevante en ensayos a mesoescala como el Fiber-Bundle Pull-Out, donde la interacción colectiva de múltiples filamentos refuerza el carácter efectivo del parámetro medido.

2.2.4 Mecanismos de falla interfacial

El despegue fibra - matriz corresponde a un proceso complejo que involucra la interacción de mecanismos químicos, mecánicos y friccionales, cuya activación depende tanto de las propiedades intrínsecas de la interfase como de las condiciones geométricas y de carga impuestas durante el ensayo. En la práctica, estos mecanismos no actúan de manera aislada, sino que pueden manifestarse de forma secuencial o simultánea a lo largo de la longitud embebida, dando lugar a una respuesta mecánica global que integra múltiples contribuciones.

El despegue fibra - matriz puede involucrar diversos mecanismos que se manifiestan de forma secuencial o simultánea:

- **Falla adhesiva:** ocurre en la superficie de la fibra cuando la química del *sizing* o la humectación son insuficientes. La carga cae abruptamente al perderse el anclaje químico inicial.
- **Falla cohesiva en la interfase:** el desgarro se produce en una capa interfacial modificada (zona rica en *sizing*, regiones con reticulación parcial o gradientes fisicoquímicos). Este mecanismo indica la presencia de una “zona de transición” entre fibra y matriz.
- **Falla cohesiva en la matriz:** la grieta se propaga dentro de la resina adyacente, típica de matrices frágiles o con tensiones residuales elevadas. Puede aumentar la carga de despegue aparente aun cuando la adhesión no sea alta.
- **Deslizamiento friccional post - despegue:** tras la pérdida de anclaje químico, la interacción está dominada por presión normal, rugosidad superficial y compactación de la hebra. La fricción puede contribuir significativamente a la carga medida, especialmente en FBPO donde miles de filamentos participan colectivamente [10].

La curva fuerza - desplazamiento permite identificar cualitativamente estos mecanismos: una pendiente inicial asociada al acoplamiento interfacial, un punto de despegue P^* , una caída abrupta de carga y un régimen posterior dominado por fricción. La forma relativa de estos tramos, así como la magnitud de P^* , depende del equilibrio entre adhesión química, anclaje mecánico y fricción, y puede variar significativamente entre sistemas fibra - matriz con químicas o tratamientos superficiales distintos.

La coexistencia de mecanismos explica por qué la IFSS aparente no representa estrictamente una propiedad intrínseca del material, sino una respuesta efectiva del sistema fibra - interfase

- matriz, sensible tanto a la naturaleza de la interfase como a la configuración del ensayo. En ensayos a mesoescala como el Fiber-Bundle Pull-Out, la contribución friccional post - despegue puede adquirir un peso relevante debido a la interacción colectiva de múltiples filamentos, reforzando la necesidad de interpretar la IFSS en términos comparativos y bajo protocolos experimentales consistentes.

2.2.5 Escalas de estudio

La caracterización de la adhesión fibra - matriz puede abordarse desde distintas escalas de estudio, cada una de las cuales enfatiza aspectos específicos del fenómeno interfacial (Fig. 2.4). La elección de la escala determina el tipo de información obtenida, el grado de representatividad del material compuesto real y la complejidad del estado de tensiones involucrado. En este sentido, existe un compromiso inherente entre la sensibilidad a la química y topografía interfacial, propia de los ensayos micromecánicos, y la relevancia estructural asociada a configuraciones de mayor escala.

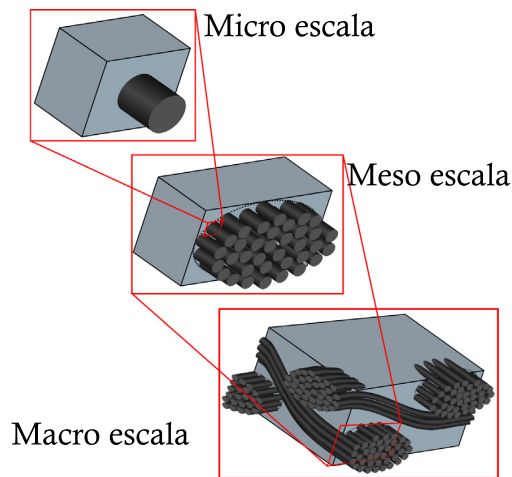


Figura 2.4 Escalas de estudio en materiales compuestos reforzados con fibra [22].

- **Micromecánica:** Se centra en un *filamento individual* embebido en matriz y utiliza montajes de alta precisión (pull-out de un solo filamento, *microbond*, *push-out*). Entrega métricas de adhesión locales (IFSS) con alto control de variables químicas (tipo de *sizing*, funcionalización) y geométricas a microescala [16,17]. Sus *ventajas* son el aislamiento del mecanismo interfacial y la sensibilidad a cambios finos de superficie; sus *limitaciones* incluyen alta dispersión, efectos de borde, daño por sujeción y baja representatividad del comportamiento colectivo de una hebra. Es muy sensible a la alineación, a la longitud embebida y al criterio de identificación del despegue; por ello se beneficia de lineamientos como [7,8] para control geométrico, reducción de datos y validez de muestras. Resulta idónea para *cribado* de recubrimientos y estudios mecánicos de química de interfase.
- **Mesoescala:** Considera una *hebra completa* (típicamente ~ 3000 filamentos) embebida en matriz y representa la interacción *colectiva* fibra - matriz [10]. El *Fiber-Bundle Pull-Out* (FBPO) permite reducir la dispersión y mejorar la robustez estadística respecto de la micromecánica, a la vez que mantiene sensibilidad a la interfase (química del *sizing*, mojado y fricción post - despegue). Sus *ventajas* son la mayor representatividad y la posibilidad de *escalar la fabricación* de probetas (p.ej., moldes multicavidad) para análisis con potencia estadística; sus *desafíos* son el estado de tensiones complejo y la

necesidad de un modelo de reducción explícito (IFSS *aparente*) con buena metrología de longitud embebida y diámetro equivalente de la hebra [5, 9]. Es especialmente útil para comparar proveedores de la misma fibra y resina, evaluar efectos de proceso y curado, y generar datos transferibles a niveles superiores del diseño estructural [10].

- **Macroscópica:** Analiza *laminados o componentes* completos donde interactúan arquitecturas de apilamiento, volumen de fibra, geometría y condiciones de carga reales. Métodos habituales incluyen Iosipescu (corte), ILSS/*short-beam*, tracción $\pm 45^\circ$ y flexión, los resultados integran mecanismos múltiples (matriz, interfaz y arquitectura) y reflejan relevancia de ingeniería. Sus *ventajas* son la aplicabilidad directa y la posibilidad de validar tendencias observadas en micro y mesoescala; sus *limitaciones* incluyen la no unicidad del mecanismo de falla y la dificultad para atribuir cambios exclusivamente a la interfase. Es apropiada para *verificación de coherencia* con FBPO y para estudiar el impacto neto de modificaciones de interfase en el desempeño estructural global [5, 9].

Desde esta perspectiva multiescala, el ensayo Fiber-Bundle Pull-Out se posiciona como un compromiso entre la sensibilidad interfacial propia de la micromecánica y la representatividad de los ensayos macroscópicos. Esta ubicación intermedia permite capturar efectos relevantes de *sizing* y procesamiento con una dispersión reducida y una trazabilidad experimental adecuada, justificando su uso como técnica principal de caracterización en el presente trabajo.

2.2.6 Variables experimentales que afectan la IFSS

La IFSS aparente obtenida a partir de ensayos de caracterización interfacial no depende únicamente de la naturaleza de la interfase fibra - matriz, sino también de un conjunto de variables experimentales que influyen en el estado de tensiones, en la identificación del despegue y en la forma de la curva fuerza - desplazamiento. Un control inadecuado de estas variables puede introducir dispersión adicional y sesgos sistemáticos, dificultando la comparación entre estudios y la interpretación de tendencias asociadas a cambios de material o de proceso. Por esta razón, la identificación, control y reporte explícito de las variables críticas constituye un aspecto central en ensayos de IFSS.

- **Alineación axial (coaxialidad hebra - carga).** Foco en mantener el eje de la hebra coincidente con la línea de carga para evitar momentos y tensiones normales parásitas. Desalineaciones alteran el umbral de despegue y la fricción post - despegue, elevando la dispersión. Control típico: guiado geométrico del molde/*fixture*, superficies de referencia paralelas, pretensión mínima y verificación visual; seguir lineamientos de alineación y validez [7, 8].
- **Longitud embebida (ℓ_e).** Determina la extensión efectiva de contacto fibra - matriz; su variación impacta directamente la carga de despegue y la pendiente usada para estimar la IFSS aparente. Se controla con topes en el molde y se verifica en probetas testigo (inspección óptica); conviene registrar por cavidad para permitir *bloqueo por cavidad* en el análisis [10]. Se recomienda fijar tolerancias explícitas y descartar probetas fuera de especificación.
- **Velocidad de ensayo (tasa de desplazamiento).** Afecta la detección del despegue y la magnitud de la fricción post - despegue (*rate effects*). Debe mantenerse constante dentro de un lote y reportarse con su tolerancia; evitar mezclar tasas en comparaciones directas. Se sugiere verificación previa mediante corrida en vacío y registro de la tasa real de la máquina [5, 8, 9].

- **Criterio de muestra válida.** Define las condiciones mínimas para aceptar un resultado (p. ej., extracción completa de la hebra, ausencia de deslizamiento en mordazas, integridad del bloque y señal fuerza - desplazamiento sin artefactos). Este criterio debe declararse antes de la etapa experimental, junto con causas de descarte y evidencias (fotografías, notas de ensayo), con el fin de reducir sesgos de selección y mejorar la comparabilidad interlaboratorio [7, 8].

La estandarización y el reporte explícito de estas variables (incluidas sus tolerancias y criterios de aceptación) son esenciales para reducir la dispersión experimental, habilitar análisis estadísticos robustos y facilitar la comparación entre estudios. En particular, este control permite aplicar herramientas estadísticas como ANOVA con bloqueo, separando la variabilidad asociada al material de aquella introducida por el montaje o la ejecución del ensayo [5, 7–9].

2.2.7 Ensayos de caracterización interfacial

La caracterización experimental de la adhesión fibra - matriz se ha abordado mediante una variedad de ensayos que difieren en escala, configuración geométrica y estado de tensiones inducido en la interfase. Cada método presenta fortalezas y limitaciones específicas, por lo que la elección del ensayo debe realizarse considerando el objetivo del estudio, el nivel de representatividad buscado y la reproducibilidad requerida. En este contexto, la Fig. 2.5 ilustra los principales ensayos empleados para la medición de la IFSS.

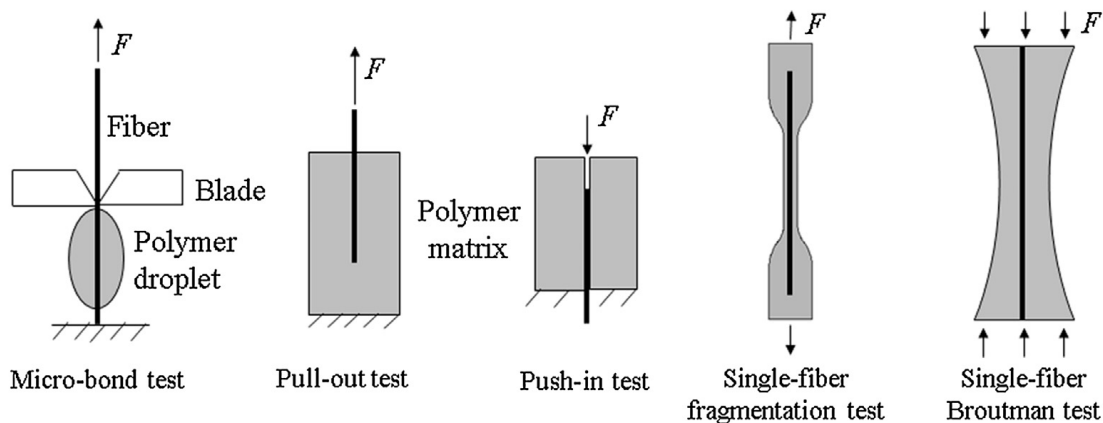


Figura 2.5 Tipos de ensayo para la caracterización interfacial [23].

- **Single-Fiber Pull-Out Test:** Evalúa la adhesión extrayendo un único filamento previamente embebido en una microresina o matriz, con control fino de la longitud de embebido y de la alineación axial. Su principal fortaleza es el acceso directo al fenómeno interfacial y la sensibilidad a cambios de superficie/*sizing*; sin embargo, presenta alta dispersión de resultados por daño de sujeción, variaciones geométricas a microescala y sensibilidad a la identificación del despegue. Requiere una reducción cuidadosa de datos y criterios de validez rigurosos, para lo cual las guías más recientes ayudan a estandarizar alineación, geometría y reporte [7, 8, 16].
- **Push-Out Test:** Determina la resistencia interfacial empujando la fibra hacia fuera desde una microsección pulida del compuesto mediante un indentador controlado, mientras se monitoriza la fuerza de expulsión. Se utiliza principalmente en composites de alta precisión o en estudios donde se busca minimizar artefactos de sujeción del filamento, permitiendo análisis locales e incluso mapeo espacial de la interfase. Entre sus limitaciones se encuentran la preparación de muestras (sección delgada, pulido

controlado), la influencia del confinamiento circundante y la dificultad de extrapolar los resultados a condiciones de tracción a escala mayor [17].

- **Microdroplet Test:** Consiste en depositar microgotas de matriz sobre fibras individuales y medir la fuerza necesaria para deslizar o arrancar la gota, relacionándola con la longitud mojada. Es un método ágil para cribar formulaciones de resina o tratamientos superficiales, con requisitos de utillaje relativamente bajos. Sus principales desafíos son la reproducibilidad de la geometría de las gotas, la correcta medición de la longitud mojada y el control de artefactos por tensión superficial o curvatura de la fibra; como en otros ensayos micromecánicos, la dispersión puede ser elevada y la representatividad frente a hebras completas es limitada [3, 17].
- **Fiber-Bundle Pull-Out Test (FBPO):** Extrae una hebra completa (típicamente miles de filamentos) parcialmente embebida en la matriz, capturando la interacción colectiva fibra-matriz. Esta configuración reduce la dispersión típica de la micromecánica, mejora la robustez estadística y permite estudiar efectos de proceso y de *sizing* con mayor representatividad. Sus retos incluyen el estado de tensiones más complejo, la necesidad de un modelo de reducción explícito (IFSS aparente) y una metrología cuidadosa de la longitud embebida y del diámetro equivalente de la hebra. El uso de moldes multicavidad y alineación geométrica, tal como propone [10], facilita escalabilidad, trazabilidad y comparabilidad entre lotes [5, 10].

En la práctica, la comparación cruzada entre métodos (p. ej., FBPO vs. microbond o pull-out) puede mostrar coherencia de tendencias si se controlan rigurosamente las condiciones de fabricación y de ensayo; no obstante, las magnitudes de IFSS no son directamente intercambiables debido a las diferencias en el estado de tensiones y en la escala de medida [9, 11]. Por ello, se recomienda limitar el análisis a la dirección y magnitud relativa de los efectos (p. ej., impacto del *sizing* o del curado) bajo protocolos armonizados de alineación, geometría, velocidad y criterios de validez [7, 8].

Bajo estas consideraciones, el ensayo Fiber-Bundle Pull-Out se presenta como una alternativa adecuada para estudios comparativos de adhesión interfacial, al combinar una dispersión reducida con una representatividad superior a los ensayos micromecánicos. La posibilidad de aplicar diseños experimentales escalables y análisis estadísticos con bloqueo (p. ej., por cavidad o lote) refuerza su utilidad como técnica principal de caracterización en el presente trabajo [5, 9, 10].

2.2.8 Efecto del *sizing* y la topografía superficial

El recubrimiento superficial aplicado industrialmente a las fibras (*sizing*) constituye uno de los factores más influyentes en la adhesión fibra - matriz, al actuar como interfaz química y mecánica entre ambos constituyentes. Variaciones en su formulación, espesor o estado de curado pueden alterar simultáneamente el mojado, la energía superficial y la topografía efectiva de la fibra, modificando el equilibrio entre adhesión química, anclaje mecánico y fricción durante el despegue interfacial.

Diferencias en el recubrimiento de fábrica (*sizing*) entre proveedores pueden modificar el mojado inicial, la compatibilidad química con la matriz (p. ej., agentes de acoplamiento y grupos funcionales reactivos) y el anclaje mecánico a través de la topografía efectiva; estas variables inciden en la nucleación del despegue y en la fricción post - despegue, alterando la IFSS aparente y la morfología de la curva fuerza - desplazamiento [4, 5]. El espesor y la continuidad del *sizing*, su estado de curado, posibles migraciones durante el curado de

la matriz y la presencia de plastificantes o contaminantes superficiales impactan la energía superficial y las tensiones residuales locales.

A nivel de la hebra, la compactación y el *spreading* de filamentos (grado de apertura o cierre), así como defectos locales (microdaños, contaminación), condicionan la uniformidad de la transferencia de carga y, por ende, la dispersión de P^* y del tramo friccional post - despegue [9]. La rugosidad efectiva —derivada de tratamientos oxidativos, plasma o variaciones de trenzado y encolado— puede incrementar la presión normal efectiva y la fricción, desplazando el equilibrio adhesión - fricción y modificando los modos de falla interfacial.

Para relacionar cambios de interfase con variaciones de adhesión se recurre habitualmente a caracterizaciones complementarias que permiten aislar contribuciones químicas y topográficas. Entre ellas destacan AFM (rugosidad y módulo local), SEM/EDS (morfología y composición elemental), FTIR/XPS (química de superficie), mediciones de ángulo de contacto o energía superficial (mojado) y, cuando es viable, DSC o DMTA para evaluar la historia térmica y el grado de curado de la matriz [4, 5].

En ensayos FBPO, se recomienda documentar de manera sistemática el lote y proveedor de la fibra, el protocolo de acondicionamiento superficial, el historial térmico y mediciones básicas de la hebra (masa lineal y diámetro equivalente). Asimismo, resulta clave establecer criterios de *muestra válida* y un plan estadístico que considere fuentes sistemáticas de variabilidad, como bloqueo por cavidad o por lote, para discernir efectos reales del *sizing* de artefactos de montaje o ejecución [8, 9]. Bajo este enfoque, la IFSS aparente puede interpretarse como un indicador reproducible de tendencias interfaciales, manteniendo explícita su dependencia del modelo de reducción y de las condiciones superficiales y de proceso.

2.2.9 Profundización en el rol del *sizing*

Como se desprende de las secciones anteriores, la IFSS aparente medida experimentalmente integra contribuciones químicas, mecánicas y friccionales, todas ellas fuertemente condicionadas por el estado superficial de la fibra. En este contexto, el *sizing* (el recubrimiento superficial industrial aplicado a las fibras) emerge como un elemento clave en la definición de la respuesta interfacial, al actuar como mediador entre la superficie del refuerzo y la matriz polimérica.

El *sizing* es uno de los factores más influyentes en la adhesión fibra - matriz. Su función principal es compatibilizar la superficie de la fibra con la química de la matriz y proteger los filamentos durante el manejo; sin embargo, su impacto en la IFSS proviene de múltiples niveles:

- **Nivel químico:** grupos funcionales específicos promueven la humectación y la reactividad con la matriz (p. ej., agentes de acoplamiento en sistemas epoxi). Diferencias entre proveedores pueden modificar la polaridad, energía superficial y densidad de sitios reactivos [4].
- **Nivel microestructural:** el espesor, continuidad y estado de curado del *sizing* afectan la formación de una zona interfacial homogénea. Capas demasiado gruesas, incompletas o parcialmente curadas pueden favorecer fallas cohesivas o transiciones frágiles.
- **Nivel mesoscópico (hebra completa):** el *sizing* regula el mojado entre filamentos, la compactación de la hebra, la formación de microcanales y la fricción colectiva. Estas variables influyen directamente en el comportamiento del FBPO, donde la interacción colectiva determina la pendiente P^*-A_e y el régimen friccional post - despegue [10].

- **Nivel macroscópico:** diferencias de *sizing* se traducen en variaciones de ILSS, resistencia transversal, disipación de energía y durabilidad. Ensayos FBPO permiten anticipar tendencias de estas propiedades sin requerir tamaños muestrales grandes.

Pequeñas variaciones en formulaciones nominalmente similares pueden producir cambios sistemáticos en el modo de falla interfacial, la fricción post - despegue y la morfología observada por técnicas como SEM o AFM. Por ello, la comparación entre proveedores requiere un control estricto de las condiciones superficiales, ambientales y de los procesos de curado, con el fin de aislar el efecto real del *sizing* de otros factores experimentales.

Desde una perspectiva metodológica, esta sensibilidad convierte al *sizing* en una variable idónea para evaluar la capacidad discriminante de ensayos a mesoescala como el Fiber-Bundle Pull-Out. La combinación de una preparación controlada de probetas, una metrología adecuada de la hebra y un análisis estadístico consistente permite utilizar la IFSS aparente como un indicador reproducible de tendencias interfaciales asociadas a diferencias de *sizing*, manteniendo explícitas las limitaciones inherentes al modelo de reducción empleado.

2.2.10 Análisis estadístico (normalidad, ANOVA y Tukey)

La caracterización interfacial mediante IFSS, y en particular mediante ensayos a mesoescala como FBPO, se ve afectada por una dispersión experimental inherente asociada a la variabilidad de la interfase, la geometría de las probetas y la ejecución del ensayo. En este contexto, el análisis estadístico no solo cumple un rol descriptivo, sino que constituye una herramienta fundamental para distinguir efectos reales asociados a cambios de material o de proceso de la variabilidad introducida por el montaje experimental. La aplicación sistemática de pruebas estadísticas permite, además, respaldar comparaciones objetivas entre grupos y evaluar la significancia práctica de las diferencias observadas.

- **Supuestos y pruebas previas.** Antes de comparar grupos se verifican los supuestos básicos: que los datos de cada grupo sigan una distribución aproximadamente normal (prueba de Shapiro-Wilk) y que las varianzas sean similares entre grupos (Levene o Brown-Forsythe). Si alguno falla, se pueden aplicar transformaciones sencillas de los datos o recurrir a métodos no paramétricos. Además, se garantiza la independencia por diseño y, cuando existe estructura experimental (p. ej., cavidades o lotes), se incorpora como factor de *bloqueo* para controlar variaciones ajenas al efecto principal [5,9].
- **ANOVA (efecto global).** El ANOVA de un factor permite evaluar si las medias de los grupos (p. ej., proveedores o condiciones) difieren más de lo esperable por azar, siempre que se cumplan los supuestos previos. Se reportan el estadístico F , el valor p , intervalos de confianza y una medida del tamaño del efecto para interpretar la relevancia práctica. Si las varianzas son desiguales, se utiliza la versión de Welch. Cuando hay fuentes conocidas de variación sistemática, el ANOVA con *bloqueo* reduce el error residual y mejora la sensibilidad del contraste [5].
- **Comparaciones múltiples (Tukey).** Si el efecto global resulta significativo, se aplican comparaciones post hoc para identificar qué pares de grupos difieren entre sí. La prueba de Tukey HSD controla el error asociado a múltiples comparaciones y ofrece diferencias de medias con sus intervalos de confianza y valores p ajustados. En escenarios con varianzas desiguales o tamaños muestrales distintos, es preferible usar el método de Games-Howell. En todos los casos, se mantiene consistencia de las condiciones experimentales entre grupos para asegurar comparaciones válidas.

- **Incertidumbre y alternativas.** La estimación de la incertidumbre se refuerza mediante intervalos de confianza y, cuando el tamaño muestral es moderado o la distribución se aparta de la normalidad, mediante procedimientos de *bootstrap*. Si los supuestos paramétricos no se satisfacen de forma persistente, se emplean alternativas como Kruskal-Wallis para el contraste global y la prueba de Dunn (con ajuste) para comparaciones por pares [9].
- **Salida mínima y transparencia.** El reporte debe incluir, para cada grupo, el número de muestras válidas, medidas de tendencia central y dispersión, y representaciones gráficas consistentes. Para el contraste, se informan el resultado del test global, las comparaciones post hoc con intervalos de confianza, el tamaño del efecto y cualquier factor de *bloqueo* considerado. Las exclusiones se documentan conforme al criterio de muestra válida, asegurando trazabilidad y reproducibilidad [5, 7, 8].

La adopción de este esquema de análisis estadístico permite evaluar de manera rigurosa la significancia y magnitud de las diferencias observadas en IFSS aparente, fortaleciendo la comparación entre proveedores, tratamientos o condiciones de proceso. En particular, el uso de ANOVA con bloqueo y comparaciones post hoc controladas resulta coherente con el enfoque experimental del presente trabajo, orientado a identificar tendencias reproducibles bajo condiciones de ensayo cuidadosamente armonizadas.

2.2.11 Normas y estandarización

La realización de ensayos de adhesión interfacial se apoya en normas técnicas y documentos especificativos cuyo objetivo principal es asegurar la reproducibilidad, trazabilidad y calidad metrológica de los resultados. Si bien no todos los métodos de caracterización interfacial cuentan con una normalización específica —en particular aquellos desarrollados a mesoescala—, las normas existentes proporcionan lineamientos fundamentales para el control geométrico, la alineación, la ejecución del ensayo y el reporte de resultados, aspectos críticos en la determinación de la IFSS aparente.

Entre las normas y especificaciones técnicas relevantes destacan:

- **DIN SPEC 19289.** Establece un procedimiento para el *single-fiber pull-out* con énfasis en la alineación axial, el control geométrico de la longitud embebida y la calidad de la señal fuerza - desplazamiento. Define criterios de validez, prácticas de sujeción y recomendaciones para la reducción de datos, con el objetivo de minimizar fuentes comunes de dispersión y sesgo [7].

Asimismo, promueve la trazabilidad mediante el registro de lotes, condiciones ambientales y parámetros de ejecución (velocidad, pretensión y resolución de medición). Estas pautas, aunque concebidas para un único filamento, resultan transferibles a montajes a mesoescala como el FBPO al estructurar listas de verificación (alineación, tolerancias y descarte) y al estandarizar el reporte experimental.

- **ISO 3341.** Norma enfocada en la determinación de la fuerza de ruptura y la elongación de hilos de vidrio, con prácticas de acondicionamiento (temperatura y humedad), sujeción y tasa de carga reproducibles. Su interés para este trabajo radica en la unidad de ensayo (hebra) y en la armonización de procedimientos que evitan daño por mordazas o efectos de borde [12].

En el contexto FBPO, estas directrices aportan criterios operativos para el manejo de hebras, tales como pretensión controlada, identificación de probetas y consistencia de la

tasa de ensayo. Contribuyen, además, a la comparabilidad interlote e interlaboratorio al fijar condiciones ambientales y de preparación previas al ensayo.

- **DIN 29965.** Reúne especificaciones para hilos de carbono en aplicaciones aeroespaciales, incluyendo designaciones, masas lineales, requisitos de calidad y métodos de verificación. Si bien no prescribe un ensayo de adhesión, fortalece la trazabilidad del material al definir parámetros nominales y tolerancias asociadas al hilo [13].

Para FBPO, estas especificaciones sustentan la documentación de proveedores y lotes, y sirven de base para comparar materiales nominalmente equivalentes pero con posibles diferencias de *sizing* o acabado superficial. En conjunto, refuerzan la consistencia del muestreo y la interpretación de diferencias en IFSS aparente.

- **ISO 19375:2024.** Estandariza el *single-fibre pull-out* con criterios modernos de control geométrico, alineación y reducción de datos. Incluye recomendaciones explícitas sobre la declaración de supuestos y la comunicación del carácter “aparente” de la IFSS bajo el modelo adoptado [8].

Su valor para FBPO es doble: proporciona un marco claro para definir tolerancias y validez del ensayo (alineación, identificación del despegue y calidad de señal) y facilita la adaptación de prácticas de reporte (incertidumbre y criterios de descarte) a una configuración de hebra, mejorando la comparabilidad de resultados entre escalas.

- **ASTM D4475.** Proporciona un referente de normalización para métodos de corte aparente en materiales pultruidos, detallando aspectos de aparejos, calibración, tasa de carga y reporte. Aunque no aborda directamente ensayos de *pull-out* en matrices poliméricas, su estructura metodológica resulta útil para discutir control de variables y calidad metrológica en ensayos de extracción [14].

Trasladado a FBPO, su enfoque fomenta la especificación clara de dispositivos de sujeción, las verificaciones de equipo, las tolerancias de velocidad y los criterios de salida (datos válidos y análisis post hoc), sirviendo como guía complementaria para fortalecer la transparencia del informe técnico.

En conjunto, estas normas y especificaciones no definen de manera directa un procedimiento estandarizado para el ensayo Fiber-Bundle Pull-Out, pero proporcionan un marco robusto para su implementación rigurosa. La adopción selectiva y coherente de sus lineamientos permite asegurar trazabilidad, reproducibilidad y comparabilidad de los resultados, reforzando la validez del FBPO como técnica de caracterización interfacial a mesoescala en el presente trabajo.

En síntesis, la adhesión fibra - matriz se entiende como un fenómeno multiescala que integra contribuciones de química de superficie, anclaje mecánico y fricción post - despegue, cuya manifestación depende del método de ensayo y del modelo de reducción adoptado. En este contexto, la IFSS debe interpretarse como una magnitud operativa —frecuentemente de carácter aparente—, condicionada por la geometría efectiva de contacto, el estado de tensiones interfaciales y las variables de ejecución del ensayo. Bajo este prisma, los ensayos micromecánicos ofrecen alta sensibilidad a la interfase, los ensayos a mesoescala como el Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO) aportan mayor representatividad y robustez estadística, y los ensayos macroscópicos permiten verificar la coherencia de tendencias en configuraciones estructurales de relevancia ingenieril.

La implementación del FBPO se beneficia de lineamientos normativos originalmente concebidos para ensayos de filamento único o para hilos, los cuales resultan transferibles a la

mesoescala en cuanto a control de alineación y geometría, sujeción reproducible, acondicionamiento y definición de criterios de validez [7, 8, 12, 13]. En particular, la metodología propuesta por [10], basada en moldes multicavidad y referencias metrológicas explícitas de longitud embebida, habilita campañas experimentales con mayor tamaño muestral y una reducción de datos consistente mediante la relación entre la carga de despegue y el área embebida. De forma complementaria, [14] aporta una estructura de reporte y control de variables aplicable a ensayos de extracción en general, reforzando la transparencia y calidad metrológica del análisis.

La calidad inferencial de los resultados depende del control explícito de variables críticas (alineación, longitud embebida ℓ_e , velocidad de ensayo, criterio de muestra válida) y de la adopción de un plan estadístico acorde. Este plan incluye la verificación de supuestos, la aplicación de ANOVA (con correcciones de Welch o bloqueo cuando corresponda), comparaciones post hoc (Tukey/Games - Howell) y estimación de incertidumbre mediante intervalos de confianza y, si es necesario, *bootstrap* [5, 9]. De manera complementaria, la caracterización de superficie (AFM/SEM/FTIR) permite vincular cambios en la interfase con variaciones observadas de IFSS, aspecto especialmente relevante al analizar diferencias de *sizing* entre proveedores [4]. La coherencia externa puede reforzarse contrastando tendencias con métricas a otras escalas, como ILSS o Iosipescu, y verificando el grado de curado cuando se modifican las rutas de procesado [11].

En este marco, el presente trabajo replica y adapta la estrategia propuesta por [10] para evaluar, manteniendo constante la matriz y la fibra nominal, el efecto del *sizing* de dos proveedores sobre la IFSS aparente a mesoescala. El conjunto de criterios normativos, metodológicos y estadísticos aquí discutidos sustenta la trazabilidad, la comparabilidad interlote y una interpretación prudente de los resultados, asegurando que las conclusiones obtenidas reflejen diferencias materiales reales y no artefactos de montaje o de reducción de datos. De este modo, el marco teórico desarrollado no solo fundamenta la metodología experimental propuesta, sino que delimita explícitamente su alcance y limitaciones, orientando el análisis hacia evidencias reproducibles y relevantes para el diseño y caracterización de materiales compuestos.

3 Metodología

La metodología desarrollada en este trabajo tiene como objetivo implementar y validar el ensayo Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO) como técnica de caracterización interfacial a mesoescala en materiales compuestos reforzados con fibras. Dado que el FBPO no corresponde a un ensayo completamente estandarizado, la metodología se concibe como una adaptación experimental controlada, orientada a asegurar reproducibilidad, trazabilidad y coherencia en la determinación de la resistencia al corte interfacial.

El enfoque adoptado es de carácter experimental y se estructura en una secuencia de etapas que abarcan el diseño y fabricación del sistema de ensayo, la preparación de probetas, la ejecución de los ensayos FBPO y el procesamiento estadístico de los resultados. La unidad de estudio considerada es una hebra completa de fibra de carbono, lo que sitúa el análisis en una escala intermedia entre los ensayos micromecánicos de filamento único y los ensayos macroscópicos de laminados.

Los valores de resistencia al corte interfacial reportados corresponden a una medida aparente de la IFSS, dependiente del modelo de reducción empleado y de las condiciones geométricas y de ensayo. En consecuencia, la metodología enfatiza el control de variables críticas tales como la alineación axial, la longitud embebida, la velocidad de ensayo y el criterio de muestra válida, así como el uso de prácticas de trazabilidad inspiradas en normas ISO y DIN afines.

El diseño metodológico se organiza en seis etapas principales, que permiten abordar de manera sistemática la implementación del ensayo FBPO y el análisis comparativo de la adhesión fibra - matriz entre los sistemas evaluados.

3.1 Materiales

3.1.1 Fibras de carbono utilizadas

Para la fabricación de las probetas FBPO se emplearon dos tipos de tejido de fibra de carbono provenientes del mismo proveedor, ambos con un gramaje nominal de 245 g/m^2 , un ancho de 100 cm y un ligamento Köper 2/2 (Twill 2/2). La utilización de tejidos con arquitectura equivalente permite asegurar condiciones geométricas comparables en la extracción de hebras, de modo que las diferencias observadas en el comportamiento interfacial puedan atribuirse principalmente a características intrínsecas de la fibra.

Si bien ambos materiales comparten la misma arquitectura textil, cada uno corresponde a un sistema de fibras distinto en términos de su masa lineal y, potencialmente, de su tratamiento superficial (*sizing*), lo que permite evaluar su influencia sobre la adhesión fibra - matriz bajo condiciones experimentales controladas. En el ensayo FBPO, la unidad de estudio corresponde a una hebra completa extraída del tejido, por lo que el tejido actúa únicamente como material de origen para la obtención de las hebras ensayadas.

El primer material corresponde a un tejido basado en fibras **Tenax[®]-E HTA40 / 3k / HT** (ECC-Style 462), certificado para aplicaciones aeronáuticas. Este sistema presenta filamentos de alta tenacidad y un *sizing* compatible con resinas epóxicas de grado estructural, lo que favorece una adecuada humectación y una interfaz fibra - matriz estable. La información técnica declarada por el fabricante para este material se muestra en la Fig. 3.1.

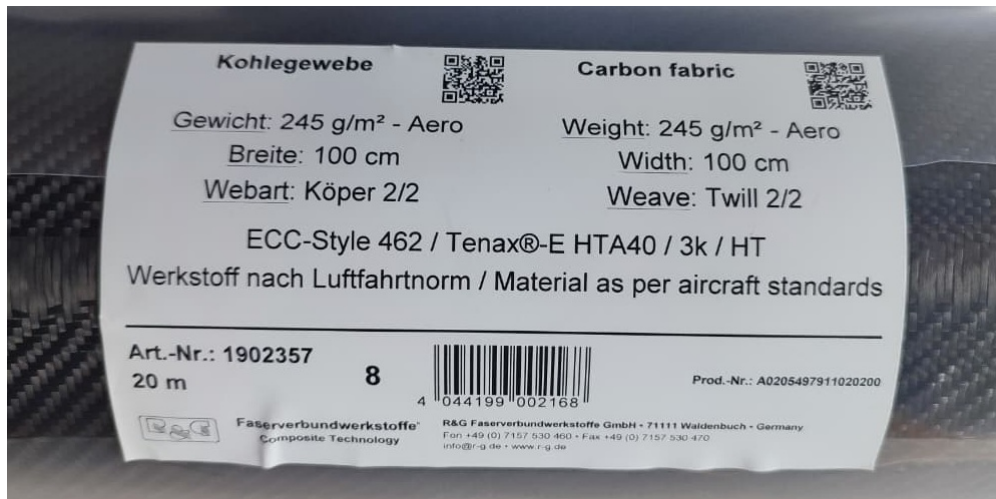


Figura 3.1 Etiqueta técnica del tejido de fibra de carbono Tenax[®]-E HTA40 / 3k / HT (ECC-Style 462), grado aeroespacial.

El segundo material corresponde a un tejido de fibra de carbono **HT 3k / 200 tex**, también en ligamento Köper 2/2. Si bien comparte geometría y número de filamentos por hebra con la fibra Tenax, presenta una masa lineal distinta y un *sizing* no especificado para aplicaciones aeronáuticas, lo que potencialmente puede modificar la energía superficial de la fibra y la respuesta friccional posterior al despegue interfacial durante el ensayo FBPO. La información técnica correspondiente a este material se presenta en la Fig. 3.2.



Figura 3.2 Etiqueta técnica del tejido de fibra de carbono HT 3k / 200 tex.

Ambos materiales fueron manipulados siguiendo prácticas de trazabilidad consistentes con la norma DIN 29965, incluyendo el registro de lote, masa lineal y especificaciones nominales. Las hebras fueron separadas del tejido mediante el mismo procedimiento de extracción manual, con el objetivo de evitar daño superficial o contaminación, manteniendo la coherencia entre series de fabricación. Esta selección de materiales permite aislar el efecto del *sizing* y comparar la adhesión fibra - matriz bajo condiciones experimentales controladas.

3.2 Diseño general de la investigación

El diseño experimental de la presente investigación se estructuró con el propósito de cumplir los objetivos planteados mediante la implementación controlada de un ensayo reproducible a mesoescala, considerando una hebra de fibra de carbono como unidad de estudio. Esta elección permite capturar el comportamiento interfacial representativo de un conjunto de filamentos, superando las limitaciones asociadas a ensayos de fibra individual y aproximándose de mejor manera a las condiciones de carga y confinamiento presentes en materiales compuestos estructurales.

El estudio corresponde a un diseño experimental comparativo de un factor principal, en el cual se evaluó la influencia del tipo de fibra —y, en particular, de su tratamiento superficial o *sizing*— sobre la interacción interfacial fibra - matriz. Bajo este enfoque, el tipo de fibra se consideró como la variable independiente, mientras que las métricas extraídas del ensayo Fiber-Bundle Pull-Out, en particular la IFSS aparente y los parámetros asociados a la curva fuerza - desplazamiento, constituyeron las variables de respuesta.

Se utilizaron hebras provenientes de dos proveedores distintos, correspondientes a un mismo tipo nominal de fibra de carbono, de modo de aislar el efecto del recubrimiento superficial bajo condiciones experimentales equivalentes. Esta estrategia experimental permitió reducir la influencia de variables inherentes a la química de la matriz o a la geometría global del sistema, focalizando el análisis en diferencias atribuibles al *sizing*, al estado superficial de la fibra y a su interacción con la resina epoxi empleada. La comparación entre ambos sistemas de fibra constituyó el caso de estudio central de la investigación.

El alcance metodológico del estudio se limitó a la fase experimental y al análisis estadístico de los resultados obtenidos. No se consideró modelación numérica ni la evaluación de efectos de degradación ambiental, envejecimiento o fatiga, con el fin de concentrar el análisis en la implementación y validación del ensayo Fiber-Bundle Pull-Out como técnica de caracterización interfacial a mesoescala, y en la comparación directa entre sistemas de fibra bajo condiciones controladas.

Para asegurar la validez interna del estudio, se identificaron y controlaron variables críticas de ejecución, entre las que se incluyen la alineación axial de la hebra respecto del eje de carga, la longitud embebida ℓ_e , la velocidad de aplicación de carga y los criterios de aceptación de muestras válidas. Asimismo, se documentó el estado del material previo al ensayo, incluyendo la condición de la hebra, su manipulación y la ruta de curado de la resina, con el objetivo de minimizar fuentes de variabilidad no deseadas.

Las probetas se asignaron de manera balanceada a las cavidades del molde, de modo de evitar sesgos asociados a gradientes locales de curado o a efectos geométricos del sistema de moldeo. Las condiciones de ensayo se mantuvieron constantes dentro de cada campaña experimental, y el tamaño muestral por proveedor se definió en función de la variabilidad observada y de la necesidad de realizar contrastes estadísticos con potencia suficiente. Se mantuvo, además, un registro explícito de las exclusiones de muestras y de las causas que motivaron su descarte, resguardando la trazabilidad del conjunto de datos analizado.

En concordancia con lo reportado por [10], se adoptó una arquitectura de moldeo horizontal con moldes de *multicavidades* y dispositivos de alineación geométrica, diseñada para controlar la longitud de embebido y minimizar la dispersión experimental asociada a desalineaciones. Esta configuración permitió además mejorar la reproducibilidad del proceso de fabricación de probetas y facilitar la ejecución sistemática de campañas experimentales comparativas.

Las prácticas de sujeción y alineación se inspiraron en las recomendaciones establecidas en **ISO 19375** y **DIN SPEC 19289** para ensayos de *single-fibre pull-out*, adaptadas a la escala y geometría propias del ensayo Fiber-Bundle Pull-Out. Por su parte, **ISO 3341** orientó el acondicionamiento y la manipulación de las hebras de fibra de carbono, mientras que **DIN 29965** respaldó la trazabilidad y especificación del hilo de carbono utilizado [7, 8, 12, 13].

Finalmente, se definió un esquema de reporte mínimo que incluyó la identificación de materiales y lotes, los parámetros de fabricación y de ensayo, los criterios de validez aplicados, los estadísticos descriptivos por grupo y la métrica de IFSS aparente con su incertidumbre asociada. Este marco metodológico guía la implementación detallada del estudio por etapas y asegura que las conclusiones obtenidas deriven de diferencias reales de material y proceso, y no de artefactos asociados al montaje experimental o a la reducción de los datos.

3.3 Etapas de desarrollo

3.3.1 Etapa 1: Diseño del sistema experimental

En la primera etapa de la investigación se desarrolló el diseño del sistema experimental mediante modelado asistido por computadora, empleando el software *Autodesk Inventor*. El objetivo principal de esta etapa fue concebir un sistema de fabricación de probetas que permitiera implementar el ensayo Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO) bajo condiciones geométricas controladas, asegurando precisión dimensional, alineación axial y reproducibilidad entre probetas.

Se elaboró el modelo tridimensional del molde negativo destinado a la fabricación de las probetas de ensayo, incorporando explícitamente los parámetros geométricos que gobiernan la respuesta interfacial medida, en particular la longitud de embebido de la hebra ℓ_e y la continuidad geométrica a lo largo del eje de carga. El diseño del molde constituyó, por tanto, un elemento central del sistema experimental, ya que la dispersión geométrica en ℓ_e o la desalineación axial pueden introducir variabilidad significativa en la carga de despegue y, en consecuencia, en la IFSS aparente obtenida.

El molde negativo fue fabricado mediante impresión 3D utilizando filamento de ácido poliláctico (PLA), material seleccionado en función de su adecuada precisión dimensional, bajo costo, disponibilidad y facilidad de reproducción. La manufactura aditiva permitió iterar el diseño de manera ágil durante la etapa de desarrollo, realizar ajustes geométricos finos y obtener moldes reutilizables con geometría consistente, lo que facilitó la fabricación de múltiples probetas bajo condiciones experimentales equivalentes.

Como se muestra en la Figura 3.3, el molde negativo incorpora una arquitectura *multicavidad*, con canales de sección transversal constante y topes geométricos integrados que definen de manera reproducible la longitud de embebido ℓ_e . Este enfoque elimina la necesidad de ajustes manuales posteriores durante la preparación de las probetas y reduce la dispersión asociada a variaciones geométricas entre cavidades, en concordancia con la estrategia propuesta por [10] para ensayos interfaciales a mesoescala.

El mantenimiento de una sección constante a lo largo de los canales del molde se adoptó como criterio de diseño fundamental, ya que variaciones locales en la geometría pueden generar gradientes de confinamiento en la matriz y afectar el estado tensional de la interfaz fibra - matriz durante el ensayo. De igual modo, la incorporación de topes geométricos rígidos permitió fijar ℓ_e de forma pasiva y reproducible, minimizando errores asociados a la manipulación de la hebra durante la etapa de moldeo.

El control de la alineación axial fue integrado directamente en el modelo CAD del sistema, mediante la definición de superficies de referencia planas y elementos de guiado que aseguran la continuidad geométrica entre el eje de la hebra embebida y el eje de carga de la máquina de tracción. De este modo, el conjunto molde - probeta puede montarse de manera coaxial, reduciendo la introducción de momentos flectores parásitos y asegurando que la carga aplicada durante el ensayo FBPO sea predominantemente axial.

La Fig. 3.3 permite identificar los principales elementos del diseño y visualizar su disposición geométrica, evidenciando cómo el sistema experimental aborda de manera integrada el control de la longitud embebida, la alineación axial y la repetibilidad del ensayo. En conjunto, estas decisiones de diseño constituyen la base para una implementación robusta y reproducible del ensayo FBPO, habilitando la comparación confiable de resultados entre diferentes sistemas de fibra bajo condiciones experimentales controladas.

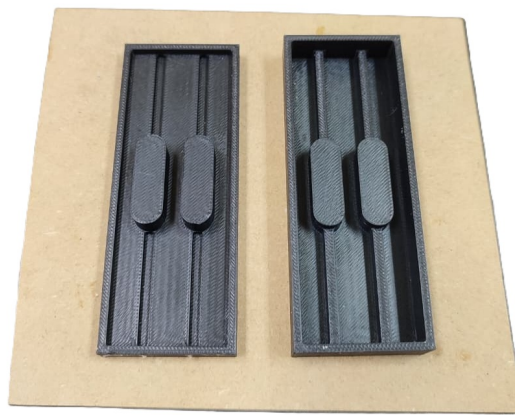


Figura 3.3 Molde negativo impreso en PLA (arquitectura multicavidad) con canales de sección constante y topes geométricos integrados para fijar la longitud de embebido ℓ_e .

3.3.2 Etapa 2: Fabricación de moldes de silicona

En la segunda etapa del estudio se fabricaron moldes de silicona a partir de los modelos negativos impresos en PLA, mediante el vertido controlado de silicona líquida en las cavidades correspondientes. Una vez completado el proceso de curado, se obtuvieron moldes blandos con la geometría requerida para el colado de las probetas destinadas al ensayo Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO). La utilización de moldes elastoméricos constituye un elemento clave del sistema experimental, ya que permite reproducir de manera consistente la geometría definida en el molde rígido, al mismo tiempo que facilita el desmoldeo de probetas con geometrías esbeltas y altas relaciones de aspecto.

La técnica de moldeo en silicona fue seleccionada considerando criterios de flexibilidad, estabilidad dimensional y compatibilidad química con resinas termoestables de tipo epoxi. A diferencia de moldes rígidos, el comportamiento elastomérico de la silicona reduce las tensiones locales durante el desmoldeo, minimizando el riesgo de daño mecánico en la probeta o en la interfaz fibra - matriz recientemente formada. Esta característica resulta particularmente relevante en ensayos interfaciales, donde pequeñas imperfecciones geométricas pueden introducir variaciones significativas en la longitud embebida ℓ_e y, en consecuencia, en la respuesta mecánica medida.

El material elastomérico empleado corresponde a una silicona RTV (vulcanizable a temper-

atura ambiente) de dureza nominal del orden de \sim Shore A 30. Este rango de dureza fue seleccionado específicamente para equilibrar la capacidad de deformación elástica necesaria para una liberación limpia de las probetas y la rigidez suficiente para preservar la geometría de las cavidades a lo largo de múltiples ciclos de uso. La elección de esta dureza contribuye a reducir variaciones no deseadas en ℓ_e y a mantener la integridad dimensional del molde blando durante campañas experimentales sucesivas. En la Fig. 3.4 se muestra el sistema de silicona RTV utilizado para la fabricación del molde blando.

Durante esta etapa se priorizó la conservación fiel de la geometría definida en el negativo de PLA, así como la obtención de una superficie interna uniforme en las cavidades de silicona. Superficies internas homogéneas favorecen un colado continuo de la resina y reducen la probabilidad de atrapamiento de aire, defectos superficiales o irregularidades que puedan afectar el estado de confinamiento local de la fibra durante el ensayo FBPO.

La combinación de un molde rígido impreso en 3D y un molde blando de silicona RTV permitió integrar control geométrico, facilidad de desmoldeo y repetibilidad en el proceso de fabricación de probetas. Este enfoque híbrido resultó particularmente adecuado para la fabricación seriada de probetas FBPO, ya que posibilitó mantener condiciones geométricas equivalentes entre muestras y minimizar fuentes de dispersión asociadas al proceso de moldeo. En consecuencia, la calidad y consistencia de las probetas obtenidas sienta una base sólida para la validez experimental de los resultados interfaciales presentados en etapas posteriores del estudio.



Figura 3.4 Sistema de silicona RTV empleado para la fabricación del molde blando (dureza nominal \sim Shore A 30, kit silicona y catalizador).

3.3.3 Etapa 3: Fabricación de probetas

En la tercera etapa de la investigación se fabricaron las probetas de ensayo empleando los moldes de silicona desarrollados en etapas previas. En cada cavidad del molde se posicionó una hebra de fibra de carbono, la cual fue embebida parcialmente en una resina epóxica líquida, de acuerdo con la longitud de embebido ℓ_e definida por los topes geométricos del sistema. La utilización de moldes multicavidad permitió fabricar conjuntos de probetas bajo condiciones geométricas y de proceso equivalentes, aspecto fundamental para la comparación interfacial entre sistemas de fibra.

Se emplearon hebras provenientes de dos proveedores distintos, correspondientes a un mismo tipo nominal de fibra de carbono, con el objetivo de comparar el efecto de posibles diferencias en el recubrimiento superficial o *sizing* sobre la resistencia interfacial fibra - matriz. Al mantener constante la matriz, la geometría de la probeta y el procedimiento de fabricación, las

diferencias observadas en la respuesta mecánica pueden atribuirse, de manera predominante, a variaciones en la interacción interfacial asociadas al estado superficial de la fibra.

Con el fin de asegurar que el área embebida correspondiera estrictamente a la geometría diseñada, la porción no embebida de la hebra fue protegida mediante un recubrimiento con cinta de politetrafluoroetileno (PTFE). Este material, caracterizado por su baja energía superficial y escasa afinidad química con resinas epóxicas, actúa como barrera eficaz frente al avance no controlado de la resina por capilaridad a lo largo de la hebra durante las etapas de colado y curado. De este modo, se preservó el área embebida efectiva A_e y se redujo una fuente relevante de variabilidad experimental en la estimación de la IFSS aparente.

Previo al colado de la resina, se verificó visualmente el correcto posicionamiento de la hebra en la cavidad, la aplicación de una tensión inicial leve y la continuidad del recubrimiento de PTFE en la región no embebida. La aplicación de una tensión inicial controlada permitió mantener la hebra alineada con el eje de la cavidad durante el vertido de la resina, minimizando la introducción de curvaturas o desalineaciones que pudieran generar componentes de carga no axiales durante el ensayo FBPO. La Fig. 3.5 ilustra el esquema de sujeción y alineación empleado.

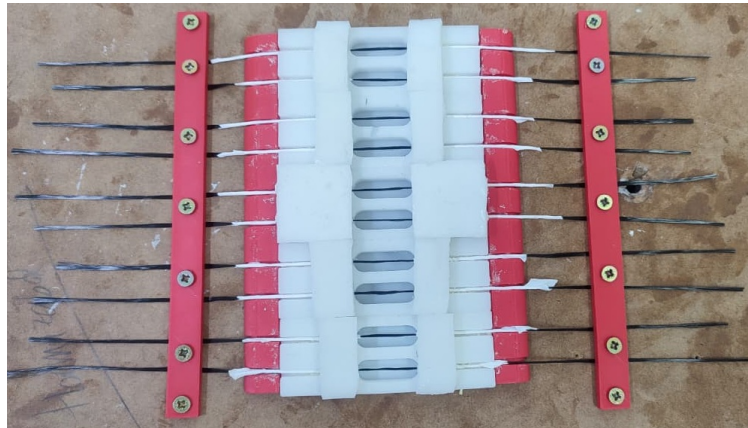


Figura 3.5 Esquema de sujeción y alineación axial de la hebra en el molde.

Posteriormente, las probetas fueron sometidas a un proceso de curado y postcurado conforme a las especificaciones del fabricante de la resina epóxica, asegurando una polimerización completa y estable del sistema matriz. El cumplimiento riguroso de la ruta de curado resulta crítico, ya que el grado de curado y la contracción asociada influyen directamente en el estado tensional residual de la interfaz fibra - matriz, y, por ende, en la resistencia al inicio del despegue interfacial.

La secuencia completa de fabricación se resume en la Fig. 3.6, donde se ilustran las siguientes etapas: (a) cavidades del molde de silicona, (b) posicionamiento y tensión inicial de la hebra con protección de PTFE, (c) colado de la resina y curado parcial, y (d) probeta desmoldeada. Este registro visual respalda la trazabilidad cavidad - probeta y permite, cuando resulta pertinente, la aplicación de un *bloqueo por cavidad* en el análisis estadístico de los resultados, con el fin de identificar o descartar efectos sistemáticos asociados al proceso de moldeo.

Como criterio operativo general, se mantuvo constante la longitud de embebido definida por los topes geométricos del molde, se verificó el asentamiento correcto de la hebra antes del colado y se respetaron estrictamente los tiempos y temperaturas de curado indicados por el proveedor de la resina para todas las probetas de una misma serie. Con el propósito de preservar la comparabilidad entre ambos proveedores de fibra, las probetas se fabricaron bajo

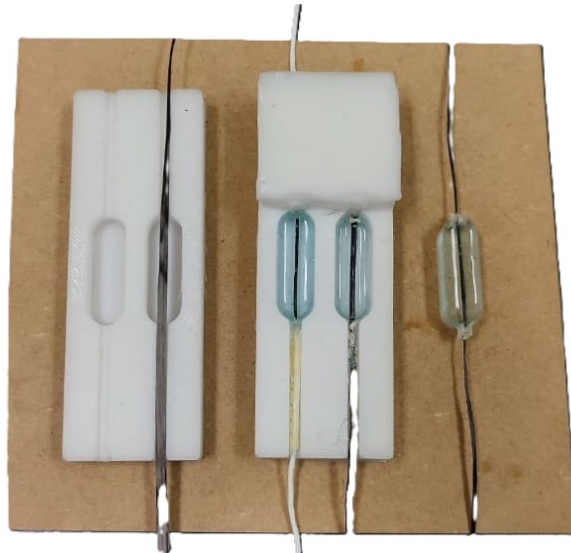


Figura 3.6 Secuencia de fabricación de probetas FBPO: (a) cavidad de silicona, (b) posicionamiento de la hebra, (c) colado y curado de la resina y (d) probeta desmoldeada.

las mismas condiciones de mezcla, vertido y curado, y se etiquetaron de forma consistente (proveedor - lote - cavidad) para asegurar su trazabilidad durante el procesamiento y análisis de los datos experimentales. La Fig. 3.6 sirve además como guía visual para la reproducción del procedimiento bajo condiciones equivalentes en distintos lotes de fabricación.

3.3.4 Etapa 3.1: Caracterización mecánica de las resinas epóxicas

En el presente estudio se emplearon sistemas epóxicos de baja viscosidad, seleccionados por su adecuada capacidad de colado en cavidades estrechas y por su buen mojado de refuerzos fibrosos, condiciones necesarias para la correcta fabricación de probetas destinadas al ensayo Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO). La baja viscosidad de la resina líquida contribuye además a minimizar la formación de burbujas y defectos internos durante el colado, factores que pueden afectar localmente el estado tensional de la interfaz fibra - matriz.

La Fig. 3.7 muestra los sistemas epóxicos utilizados en esta investigación. En todos los casos, la proporción de mezcla entre resina y endurecedor, así como la cinética de curado, se siguieron estrictamente de acuerdo con las especificaciones del fabricante. Durante el proceso de fabricación de probetas se registraron las condiciones de temperatura y los tiempos de mezclado, vertido y curado, con el fin de mantener consistencia entre distintos lotes y reducir fuentes de variabilidad asociadas al procesamiento de la matriz.

Con el propósito de disponer de parámetros mecánicos de referencia para la interpretación de los resultados obtenidos mediante el ensayo FBPO, se realizó la caracterización en tracción de las resinas empleadas. Esta caracterización no tuvo como objetivo un análisis exhaustivo del comportamiento mecánico de las matrices, sino establecer un marco comparativo que permitiera contextualizar las diferencias observadas en la respuesta interfacial y descartar que estas se deban a variaciones significativas en las propiedades intrínsecas de la resina.

La disponibilidad de propiedades mecánicas de la matriz resulta particularmente relevante en ensayos interfaciales, dado que parámetros como la rigidez, la resistencia y el grado de curado influyen en el confinamiento local de la fibra, en el desarrollo de tensiones residuales durante el curado y en la respuesta post - despegue observada en la curva fuerza - desplazamiento. En consecuencia, la caracterización mecánica de las resinas permite interpretar los resultados

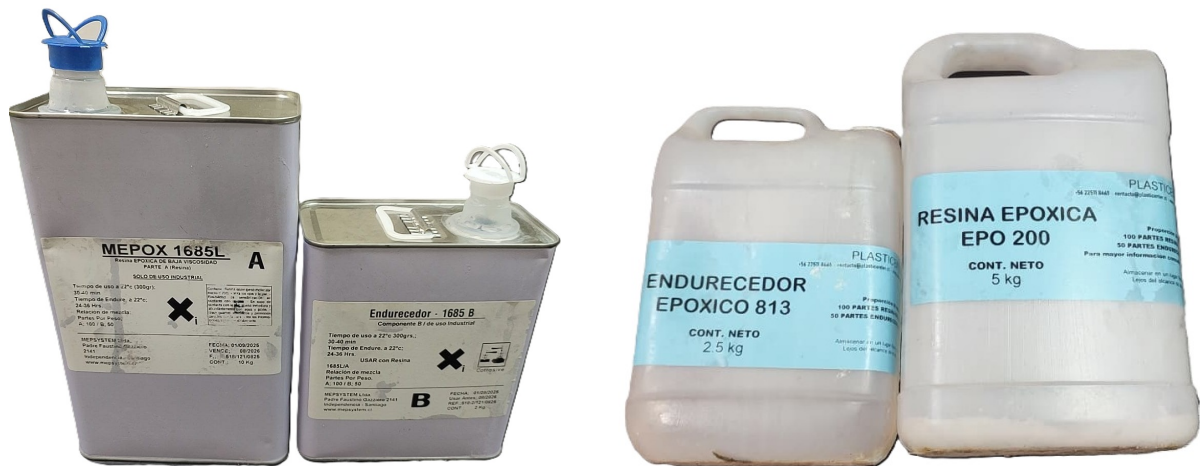


Figura 3.7 Sistemas epoxi de baja viscosidad utilizados en este estudio. Izquierda: MEPOX 1685L. Derecha: EPO 200.

FBPO con mayor fundamento y separar efectos asociados a la matriz de aquellos atribuibles a la interfaz fibra - matriz.

Para la caracterización en tracción se fabricaron probetas de resina pura con geometría tipo IV, conforme a la norma ASTM correspondiente para ensayos de tracción en polímeros termoestables. Todas las probetas fueron ensayadas en una máquina de tracción universal Zwick Roell Proline Z05, registrándose las curvas esfuerzo - deformación completas y la resistencia máxima a la tracción. El procedimiento de fabricación y curado se mantuvo constante para ambas resinas, de modo que las diferencias observadas respondieran exclusivamente a propiedades intrínsecas de cada sistema epóxico y no a variaciones en las condiciones de procesamiento.

Resina Mepox 1685L: La primera formulación evaluada correspondió a la resina epóxica Mepox 1685L, mezclada en la proporción 100A:50B indicada por el fabricante (componente A: Mepox 1685L; componente B: endurecedor 1685B). Se confeccionaron diez probetas tipo IV bajo condiciones controladas de mezclado, vertido y curado. Los ensayos de tracción permitieron obtener curvas esfuerzo - deformación consistentes y repetibles, las cuales fueron utilizadas como referencia para contextualizar el comportamiento mecánico de la matriz en los ensayos FBPO realizados con este sistema.

Resina EPO 200: La segunda formulación evaluada correspondió a la resina epóxica EPO 200, mezclada con el endurecedor 813 en la misma relación utilizada para el sistema Mepox. Dado que esta resina no dispone de una ficha técnica con propiedades mecánicas detalladas, su caracterización se realizó íntegramente mediante los ensayos experimentales desarrollados en este trabajo. Se fabricaron probetas tipo IV siguiendo el mismo procedimiento descrito anteriormente, registrándose curvas esfuerzo - deformación estables y comparables entre sí.

Los resultados obtenidos para la resina EPO 200 permitieron disponer de una referencia mecánica mínima para la interpretación de los resultados FBPO y para analizar eventuales diferencias entre sistemas matriz - fibra en términos de rigidez y resistencia en tracción. Esta información resulta particularmente útil para evaluar si las variaciones observadas en la IFSS aparente se encuentran asociadas predominantemente a la interacción interfacial o a diferencias en el comportamiento mecánico de la matriz epóxica empleada.

3.3.5 Etapa 4: Ejecución de los ensayos FBPO

En la cuarta etapa de la investigación se ejecutaron los ensayos *Fiber-Bundle Pull-Out* (FBPO) sobre las probetas fabricadas, utilizando una máquina de ensayo universal Zwick-Roell Z005 instrumentada y el montaje experimental mostrado en la Fig. 3.8. El sistema de sujeción incluyó una mordaza diseñada específicamente para el ensayo FBPO (Fig. 3.9), concebida para asegurar una transferencia de carga axial eficiente hacia la hebra y minimizar daños locales o desalineaciones durante la aplicación de carga.

Los ensayos se realizaron bajo condiciones controladas de desplazamiento, registrándose de forma continua las curvas fuerza - desplazamiento y documentándose los modos de falla observados en la interfaz fibra - matriz mediante registro visual y fotográfico. La adquisición de estas curvas permitió identificar tanto el evento de despegue interfacial como el régimen posterior dominado por fricción, información fundamental para la interpretación de la IFSS aparente.

Previo a cada ensayo se realizó el *zeroing* del sistema de medición de fuerza y desplazamiento, seguido de la aplicación de un *preload* mínimo. Este procedimiento tuvo por objetivo asegurar el correcto asentamiento del conjunto probeta - mordazas y eliminar holguras iniciales del sistema mecánico, sin inducir daño interfacial ni deslizamiento prematuro de la hebra. El valor del *preload* se mantuvo lo suficientemente bajo como para no afectar el estado tensional de la interfaz antes del inicio del ensayo.

En el extremo libre de la hebra, correspondiente a la zona de sujeción directa en la máquina de tracción, se utilizaron tubos termocontraíbles como elemento de protección. Este recurso permitió distribuir de manera más homogénea la presión de las mordazas de apriete y evitar el daño mecánico local o el corte de filamentos individuales, los cuales podrían conducir a una falla prematura no representativa del comportamiento interfacial.

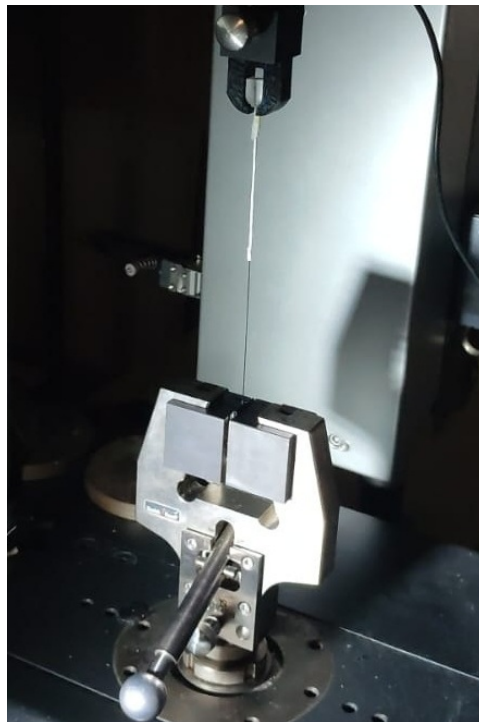


Figura 3.8 Montaje experimental del ensayo *Fiber-Bundle Pull-Out* (FBPO) en máquina Zwick-Roell Z005.

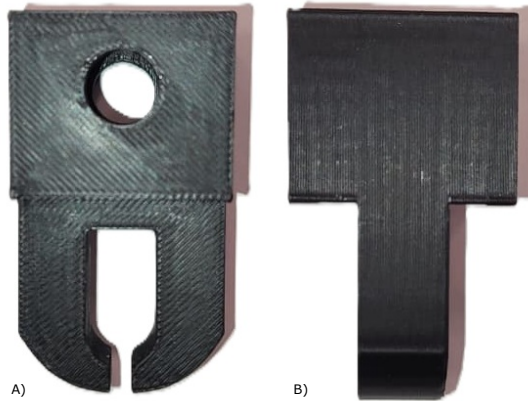


Figura 3.9 Mordaza diseñada para el ensayo FBPO: (A) vista frontal, mostrando la geometría de sujeción de la hebra; (B) vista lateral.

La velocidad de desplazamiento de la cruceta se mantuvo constante para todas las probetas de una misma serie experimental y se reportó junto con su tolerancia. La elección de una velocidad controlada permitió minimizar efectos asociados a la tasa de carga, tales como la dependencia viscoelástica de la matriz o variaciones en la fricción interfacial durante el deslizamiento post - despegue. Asimismo, se verificó la alineación axial del sistema durante el montaje, asegurando que la carga se aplicara de manera coaxial a lo largo del eje de la hebra y reduciendo la introducción de momentos flectores parásitos.

Durante el ensayo se identificó explícitamente el punto de despegue interfacial P^* , asociado a la pérdida de adherencia entre la hebra y la matriz, a partir del cambio característico en la pendiente de la curva fuerza - desplazamiento. Cuando correspondió, también se registró la carga máxima alcanzada antes del deslizamiento estable. La tasa de adquisición de datos se fijó a un valor suficientemente alto para resolver con claridad el evento de despegue y caracterizar el régimen posterior dominado por fricción bajo la misma velocidad de cruceta.

Cada serie experimental incluyó un número suficiente de repeticiones para permitir el análisis estadístico posterior. Se mantuvo invariable el procedimiento de montaje de las probetas en las mordazas y la secuencia de preparación de la máquina a lo largo de toda la campaña experimental, con el fin de asegurar condiciones comparables entre grupos. El registro sistemático de las condiciones nominales de cada ensayo, junto con las observaciones visuales de los modos de falla, permitió mantener la trazabilidad probeta - cavidad y establecer criterios claros de validez experimental.

Se consideraron no válidos aquellos ensayos que presentaron deslizamiento de la hebra en la mordaza, falla de la fibra fuera de la zona embebida, daño evidente en la probeta durante el montaje o ausencia de un evento de despegue interfacial identificable. Estos criterios de descarte fueron documentados explícitamente y considerados en el análisis estadístico, de modo de asegurar que los valores de IFSS aparente reportados correspondieran a un comportamiento interfacial representativo y reproducible.

Luego de la ejecución de los ensayos FBPO y la identificación de los ensayos válidos, se realizó una caracterización microscópica de la superficie de las hebras extraídas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). Las observaciones se efectuaron utilizando un microscopio electrónico de barrido Carl Zeiss Microscopy, modelo *GeminiSEM 360*, ubicado en las dependencias del Centro de Espectroscopía y Microscopía (CESMI) de la Universidad de Concepción. El objetivo de este análisis fue evaluar cualitativamente el estado de la

interfaz fibra - matriz tras el despegue interfacial, identificando la presencia de restos de matriz adheridos a la superficie de la fibra, zonas de limpieza superficial, daño local de filamentos y evidencias de los mecanismos dominantes de falla interfacial.

Las observaciones por SEM se realizaron sobre hebras representativas de cada sistema fibra - matriz, seleccionadas a partir de ensayos con curvas fuerza - desplazamiento típicas y eventos de despegue claramente identificables. Previo a la observación, las muestras fueron acondicionadas conforme a los requerimientos del equipo, asegurando la conductividad superficial necesaria para evitar efectos de carga durante la adquisición de imágenes. Las micrografías obtenidas se utilizaron como complemento de la información mecánica del ensayo FBPO, permitiendo correlacionar los modos de falla observados a escala microscópica con el comportamiento interfacial inferido a partir de los resultados experimentales.

3.3.6 Etapa 5: Procesamiento y análisis de datos

Los datos experimentales obtenidos durante la ejecución de los ensayos FBPO se organizaron de acuerdo con el criterio de *muestra válida*, asociando a cada registro su identificación (sistema: tipo fibra y tipo matriz) y las variables de ejecución relevantes, entre las que se incluyen la velocidad de ensayo y la longitud embebida medida ℓ_e . Previo al análisis, se realizó una depuración básica de los datos que incluyó la verificación de consistencia de unidades, la detección de registros incompletos y la revisión de posibles errores de transcripción. Todas las exclusiones fueron documentadas explícitamente, manteniendo la trazabilidad de los datos descartados y sus causas.

En una primera etapa se elaboraron resúmenes descriptivos por grupo experimental, incluyendo medidas de tendencia central y dispersión, con el objetivo de identificar patrones generales, niveles de variabilidad y la presencia de valores atípicos. Este análisis exploratorio permitió además verificar la coherencia interna de los datos antes de proceder a la estimación de parámetros interfaciales y a la aplicación de contrastes estadísticos inferenciales.

La Fig. 3.10 muestra la identificación visual de las regiones funcionales de una probeta tras el ensayo FBPO. Se distinguen dos zonas principales: (A) la región embebida en la matriz polimérica, asociada al despegue interfacial, y (B) la región de hebra libre, dominada por efectos de fricción y por la interacción con el sistema de sujeción. Esta distinción resulta relevante para la interpretación de los resultados, dado que la resistencia al corte interfacial se define exclusivamente a partir del comportamiento de la región embebida.

En este contexto, la resistencia al corte interfacial aparente se estimó a partir de la fuerza característica asociada al despegue interfacial P^* , normalizada por el área embebida efectiva de la hebra, de acuerdo con la expresión:

$$\tau_{\text{IFSS,ap}} = \frac{P^*}{A_e}. \quad (1)$$

El área embebida A_e se aproximó considerando la geometría de la hebra como una sección de ancho efectivo constante w y longitud embebida ℓ_e , de modo que:

$$A_e = 2 \ell_e w, \quad (2)$$

donde el factor 2 corresponde al contacto interfacial considerado en ambas caras (anterior y posterior) de la hebra. Esta definición es consistente con la identificación visual de la región interfacial mostrada en la Fig. 3.10 y constituye la base para el cálculo de la IFSS aparente presentado en las subsecciones siguientes.

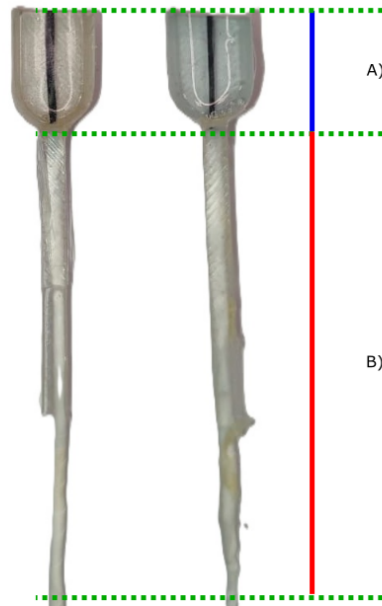


Figura 3.10 Identificación de regiones en una probeta FBPO: (A) región embebida asociada al despegue interfacial, (B) región de hebra libre dominada por fricción y sujeción.

Si bien esta aproximación no captura la distribución real de filamentos dentro de la hebra ni posibles irregularidades locales, proporciona una estimación geométrica consistente y reproducible, adecuada para comparaciones relativas entre sistemas fibra - matriz bajo condiciones experimentales controladas.

Para cada ajuste se reportaron la pendiente estimada, el coeficiente de determinación R^2 y los intervalos de confianza asociados. Adicionalmente, se realizó una revisión de sensibilidad frente a puntos influyentes mediante el análisis de residuos y métricas de influencia, y, cuando resultó pertinente, se aplicó un esquema de *bloqueo por cavidad* con el fin de reducir el error residual asociado a variaciones sistemáticas del proceso de moldeo.

A partir de la métrica $\tau_{\text{IFSS,ap}}$, calculada por probeta o por lote según el caso, se realizaron contrastes estadísticos entre condiciones experimentales (diferentes sistemas fibra - matriz) mediante un análisis de varianza (ANOVA) de un factor. Previamente se verificaron los supuestos de normalidad y homogeneidad de varianzas; en presencia de heterocedasticidad se utilizó la variante de Welch, y, cuando correspondió, se aplicaron comparaciones *post hoc* mediante los métodos de Tukey o Games-Howell. Los resultados se presentaron junto con tamaños de efecto e incertidumbre asociada, incluyendo intervalos de confianza y procedimientos de *bootstrap* cuando resultó necesario, enfatizando la identificación de tendencias robustas más allá de la significancia estadística puntual.

Finalmente, los valores de IFSS aparente obtenidos mediante el ensayo FBPO se contrastaron con antecedentes de otros ensayos interfaciales a micro y mesoescala reportados en la literatura. Este contraste tuvo como objetivo evaluar la aplicabilidad y confiabilidad del método FBPO dentro de un marco comparativo más amplio. En este análisis se priorizó la comparación de tendencias relativas entre sistemas fibra - matriz, más que la intercambiabilidad numérica directa de los valores de IFSS, reconociendo explícitamente el carácter método - dependiente de la métrica interfacial obtenida [5, 9, 10].

3.4 Replicabilidad y validez

El diseño experimental y los procedimientos desarrollados en este estudio fueron documentados de manera sistemática con el objetivo de garantizar su replicabilidad. La descripción detallada de materiales, geometrías, parámetros de fabricación y condiciones de ensayo permite que otros investigadores reproduzcan las distintas etapas del trabajo bajo condiciones equivalentes. En particular, se mantuvieron constantes las variables críticas del experimento (alineación axial, longitud embebida ℓ_e y velocidad de ensayo) y se registraron los insumos y condiciones relevantes, incluyendo archivos CAD del sistema de moldeo, lotes de resina y fibra, fechas de fabricación y ensayo, así como las condiciones ambientales durante la ejecución de los experimentos.

Asimismo, se definieron y aplicaron criterios explícitos de *muestra válida*, junto con causales de descarte previamente establecidas, preservando en todo momento la trazabilidad sistema - probeta - ensayo. Este enfoque permitió fortalecer la validez interna del estudio, minimizando la influencia de artefactos asociados al montaje experimental, a la fabricación de probetas o al procesamiento posterior de los datos.

El empleo de herramientas experimentales accesibles y ampliamente disponibles (tales como modelado CAD, impresión 3D y ensayos de tracción instrumentados), junto con un plan estadístico coherente basado en ANOVA o su variante de Welch, comparaciones *post hoc* y reporte explícito de la incertidumbre asociada, contribuye a la robustez de las conclusiones obtenidas y a su comparabilidad tanto interlote como interlaboratorio. En este contexto, el ensayo Fiber-Bundle Pull-Out se consolida como una técnica reproducible y metodológicamente sólida para el estudio de la adhesión fibra - matriz a mesoescala.

4 Resultados

En esta sección se presentan los resultados experimentales obtenidos para los distintos sistemas fibra - matriz evaluados mediante el ensayo Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO). Los datos se reportan acompañados de representaciones gráficas construidas a partir de los registros experimentales procesados, las cuales incluyen valores individuales, estadísticos descriptivos y medidas de variabilidad asociadas a cada condición de ensayo.

La presentación de los resultados comprende la respuesta fuerza - desplazamiento característica del ensayo FBPO, la identificación del evento de despegue interfacial y la estimación de la IFSS aparente. Asimismo, cuando corresponde, se incluyen los contrastes estadísticos entre condiciones experimentales, con el fin de identificar diferencias significativas entre los sistemas fibra - matriz evaluados. La interpretación física de las tendencias observadas y su análisis en relación con antecedentes reportados en la literatura se desarrollan de manera específica en la sección de Discusión.

4.1 Observaciones experimentales durante el ensayo FBPO

Previo al análisis cuantitativo de los resultados, se presentan observaciones visuales representativas del comportamiento de las probetas durante la ejecución del ensayo Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO). Estas observaciones permiten contextualizar la respuesta fuerza - desplazamiento registrada y verificar que el mecanismo dominante de falla corresponde al despegue interfacial de la hebra embebida, y no a modos de falla asociados a la sujeción, a defectos de fabricación o a roturas prematuras del refuerzo.

Durante la aplicación de carga se observó que, para las probetas consideradas válidas, la deformación inicial del sistema ocurre sin daño visible, seguida de un evento de despegue interfacial localizado en la zona de transición entre la hebra libre y la región embebida. Posteriormente, el ensayo evoluciona hacia un régimen dominado por el deslizamiento de la hebra dentro de la matriz, acompañado por fricción interfacial, comportamiento coherente con la forma característica de las curvas fuerza - desplazamiento obtenidas.

La Fig. 4.1 muestra una probeta durante la ejecución del ensayo FBPO, donde se observa la hebra de fibra de carbono parcialmente embebida en la matriz polimérica, de acuerdo con la geometría definida en el diseño experimental. Esta imagen confirma el adecuado control de la longitud embebida y la correcta alineación axial de la hebra respecto del eje de carga.



Figura 4.1 Probeta durante el ensayo FBPO, mostrando la hebra de fibra de carbono parcialmente embebida en la matriz polimérica.

En la Fig. 4.2 se presenta una comparación visual del estado de una probeta antes y después del ensayo. Tras la aplicación de carga, se evidencia la separación en la región embebida y la exposición de la hebra, comportamiento indicativo de la ocurrencia del despegue interfacial y el posterior deslizamiento relativo.



Figura 4.2 Comparación visual de una probeta FBPO antes y después del ensayo, evidenciando el despegue interfacial y la extracción parcial de la hebra.

Finalmente, la Fig. 4.3 muestra ejemplos representativos del estado post ensayo para sistemas con fibra de grado aeroespacial. En ambos casos se aprecia la extracción parcial de la hebra desde la matriz, sin evidencia de rotura frágil del refuerzo en la zona embebida. Estas observaciones visuales respaldan la validez del criterio de muestra válida adoptado y confirman que los resultados experimentales analizados en las subsecciones siguientes corresponden al comportamiento interfacial buscado.



(a) Sistema MEPOX-HTA. (b) Sistema EPO-HTA.

Figura 4.3 Estado post ensayo FBPO para sistemas con fibra de grado aeroespacial: (a) MEPOX-HTA y (b) EPO-HTA, mostrando la extracción parcial de la hebra y la matriz residual tras el despegue interfacial.

4.2 Resultados de las mediciones experimentales

En esta subsección se presentan los resultados obtenidos a partir del procesamiento directo de los registros experimentales de los ensayos FBPO, con el objetivo de caracterizar de manera descriptiva la respuesta mecánica global de los sistemas fibra - matriz evaluados. En esta etapa no se incorporan aún contrastes estadísticos formales entre condiciones, los cuales se desarrollan en subsecciones posteriores, sino que se prioriza la observación de tendencias generales y la coherencia del comportamiento medido.

La Fig. 4.4 muestra curvas representativas esfuerzo - desplazamiento obtenidas durante los ensayos FBPO. En todos los casos se identifica una etapa inicial con respuesta aproximadamente lineal, asociada a la deformación elástica del sistema, seguida de un evento de despegue interfacial claramente distinguible. Posteriormente, las curvas evolucionan hacia un régimen dominado por el deslizamiento de la hebra dentro de la matriz, caracterizado por una pendiente menor y asociado a fricción interfacial.

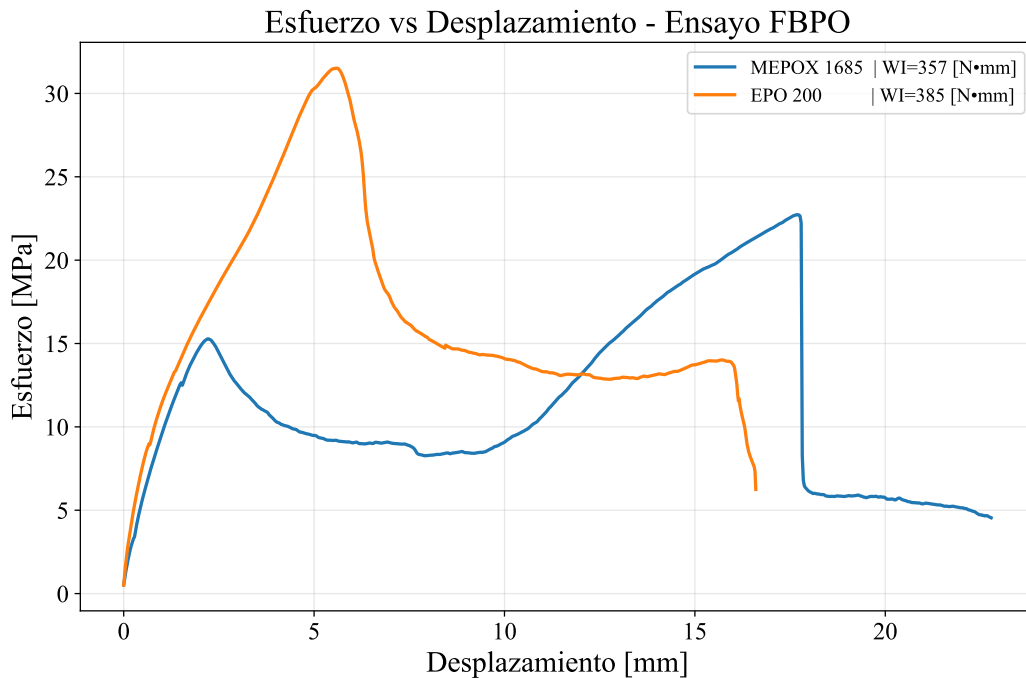


Figura 4.4 Curvas esfuerzo - desplazamiento representativas obtenidas durante los ensayos FBPO para los sistemas fibra - matriz evaluados.

Adicionalmente, en el gráfico se incluye el parámetro W_i , definido como el trabajo interfacial asociado al proceso de despegue y deslizamiento de la hebra dentro de la matriz, calculado como el área bajo la curva esfuerzo - desplazamiento dentro del intervalo correspondiente al ensayo. Este parámetro constituye una medida de la interacción fibra - matriz, donde un valor mayor de W_i indica una mayor energía requerida para extraer la fibra en el sistema con resina EPO, lo que se asocia a una adhesión interfacial más efectiva y/o a mayores niveles de fricción durante el deslizamiento; en contraste, al valor obtenido para el sistema con resina MEPOX reflejan una interacción interfacial más débil y una menor resistencia global al proceso.

Asimismo, se observa una dispersión apreciable entre curvas correspondientes a probetas ensayadas bajo una misma condición experimental, tanto en la pendiente inicial como en la magnitud de la carga asociada al despegue interfacial. Esta variabilidad refleja la naturaleza

experimental del ensayo FBPO y la sensibilidad de la respuesta interfacial a pequeñas variaciones geométricas, superficiales y de procesamiento, aun cuando se mantengan constantes los parámetros nominales del ensayo.

Las curvas presentadas constituyen la base para la extracción de los parámetros característicos utilizados en el análisis cuantitativo posterior, en particular la identificación de la carga de despegue interfacial P^* y del trabajo interfacial W_i . En este sentido, los resultados preliminares permiten verificar la coherencia general de las mediciones, confirmar la ocurrencia del mecanismo de falla esperado y contextualizar el conjunto de datos obtenido, sirviendo como punto de partida para el análisis estadístico y la discusión desarrollados en las subsecciones siguientes.

La Fig. 4.5 ilustra de manera esquemática el comportamiento típico observado durante los ensayos FBPO, permitiendo identificar las distintas etapas del proceso. En una primera etapa se registra la respuesta elástica inicial del sistema, correspondiente al inicio de la carga y al anclaje completo de la fibra en la matriz. Posteriormente, ocurre el primer desplazamiento relativo de la fibra, asociado al despegue interfacial inicial. Finalmente, el ensayo progresa hacia una etapa de deslizamiento estable, que concluye cuando la fibra es extraída en su totalidad de la matriz.

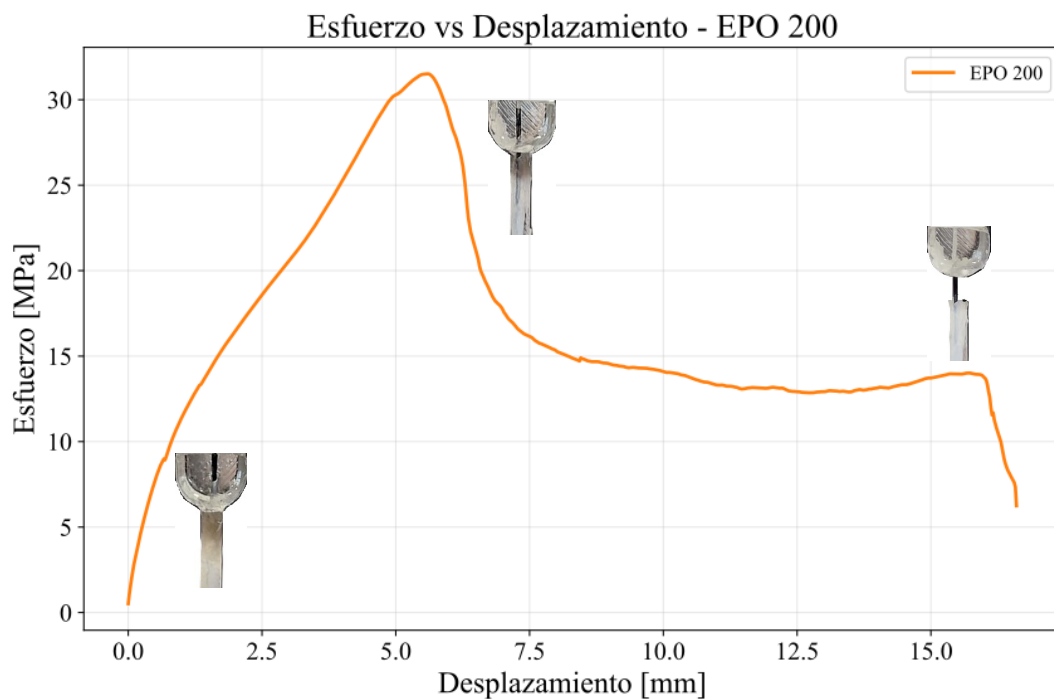


Figura 4.5 Curvas esfuerzo - desplazamiento con registro de las etapas del ensayo.

Para el sistema basado en MEPOX, se observa un comportamiento particular que se diferencia del patrón típico descrito anteriormente, tal como se muestra en la Fig. 4.6. En la fase intermedia del ensayo, luego del despegue inicial, se evidencia una deformación apreciable de la matriz, acompañada por una reducción temporal de la pendiente de la curva. Posteriormente, a medida que el ensayo avanza, se registra un nuevo incremento del esfuerzo resistido por el sistema, el cual se mantiene hasta que la fibra es extraída completamente de la matriz. Este comportamiento sugiere una contribución adicional de la deformación de la matriz al mecanismo resistente, lo que distingue al sistema MEPOX del sistema EPO descrito anteriormente.

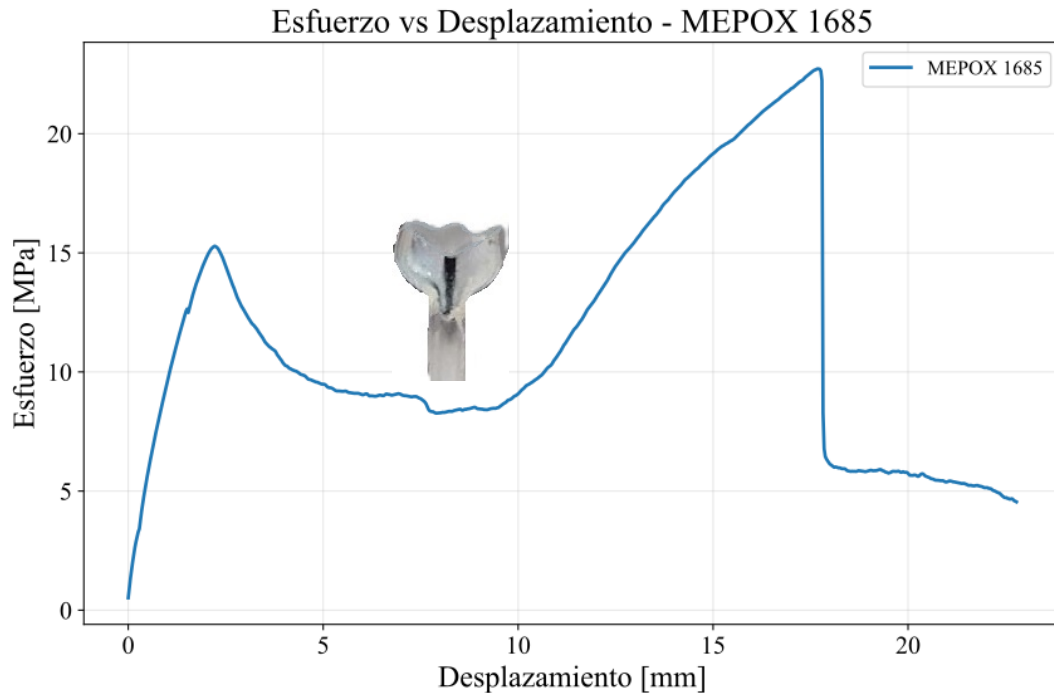


Figura 4.6 Curvas esfuerzo - desplazamiento con la diferencia de comportamiento de este sistema.

4.3 Observaciones microscópicas post ensayo (SEM)

Con el fin de complementar las observaciones macroscópicas realizadas durante la ejecución de los ensayos FBPO, se analizaron mediante SEM superficies representativas de fibras extraídas tras el ensayo. Las micrografías obtenidas permiten examinar la morfología post ensayo de la interfase fibra - matriz y visualizar rasgos asociados a los mecanismos de despegue y deslizamiento desarrollados durante el ensayo.

Para ambos sistemas fibra - matriz, las observaciones se realizaron a cuatro niveles de aumento. El primer nivel permite una visión general de la hebra extraída y de la zona previamente embebida; el segundo nivel se centra en regiones localizadas de la interfase, mientras que el tercer nivel es alguna zona de interés de la interfaz. Finalmente, el cuarto nivel corresponde al análisis a escala de filamentos individuales. Este enfoque facilita una comparación directa entre sistemas y una identificación multiescala de los rasgos interfaciales post ensayo.

La Fig. 4.7 presenta micrografías correspondientes al sistema MEPOX-HTA. A bajo aumento se observa una hebra con una distribución heterogénea de regiones a lo largo de la zona embebida, distinguiéndose sectores donde la fibra aparece mayoritariamente libre de resina, zonas con presencia puntual de matriz residual adherida y áreas correspondientes a la porción de la probeta que conserva el recubrimiento de teflón, el cual quedó contenido dentro del volumen de la matriz durante el moldeo. Esta heterogeneidad confirma que el proceso de despegue no ocurre de manera uniforme a lo largo de toda la longitud embebida.

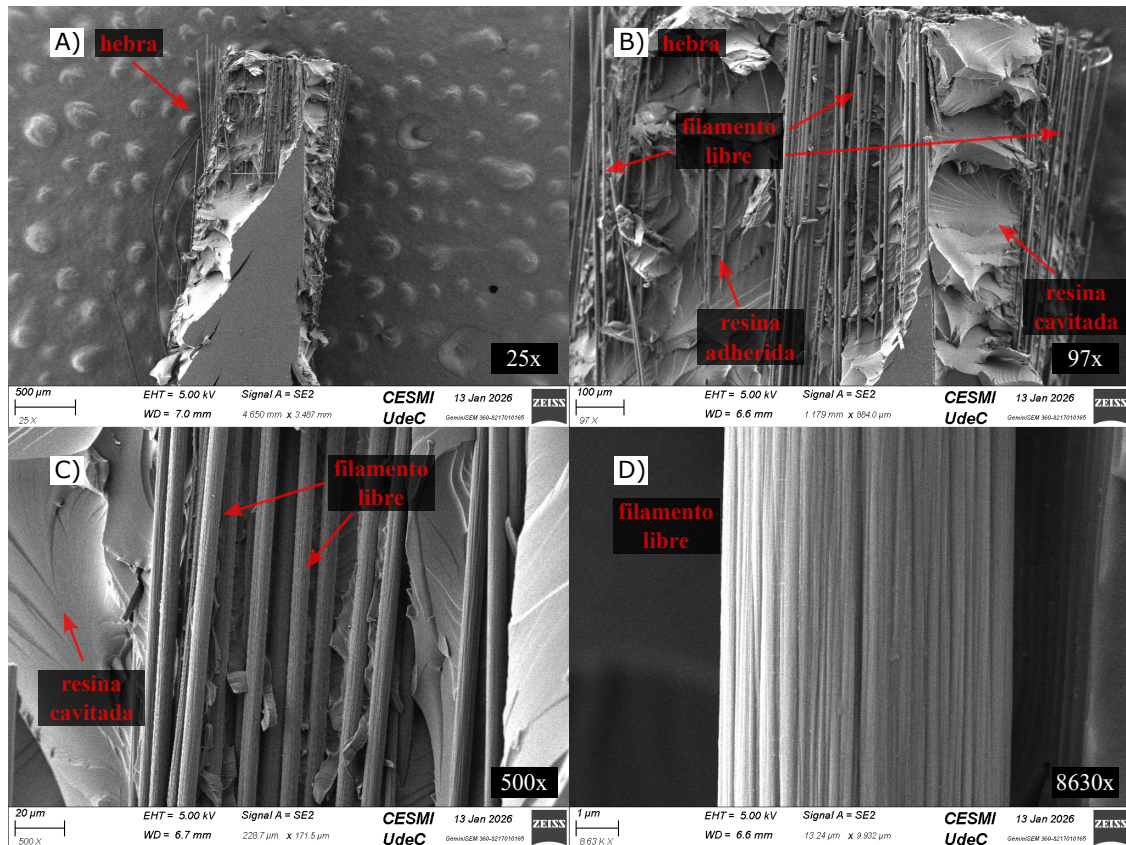


Figura 4.7 Micrografías SEM de A) Probeta MEPOX-HTA, B) Acercamiento zona de la interfase, C) Acercamiento a varios filamentos, D) Acercamiento a filamento individual.

A aumentos intermedios, el sistema MEPOX-HTA muestra una superficie de fibra predominantemente limpia, con residuos de matriz adheridos de forma discontinua y de extensión limitada. A nivel de filamentos individuales se identifican marcas longitudinales asociadas al deslizamiento relativo de la hebra durante la etapa posterior al despegue interfacial, sin evidencia de deformación significativa de la resina adherida. Estas observaciones evidencian un contacto fibra - matriz reducido tras el evento de despegue.

En la Fig. 4.8 se presentan micrografías representativas del sistema EPO-HTA. En la visión global de la hebra se observa una mayor presencia de matriz residual distribuida a lo largo de la zona previamente embebida, junto con regiones donde la fibra permanece parcialmente recubierta. A aumentos intermedios se distinguen zonas con arrastre de resina y deformación plástica local, mientras que el análisis a nivel de filamento individual revela restos de matriz adherida y una topografía superficial más irregular en comparación con el sistema MEPOX-HTA.

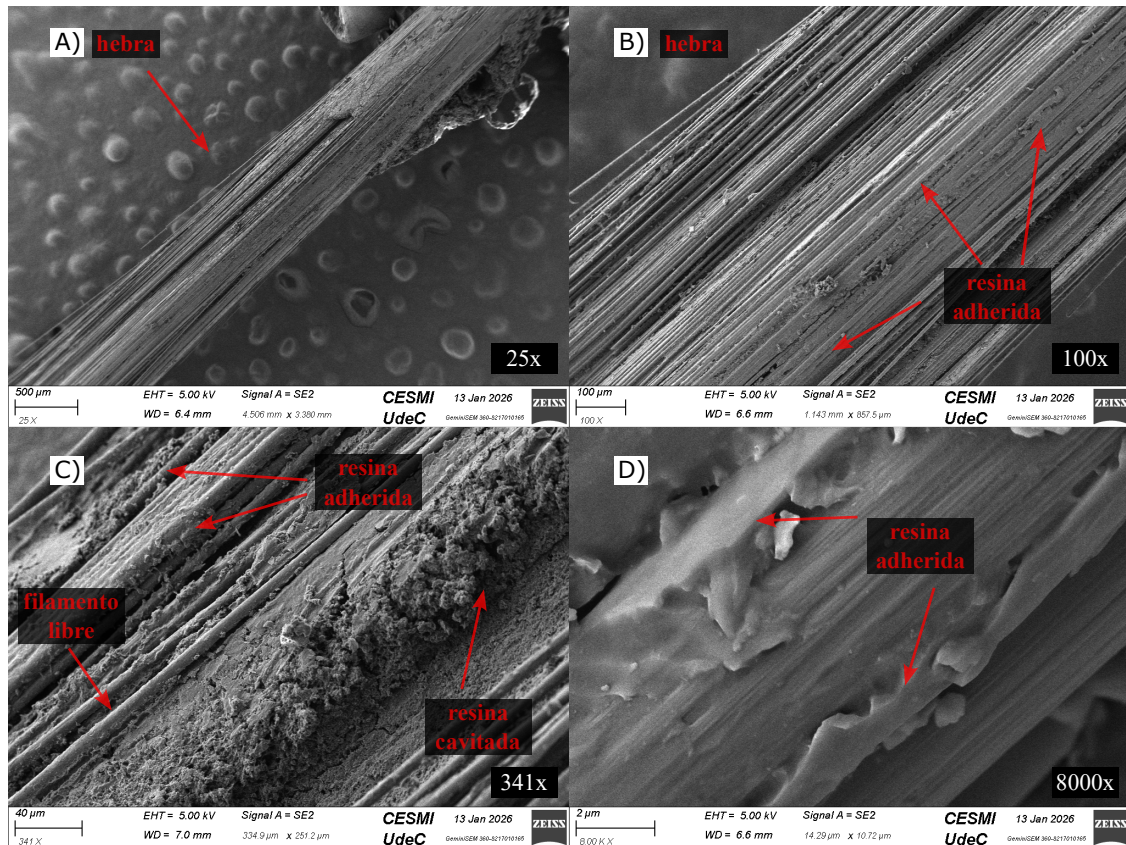


Figura 4.8 Micrografías SEM de A) Probeta EPO-HTA, B) Acercamiento zona de la interfase, C) Acercamiento a varios filamentos, D) Acercamiento a filamento individual.

En ambos sistemas, las micrografías confirman que el mecanismo de falla predominante corresponde al despegue interfacial seguido de deslizamiento de la hebra, sin evidencia de rotura frágil del refuerzo en la zona embebida. Las diferencias observadas en la extensión, localización y morfología de la matriz residual entre los sistemas MEPOX-HTA y EPO-HTA constituyen una evidencia microscópica directa de los distintos comportamientos interfaciales desarrollados durante el ensayo FBPO y complementan los resultados mecánicos presentados previamente. En el Anexo C se muestran micrografías adicionales obtenidas para ambos sistemas.

4.4 Resultados procesados de IFSS aparente

En esta subsección se presentan de manera conjunta los resultados directos obtenidos a partir de las mediciones experimentales de IFSS aparente mediante el ensayo FBPO para los distintos sistemas fibra - matriz evaluados. Los resultados tienen un carácter descriptivo y permiten situar los valores experimentales obtenidos dentro de un contexto comparativo entre sistemas fibra - matriz. El análisis considera un total de 100 ensayos válidos, distribuidos en cuatro grupos según el tipo de fibra y la matriz empleada: EPO-HTA (40 ensayos), EPO-HT (10 ensayos), MEPOX-HTA (40 ensayos) y MEPOX-HT (10 ensayos). Esta distribución muestral permite analizar tanto la influencia del tipo de fibra como el efecto del tipo de matriz epóxica bajo condiciones experimentales controladas.

La Fig. 4.9 muestra el diagrama de caja correspondiente a los valores de IFSS aparente obtenidos para cada sistema fibra - matriz. En el gráfico se representan los valores individuales, la mediana, los cuartiles y la dispersión asociada a cada conjunto de datos, permi-

tiendo una visualización directa de la variabilidad experimental y de las diferencias globales entre los sistemas analizados.

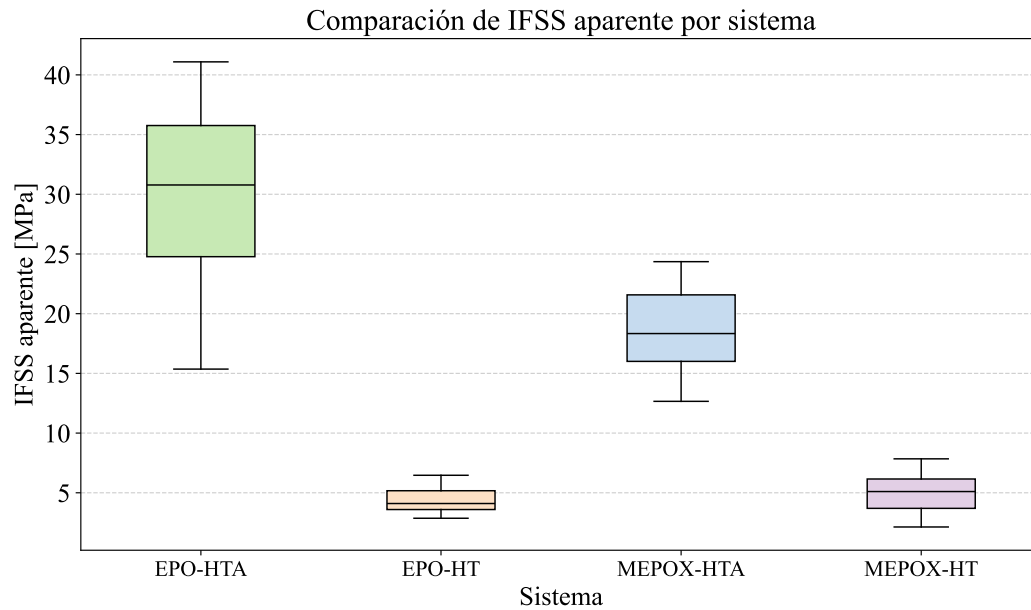


Figura 4.9 Boxplot de los valores de IFSS aparente obtenidos para los sistemas evaluados.

De manera general, se observan diferencias claras tanto en el rango de valores de IFSS aparente como en el nivel de dispersión entre los distintos grupos. Los sistemas con fibra HTA presentan, en términos generales, rangos de IFSS aparente más amplios que sus contrapartes con fibra HT, lo que sugiere una mayor variabilidad interfacial en este tipo de refuerzo. Asimismo, se aprecia que los sistemas fabricados con la resina MEPOX tienden a exhibir una dispersión diferente respecto de aquellos fabricados con la resina EPO, evidenciando que la matriz también influye en la respuesta interfacial medida.

En cuanto a la tendencia central, las medianas de IFSS aparente difieren entre los cuatro sistemas evaluados, indicando comportamientos interfaciales diferenciados que no pueden atribuirse únicamente a la dispersión experimental. En particular, se observa que ciertos sistemas combinan valores medianos más elevados con una dispersión relativamente acotada, mientras que otros presentan medianas similares pero con una variabilidad significativamente mayor.

La Tabla 4.1 resume los estadísticos descriptivos clave asociados a los valores de IFSS aparente para cada sistema fibra - matriz, incluyendo el número de ensayos válidos, la mediana, la media y la desviación estándar. Este análisis constituye la base para los contrastes estadísticos formales y la evaluación de significancia de las diferencias observadas, los cuales se desarrollan en la subsección siguiente.

Tabla 4.1 Estadísticos descriptivos de la IFSS aparente obtenidos mediante el ensayo FBPO.

Sistema	n	Mediana [MPa]	Media [MPa]	Desv. estándar [MPa]
EPO-HTA	40	30,78	29,92	6,79
EPO-HT	10	4,10	4,40	1,30
MEPOX-HTA	40	18,34	18,65	3,37
MEPOX-HT	10	5,10	4,97	1,83

4.5 Comparación con valores FBPO de referencia

Con el objetivo de contextualizar los resultados experimentales obtenidos en este trabajo, se realizó una comparación descriptiva entre los valores de IFSS aparente medidos mediante el ensayo FBPO y los rangos típicos reportados en la literatura para ensayos del mismo tipo.

La Fig. 4.10 presenta, de manera comparativa, los rangos de IFSS aparente recopilados a partir de estudios previos junto con los valores experimentales obtenidos para los sistemas fibra - matriz evaluados. Los rangos de referencia fueron sistematizados a partir de antecedentes bibliográficos relevantes, permitiendo una visualización conjunta tanto de la magnitud como de la dispersión de los valores reportados para el método FBPO.

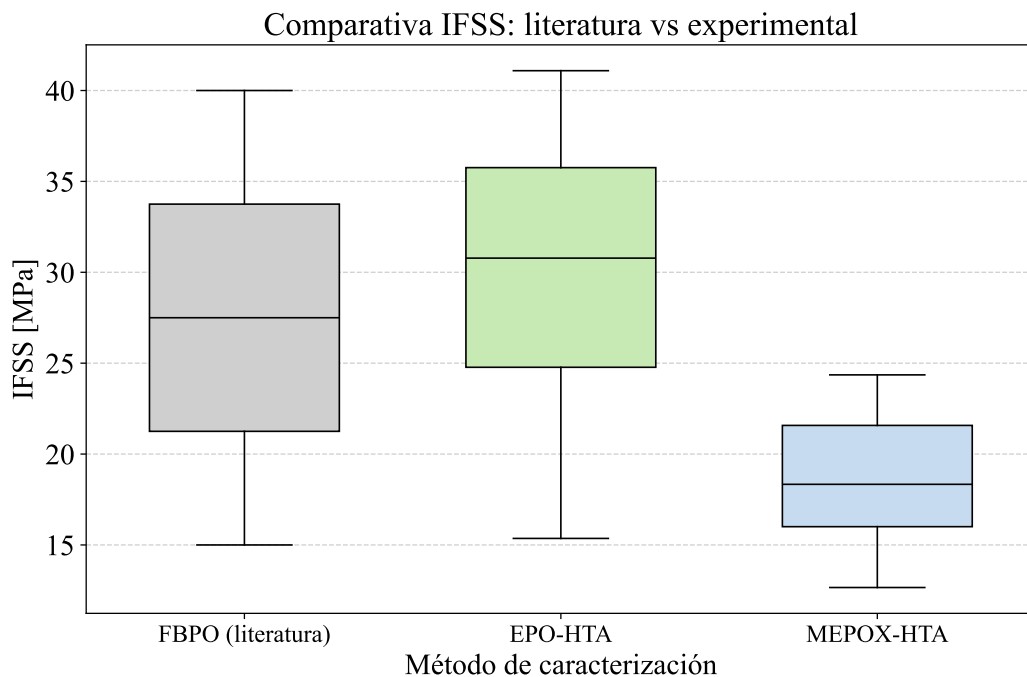


Figura 4.10 Comparación entre los valores de IFSS aparente obtenidos experimentalmente en este estudio y los rangos de IFSS reportados en la literatura para ensayos FBPO.

De la comparación se observa que los valores experimentales obtenidos en este estudio se sitúan dentro del orden de magnitud reportado en la literatura para ensayos FBPO. Asimismo, se aprecia una superposición parcial entre los rangos experimentales y los rangos de referencia, lo que indica una coherencia general entre los resultados obtenidos y los antecedentes previos disponibles para este tipo de ensayo. Las diferencias observadas en la amplitud de los rangos y en los valores centrales reflejan la variabilidad inherente al método y a los sistemas fibra - matriz considerados.

Este análisis tiene un carácter estrictamente descriptivo y permite ubicar los resultados del presente estudio dentro del contexto de valores típicamente reportados para el ensayo FBPO. En este sentido, la figura proporciona un marco de referencia cuantitativo para la interpretación de los resultados y constituye un insumo para el análisis crítico desarrollado en la sección de Discusión.

4.6 Análisis estadístico de los resultados de IFSS aparente

Con el propósito de evaluar la existencia de diferencias estadísticamente significativas entre los sistemas fibra - matriz analizados, se llevó a cabo un análisis estadístico de los valores de IFSS aparente obtenidos experimentalmente mediante el ensayo FBPO. Como parte de este análisis exploratorio, se examinó la forma de las distribuciones y el grado de dispersión de los datos a partir de los histogramas de frecuencia correspondientes a cada sistema.

En la Fig. 4.11 se presenta la distribución asociada al sistema EPO-HTA, la cual exhibe un comportamiento unimodal con una leve asimetría. El gráfico en A) muestra el ajuste del histograma a distintas distribuciones teóricas, mientras que el gráfico B) presenta el ajuste mediante una distribución de Weibull, que muestra una buena concordancia con los datos experimentales en todo el rango de valores analizados.

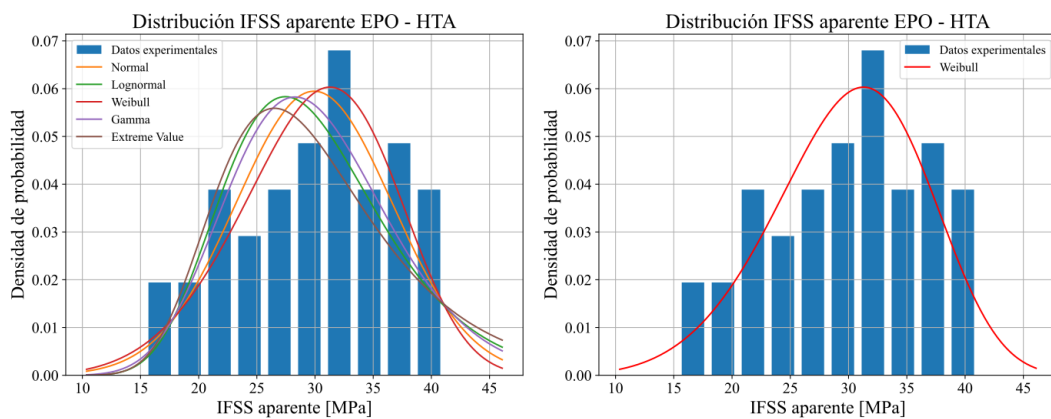


Figura 4.11 Comparación de distribución para IFSS aparente del sistema EPO-HTA. A) Ajuste para diferentes curvas teóricas. B) Ajuste utilizando Weibull.

De manera análoga, la Fig. 4.12 muestra los histogramas obtenidos para el sistema MEPOX-HTA. En este caso, la distribución presenta una dispersión relativamente mayor, reflejando una mayor variabilidad en los valores de IFSS aparente. El ajuste comparativo en A) sugiere que la distribución Gamma describe adecuadamente la forma del histograma, resultado que se confirma en B), donde se observa un buen acuerdo entre la curva teórica y los datos experimentales.

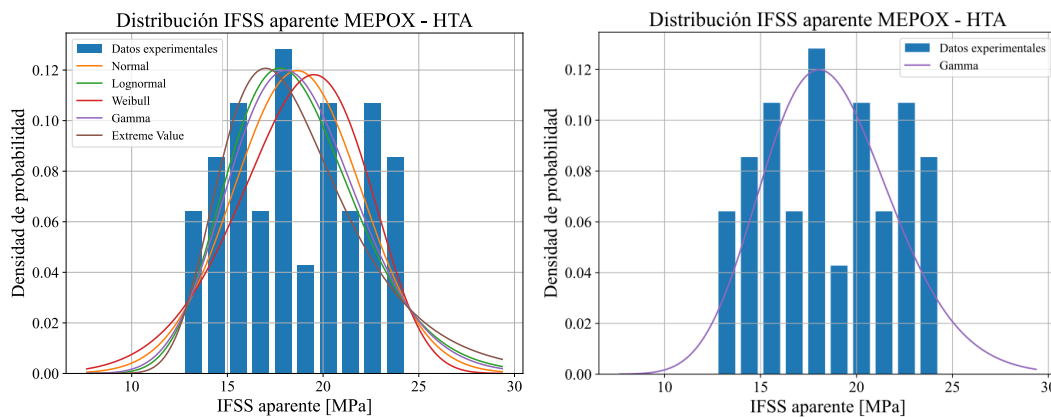


Figura 4.12 Comparación de distribución para IFSS aparente del sistema MEPOX-HTA. A) Ajuste para diferentes curvas teóricas. B) Ajuste utilizando Gamma.

En conjunto, el análisis de los histogramas y de los ajustes a distribuciones teóricas indica que los valores de IFSS aparente presentan distribuciones aproximadamente continuas y unimodales, sin evidencia de multimodalidad ni valores atípicos extremos. Estas observaciones respaldan la aplicación de métodos estadísticos inferenciales para la comparación entre sistemas, cuyos resultados se presentan a continuación.

Sobre la base de las distribuciones mostradas en las Fig. 4.11 y 4.12, se verificaron los supuestos estadísticos requeridos para los contrastes inferenciales. Si bien los ajustes a distribuciones de Weibull y Gamma se emplearon con fines descriptivos, la normalidad de los datos se evaluó mediante la prueba de Shapiro-Wilk, sin detectarse desviaciones significativas en ninguno de los grupos ($p > 0,05$). En contraste, la prueba de Levene evidenció heterogeneidad de varianzas entre los sistemas ($p \ll 0,05$).

Con fines comparativos, se calculó inicialmente un análisis de varianza (ANOVA) de una vía clásico, cuyos resultados se presentan en la Tabla 4.2. El elevado valor del estadístico F y el correspondiente p -valor indican la existencia de diferencias estadísticamente significativas entre las medias de IFSS aparente de los sistemas evaluados. Sin embargo, dado que la prueba de Levene evidenció heterogeneidad de varianzas entre los grupos ($p \ll 0,05$), no se cumple el supuesto de homocedasticidad requerido por este método. En consecuencia, los resultados del ANOVA clásico se consideran únicamente con fines de referencia y no se utilizan como base para la inferencia estadística final.

Tabla 4.2 Análisis de varianza (ANOVA) de una vía para IFSS aparente.

Fuente	Suma de cuadrados	gl	Cuadrado medio	F	p -valor
Entre grupos	8690,60	3	2896,87	121,51	< 0,001
Intra grupos	2288,75	96	23,84		
Total (corr.)	10979,35	99			

En consecuencia, se aplicó un análisis de varianza de Welch, robusto frente a varianzas desiguales y tamaños muestrales desbalanceados. Los resultados de este análisis se muestran en la Tabla 4.3, donde nuevamente se observa la presencia de diferencias estadísticamente significativas entre los sistemas fibra - matriz considerados.

Tabla 4.3 Resultados del ANOVA de Welch para los valores de IFSS aparente.

Prueba	F	gl ₁	gl ₂	p -valor
ANOVA de Welch	279,54	3	36,46	< 0,001

Con el objetivo de identificar específicamente entre qué pares de sistemas se presentan dichas diferencias, se realizó un análisis *post hoc* mediante el método de Games-Howell, adecuado para comparaciones múltiples bajo condiciones de varianzas desiguales. Los resultados de estas comparaciones se resumen en la Tabla 4.4. La mayoría de los pares analizados presentan diferencias estadísticamente significativas en los valores de IFSS aparente, siendo la única excepción la comparación entre los sistemas EPO-HT y MEPOX-HT, para los cuales no se detectaron diferencias significativas bajo el nivel de significancia considerado.

Tabla 4.4 Comparaciones múltiples mediante el método de Games-Howell.

Grupo A	Grupo B	Δ media	p -valor	Significativo
EPO-HTA	EPO-HT	25,52	< 0,001	Sí
EPO-HTA	MEPOX-HTA	11,27	< 0,001	Sí
EPO-HTA	MEPOX-HT	24,96	< 0,001	Sí
EPO-HT	MEPOX-HTA	-14,25	< 0,001	Sí
EPO-HT	MEPOX-HT	-0,57	0,85	No
MEPOX-HTA	MEPOX-HT	13,69	< 0,001	Sí

Los resultados del análisis *post hoc* indican que la mayoría de las comparaciones entre pares de sistemas presentan diferencias estadísticamente significativas en los valores de IFSS aparente. La única excepción corresponde a la comparación entre los sistemas EPO-HT y MEPOX-HT, para los cuales no se detectaron diferencias significativas bajo el nivel de significancia considerado.

En conjunto, los resultados estadísticos aquí presentados confirman la existencia de diferencias entre los sistemas fibra - matriz evaluados. La interpretación física de estas diferencias y su relación con las características de los materiales y del proceso de fabricación se desarrollan en la sección de Discusión.

5 Discusión de resultados

En esta sección se interpretan los resultados experimentales obtenidos, se analiza su coherencia interna y se discute su relación con el estado del arte en el estudio de la adhesión fibra - matriz, en el contexto de su evaluación mediante el ensayo Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO). La discusión se centra en el análisis de las tendencias observadas en los resultados, su consistencia con antecedentes reportados en la literatura y su vínculo con las características de los sistemas fibra - matriz evaluados.

El análisis se apoya tanto en los resultados cuantitativos derivados de la estimación de la IFSS aparente como en las observaciones visuales realizadas durante la ejecución de los ensayos, las cuales permiten verificar la correspondencia entre los registros experimentales obtenidos y el mecanismo físico de despegue interfacial identificado.

Asimismo, se abordan las principales limitaciones del estudio, considerando aspectos experimentales, geométricos y metodológicos asociados a la implementación del ensayo FBPO. Finalmente, se discuten las implicancias de los resultados obtenidos para la caracterización interfacial a mesoescala y se plantean proyecciones para trabajos futuros orientados a la mejora, validación y extensión del método.

5.1 Interpretación de los resultados

Los resultados presentados en el capítulo anterior evidencian diferencias claras en la respuesta interfacial de los sistemas fibra - matriz evaluados, tanto en términos de la magnitud de la IFSS aparente como de la dispersión experimental asociada. El análisis conjunto de estos resultados permite identificar patrones globales de comportamiento entre sistemas, así como la presencia de variabilidad intrínseca y de comportamientos atípicos, los cuales deben interpretarse a la luz de las condiciones experimentales y de las particularidades del ensayo Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO).

De manera general, la variabilidad observada entre los distintos sistemas evaluados es coherente con la sensibilidad del ensayo FBPO a factores microestructurales del refuerzo y de la interfaz fibra - matriz, tales como el estado superficial de la fibra, la calidad del mojado y el grado de confinamiento impuesto por la matriz. La dispersión registrada en los valores de IFSS aparente refleja tanto la heterogeneidad inherente a los materiales compuestos como las limitaciones experimentales asociadas a la preparación de probetas, la alineación axial y la ejecución del ensayo sobre haces de fibras. En este contexto, el análisis de tendencias relativas entre sistemas resulta más informativo que la comparación puntual de valores individuales, en particular al considerar el carácter método - dependiente de la métrica obtenida.

Cabe destacar que los valores reportados corresponden a una IFSS aparente, definida a partir de la fuerza característica de despegue interfacial y de una aproximación geométrica del área embebida. En consecuencia, la magnitud absoluta de la IFSS debe interpretarse dentro del marco específico del método FBPO y de las hipótesis geométricas adoptadas en este estudio. Bajo este enfoque, las comparaciones relativas entre sistemas fibra - matriz evaluados se consideran más robustas y representativas desde el punto de vista experimental que la interpretación aislada de valores absolutos.

5.2 Relación entre IFSS y micrografías SEM post ensayo

Las observaciones microscópicas post ensayo mediante SEM permiten complementar la interpretación de la respuesta mecánica obtenida en los ensayos FBPO, aportando evidencia directa sobre los mecanismos interfaciales activados durante el despegue y el deslizamiento de la hebra. En particular, el análisis comparativo entre los sistemas MEPOX-HTA y EPO-HTA revela diferencias morfológicas consistentes con las tendencias observadas en los valores de IFSS aparente, reforzando la coherencia entre los resultados mecánicos y la evidencia microscópica.

Las micrografías obtenidas a bajo aumento permiten una apreciación global de la hebra extraída, mostrando una distribución heterogénea de regiones a lo largo de la zona previamente embebida. En ambos sistemas se identifican sectores con matriz residual adherida, zonas donde la fibra aparece prácticamente libre de resina y regiones correspondientes a la porción de la probeta que conserva el recubrimiento de teflón, el cual quedó contenido dentro del volumen de la matriz. Esta visión global confirma que el proceso de despegue interfacial no ocurre de manera uniforme sobre toda la longitud embebida, sino que progresa de forma localizada y dependiente de las condiciones interfaciales.

Al analizar micrografías a aumentos intermedios, centradas en zonas específicas de la interfaz, se evidencian diferencias más claras entre los sistemas evaluados. En el caso del sistema EPO-HTA, se observa una mayor presencia de matriz adherida a la superficie de la hebra, así como una transición más gradual entre regiones con y sin resina. En contraste, el sistema MEPOX-HTA presenta áreas más extensas de fibra expuesta, con una menor cantidad de residuos de matriz, sugiriendo un despegue interfacial más limpio y una interacción interfacial menos efectiva a nivel local. Estas observaciones son coherentes con las diferencias relativas de IFSS aparente reportadas en los resultados mecánicos.

El análisis a mayor aumento, focalizado en filamentos individuales, refuerza esta interpretación al mostrar la naturaleza local de la adhesión fibra - matriz. En los filamentos del sistema EPO-HTA se identifican restos de matriz adherida y una topografía superficial más irregular, compatible con mecanismos de anclaje mecánico y una mayor eficiencia en la transferencia de carga. Por el contrario, los filamentos correspondientes al sistema MEPOX-HTA tienden a presentar superficies más limpias y homogéneas, lo que sugiere un predominio de mecanismos de fricción tras el despegue inicial. Cabe señalar que el análisis se realizó sobre filamentos individuales seleccionados de una hebra, lo que introduce un sesgo muestral inherente y limita la extrapolación directa de estas observaciones al comportamiento global de la hebra.

La coexistencia de regiones con distinta morfología interfacial dentro de una misma hebra confirma que el evento de despegue interfacial identificado en las curvas fuerza - desplazamiento representa un proceso global resultante de múltiples eventos locales, más que una separación instantánea y uniforme de toda el área embebida. Este carácter progresivo del despegue es intrínseco al ensayo FBPO y explica, al menos en parte, la dispersión observada en los valores de IFSS aparente, incluso bajo condiciones experimentales controladas (ver Anexo C).

En conjunto, la correlación entre las tendencias mecánicas observadas en los ensayos FBPO y las evidencias microscópicas obtenidas a distintos niveles de aumento refuerza la interpretación de la IFSS aparente como una métrica sensible a variaciones microestructurales de la interfaz fibra - matriz. Las observaciones SEM no solo respaldan las diferencias identificadas entre los sistemas MEPOX-HTA y EPO-HTA, sino que también ponen de relieve el

valor del análisis microscópico como herramienta de apoyo para la discusión de los mecanismos interfaciales activados durante el ensayo FBPO.

5.3 Discusión del análisis estadístico del IFSS aparente

El análisis estadístico realizado mediante ANOVA de Welch (Tabla 4.3) evidenció la existencia de diferencias significativas entre los valores de IFSS aparente correspondientes a los sistemas fibra - matriz evaluados. La utilización de este enfoque resulta adecuada considerando la presencia de heterogeneidad de varianzas y el desbalance en el número de probetas por sistema, condiciones que invalidan los supuestos del ANOVA clásico y que son habituales en estudios experimentales de caracterización interfacial a mesoescala.

Las comparaciones múltiples realizadas mediante el método de Games-Howell (Tabla 4.4) indican que los sistemas que emplean fibra de grado aeroespacial presentan valores de IFSS aparente significativamente superiores en comparación con aquellos fabricados con fibra genérica, para ambas matrices evaluadas. Este resultado sugiere que el tipo de fibra constituye un factor dominante en la eficiencia de la transferencia de esfuerzos en la interfaz fibra - matriz, superando el efecto asociado al tipo de matriz dentro del rango experimental considerado.

La magnitud de las diferencias observadas, junto con su consistencia estadística, indica que el efecto asociado al tipo de fibra no solo es estadísticamente significativo, sino también experimentalmente relevante. Esta observación es coherente con las evidencias visuales registradas durante el ensayo FBPO, donde los sistemas con fibra de grado aeroespacial presentan un comportamiento más homogéneo en la región embebida y un deslizamiento más estable tras el despegue interfacial.

En contraste, no se observaron diferencias estadísticamente significativas entre los sistemas EPO-HT y MEPOX-HT, tal como se aprecia en la Tabla 4.4. Este comportamiento sugiere que, cuando se emplea fibra genérica, las variaciones en la matriz polimérica no se traducen en cambios relevantes en la IFSS aparente. En estos sistemas, la respuesta interfacial parece estar gobernada principalmente por características intrínsecas del refuerzo (tales como la calidad superficial, la variabilidad geométrica y las condiciones de *sizing*) más que por la naturaleza química de la matriz.

Adicionalmente, la menor dispersión relativa observada en los sistemas con fibra de grado aeroespacial, en comparación con aquellos fabricados con fibra genérica, es coherente con un mayor control en los procesos de fabricación y en las propiedades superficiales del refuerzo. Esta diferencia en la dispersión contribuye a explicar la heterocedasticidad detectada en el análisis estadístico y refuerza la pertinencia del uso de métodos robustos, como el ANOVA de Welch, para la comparación de sistemas con niveles de variabilidad y características microestructurales distintas.

En conjunto, la consistencia entre los resultados obtenidos en este estudio y los observados en análisis preliminares realizados con conjuntos de datos más reducidos respalda la reproducibilidad del comportamiento experimental y refuerza la aplicabilidad del método FBPO como herramienta de caracterización de la IFSS aparente a mesoescala para los sistemas fibra - matriz evaluados.

5.4 Relación con el estado del arte

Los resultados obtenidos en este estudio se contrastan con los rangos típicos de IFSS reportados en la literatura para ensayos de tipo Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO), así como para otros métodos micromecánicos afines utilizados en la caracterización de la adhesión fibra - matriz. En términos generales, los valores experimentales determinados se sitúan dentro de los intervalos comúnmente reportados, lo que indica una concordancia razonable con antecedentes previos [4,10,18], aun considerando las diferencias inherentes en materiales, escalas de análisis y condiciones experimentales entre distintos estudios.

Esta concordancia se manifiesta principalmente en el orden de magnitud de los valores de IFSS y en las tendencias relativas observadas entre sistemas fibra - matriz, más que en la coincidencia exacta de valores puntuales. Este comportamiento es coherente con lo ampliamente documentado en la literatura respecto del carácter método - dependiente de la IFSS, particularmente en ensayos de tipo *pull-out*, donde la definición geométrica, el estado tensional local y los criterios de reducción influyen directamente en la magnitud reportada.

Las discrepancias observadas respecto de algunos valores de referencia pueden atribuirse a una combinación de factores metodológicos y microestructurales ampliamente discutidos en el estado del arte [10]. Entre estos se incluyen variaciones en el *sizing* de las fibras, el grado de compactación de la hebra, el procedimiento de curado de la matriz, la definición de la longitud embebida efectiva y las condiciones de aplicación de carga durante el ensayo. Estos factores constituyen fuentes reconocidas de dispersión en la medición del IFSS mediante ensayos de tipo *pull-out*, y refuerzan la necesidad de interpretar los resultados en términos de tendencias comparativas más que de valores absolutos.

Desde esta perspectiva, los resultados obtenidos confirman la utilidad del ensayo FBPO como una herramienta comparativa y reproducible para el análisis de la adhesión fibra - matriz a mesoescala. Los valores de IFSS aparente medidos en este estudio se sitúan dentro del rango típicamente reportado en la literatura para sistemas epóxicos caracterizados mediante FBPO (aproximadamente 15 - 40 (MPa) [4,18]), con medianas del orden de ~ 30 (MPa) para EPO-HTA y ~ 18 (MPa) para MEPOX-HTA, mientras que los sistemas con fibra HT presentan valores sustancialmente menores, lo que sugiere la presencia de efectos experimentales asociados al *sizing* de la fibra, los cuales influyeron en las condiciones de anclaje durante el ensayo FBPO más que en la adhesión interfacial propiamente tal.

Estas diferencias se correlacionan directamente con la evidencia microestructural obtenida por SEM: los sistemas con mayor IFSS aparente exhiben una mayor presencia de matriz residual adherida a la superficie de la fibra, mientras que aquellos con menores valores muestran superficies más limpias, indicativas de un despegue interfacial temprano y mecanismos dominados por fricción. En este contexto, el FBPO se posiciona como una técnica adecuada para la evaluación relativa de la respuesta interfacial entre sistemas fibra - matriz bajo condiciones experimentales controladas, más que como un método para la determinación absoluta de propiedades interfaciales. Cabe señalar que estas interpretaciones se basan en observaciones locales a nivel de filamento individual, lo que limita la extrapolación directa al comportamiento global del refuerzo y sugiere la conveniencia de complementar este enfoque con ensayos micromecánicos o técnicas adicionales de caracterización interfacial [15].

5.5 Limitaciones del estudio

El presente estudio presenta limitaciones que deben considerarse al interpretar los resultados obtenidos. Entre las principales se encuentra la variabilidad experimental inherente al

método Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO), así como el número reducido de probetas válidas en algunos sistemas, condicionado por la aplicación de criterios de *muestra válida*. A ello se suman restricciones asociadas al montaje experimental y a la preparación de los haces de fibra, las cuales pueden introducir dispersión adicional en los resultados.

Asimismo, la estimación de la IFSS aparente es sensible a la medición de parámetros geométricos tales como la longitud embebida ℓ_e y el diámetro o ancho equivalente de la hebra, lo que introduce fuentes adicionales de incertidumbre. Estas limitaciones no comprometen la identificación de tendencias relativas entre los sistemas evaluados, pero deben ser consideradas al comparar los resultados con estudios previos y al extrapolar los valores obtenidos a otras configuraciones de materiales o condiciones de ensayo.

Adicionalmente, la simplificación geométrica empleada para la estimación del área embebida, si bien es consistente con la configuración experimental observada y con la identificación visual de la región interfacial, constituye una aproximación que no captura posibles irregularidades locales en la interfaz fibra - matriz. No obstante, dado que esta aproximación se aplica de manera consistente a todos los sistemas evaluados, no afecta la validez de las comparaciones relativas realizadas dentro del marco experimental del presente estudio.

5.6 Implicancias y proyecciones

En conjunto, los resultados obtenidos permiten establecer una base experimental sólida para la aplicación del ensayo Fiber-Bundle Pull-Out (FBPO) a mesoescala, demostrando su capacidad para discriminar entre sistemas fibra - matriz con diferentes características del refuerzo bajo condiciones experimentales controladas.

Los resultados de este trabajo ponen de manifiesto la influencia del tipo de fibra en la respuesta interfacial de los sistemas evaluados mediante el ensayo FBPO, resaltando la necesidad de considerar las características del refuerzo al interpretar valores de IFSS aparente. En este sentido, el estudio refuerza el uso del FBPO como una herramienta sensible a variaciones microestructurales y de tratamiento superficial de la fibra, y evidencia su utilidad para la comparación relativa de sistemas fibra - matriz más que para la determinación absoluta de propiedades interfaciales.

A partir de los resultados obtenidos y de las limitaciones identificadas, se proyecta la optimización del protocolo experimental mediante la ampliación del tamaño muestral y el refinamiento del control geométrico y de la alineación axial durante el ensayo. Asimismo, la incorporación de técnicas complementarias de caracterización interfacial, tales como análisis superficial de las fibras o ensayos micromecánicos alternativos, permitiría profundizar en la interpretación de los mecanismos responsables del comportamiento observado.

De manera complementaria, la implementación de modelos numéricos orientados a la descripción de la transferencia de carga y del despegue interfacial a mesoescala podría contribuir a una comprensión más detallada del fenómeno, fortaleciendo la integración entre resultados experimentales y análisis teórico.

En este contexto, el presente trabajo contribuye a la sistematización del uso del ensayo FBPO como herramienta de caracterización interfacial, proporcionando criterios experimentales y analíticos que pueden ser extendidos, refinados y validados en estudios futuros orientados al análisis de la adhesión fibra - matriz.

6 Conclusiones

En el presente trabajo se implementó el ensayo *Fiber-Bundle Pull-Out* como técnica de caracterización interfacial a mesoescala en materiales compuestos reforzados con fibras, cumpliendo el objetivo de determinar la resistencia al corte interfacial y evaluar la utilidad del método como herramienta confiable para el estudio de la adhesión fibra - matriz.

Se diseñó y fabricó un sistema experimental que incluyó mordazas, moldes y probetas, incorporando criterios de precisión geométrica, reproducibilidad y compatibilidad con equipos de tracción convencionales. El sistema desarrollado permitió la fabricación consistente de probetas y la ejecución controlada de los ensayos FBPO, constituyendo una base experimental robusta para la obtención de resultados repetibles y trazables.

El ensayo FBPO fue implementado de manera reproducible en probetas de material compuesto fabricadas con dos matrices poliméricas y dos tipos de fibra de carbono. A partir de un total de 100 ensayos válidos, se obtuvieron valores experimentales de IFSS aparente que describen la interacción fibra - matriz y evidencian diferencias claras entre los sistemas evaluados, tanto en términos de magnitud como de dispersión experimental. Además, las observaciones microscópicas post ensayo realizadas mediante SEM permitieron identificar zonas donde la resina permanecía adherida, zonas de fibra libre de matriz y regiones donde aún permanecía el teflón utilizado durante la fabricación, confirmando la heterogeneidad de la interacción interfacial.

Los análisis estadísticos basados en ANOVA de Welch y comparaciones múltiples del tipo Games-Howell indicaron que el tipo de fibra constituye el factor dominante en la respuesta interfacial dentro del rango experimental estudiado, mientras que el efecto del tipo de matriz resulta secundario cuando se emplea fibra genérica. La comparación entre los sistemas MEPOX-HTA y EPO-HTA mostró que las diferencias en la adhesión dependen tanto de la matriz como de la combinación con la fibra de grado aeroespacial, siendo observables a distintos niveles de aumento: de la hebra completa, por zonas y a un solo filamento, lo que permitió una evaluación microscópica multiescala de la interfase, considerando desde la hebra completa hasta el análisis de filamentos individuales.

La comparación de los valores obtenidos con rangos de IFSS reportados en la literatura para ensayos FBPO permitió contextualizar los resultados experimentales y evidenció una concordancia razonable con estudios previos, reforzando la aplicabilidad del método implementado como técnica de caracterización interfacial a mesoescala. Los hallazgos SEM aportan evidencia directa de los distintos mecanismos de despegue y deslizamiento interfacial, complementando la información obtenida a nivel macroscópico y reforzando la interpretación de los valores de IFSS.

En conjunto, los resultados obtenidos confirman que el ensayo FBPO, acompañado de un diseño experimental cuidadosamente controlado y de un análisis estadístico apropiado, constituye una herramienta reproducible y acorde para la evaluación comparativa de la adhesión fibra - matriz en materiales compuestos. Esta metodología permite sistematizar la caracterización interfacial a mesoescala e integrar evidencia mecánica y microscópica, si bien la validación mecánica absoluta del método requiere su contraste con técnicas micromecánicas ya establecidas, aspecto que se aborda como parte del trabajo futuro.

6.1 Trabajo futuro

Asimismo, resulta necesario contrastar los valores de IFSS aparente obtenidos mediante el ensayo FBPO con resultados provenientes de técnicas micromecánicas de referencia, tales como *single fiber pull-out*, *microbond* o ensayos de fragmentación, con el fin de evaluar la consistencia cuantitativa entre métodos y delimitar con mayor precisión el alcance del FBPO como técnica de caracterización mecánica interfacial. Esta comparación permitiría establecer relaciones entre escalas de análisis y fortalecer la validación del método desde una perspectiva mecánica.

A partir de los resultados obtenidos y de las limitaciones identificadas en el presente estudio, se proponen líneas de trabajo futuro orientadas a mejorar la robustez del método experimental Fiber-Bundle Pull-Out. En particular, se plantea la optimización del diseño experimental, incluyendo la fabricación de mordazas específicas que mejoren la alineación de la hebra de fibras, reduzcan efectos de flexión y minimicen daños durante la sujeción, contribuyendo a disminuir la variabilidad experimental y aumentar la reproducibilidad de los resultados.

De manera complementaria, se propone explorar modelos numéricos orientados a la descripción de la transferencia de carga y del despegue interfacial a mesoescala, integrando los resultados experimentales y las observaciones microscópicas con la predicción de tensiones locales y del comportamiento de la IFSS aparente. En conjunto, estas líneas de trabajo permitirían consolidar el uso del ensayo FBPO como una herramienta comparativa y reproducible para el análisis de la adhesión fibra - matriz bajo distintas configuraciones y condiciones de procesamiento.

Referencias

- [1] D. Hull and T. W. Clyne, *An Introduction to Composite Materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 2 ed., 1996.
- [2] A. Kelly and C. Zweben, eds., *Comprehensive Composite Materials*. Amsterdam: Elsevier, 2000.
- [3] S. Gao and J. Kim, “Pull-out strength and interfacial debonding of fibers in thermoplastic matrices: recent developments,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 68, pp. 1–12, 2015.
- [4] S. Ahmadvash-Aghbash, I. Verpoest, Y. Swolfs, and M. Mehdikhani, “Methods and models for fibre–matrix interface characterisation in fibre-reinforced polymers: A review,” *International Materials Reviews*, vol. 68, no. 8, pp. 1245–1319, 2024.
- [5] J. Liu, H. Liu, and X. Yang, “Interfacial shear strength of carbon fiber composites: A review of experimental techniques and numerical simulations,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 142, pp. 199–214, 2021.
- [6] I. Goda, E. Padayodi, and R. R. Nirina, “Computational analysis of the interfacial debonding in polymer composites: research progress and challenges,” *Advanced Composites and Hybrid Materials*, vol. 7, p. 231, 2024.
- [7] “Din spec 19289: Fibre-reinforced composites – determination of the interfacial shear strength by single-fibre pull-out test (wipull method),” 2022. Disponible en DIN Standards.
- [8] “Iso 19375: Fibre-reinforced composites – measurement of interfacial shear strength by means of a micromechanical single-fibre pull-out test,” 2024.
- [9] R. Fischer and B. Andre, “Characterization of the fiber–matrix interface in composites with pull-out tests: A review,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 134, p. 106090, 2020.
- [10] A. De Leon, M. Tank, and R. Sweat, “A scalable fiber bundle pullout manufacturing method for data-driven interfacial shear strength measurements of micro and nanomaterials,” *Composites Science and Technology*, vol. 222, p. 109375, 2022.
- [11] J. Zhou, Y. Li, N. Li, X. Hao, and C. Liu, “Interfacial shear strength of microwave processed carbon fiber/epoxy composites characterized by an improved fiber-bundle pull-out test,” *Composites Science and Technology*, vol. 133, pp. 173–183, 2016.
- [12] “Iso 3341: Textiles – glass yarns – determination of breaking force and breaking elongation,” 2000.
- [13] “Din 29965: Carbon fibre filament yarns – technical specification for aerospace applications,” 1992.
- [14] “Astm d4475 – standard test method for apparent horizontal shear strength of pultruded reinforced plastic rods by the short-beam method,” 2021.
- [15] D.-W. Lee and J.-I. Son, “Research on simple joint method using fiber-metal laminate design for improved mechanical properties of cfrp assembly structure,” *Composites Part B: Engineering*, 2018.

- [16] B. Miller, P. Muri, and L. Rebenfeld, “A microbond method for determination of the shear strength of fiber/resin interface,” *Composites Science and Technology*, vol. 31, no. 2, pp. 89–100, 1987.
- [17] X. Ouyang, Y. Sun, and J. Zhang, “Measurement of interfacial shear strength of fiber–matrix using modified pull-out test,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 770, p. 138453, 2020.
- [18] R. Ahmadvash Aghbash and M. Yildiz, “Methods and models for fibre–matrix interface characterisation in fibre–reinforced polymer composites: A review,” *Materials*, vol. 16, no. 14, p. 4985, 2023.
- [19] A. F. Cabezón Escárate and S. V. Santos Rivera, “Comparación de técnicas de medición de propiedades de corte interfacial en materiales compuestos,” proyecto de ingeniería, Universidad de Concepción, Concepción, Chile, Dec. 2024.
- [20] F. N. Romero Yanine, “Evaluación del método de iosipescu para determinación de resistencia al corte (ifss) y su aplicación en fibras de carbono recicladas,” tesis de magíster, Universidad de Concepción, Concepción, Chile, June 2025.
- [21] L. Schraa, C. Rodricks, G. Kalinka, K. Roetsch, C. Scheffler, A. Sambale, K. Uhlig, M. Stommel, and V. Trappe, “Characterisation and modelling of the fibre–matrix interface of short fibre reinforced thermoplastics using the push-out technique,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 297, p. 112317, 2025.
- [22] W. Li, W. Chen, L. Tang, Z. Jiang, and P. Huang, “A general strength model for fiber bundle composites under transverse tension or interlaminar shear,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 121, pp. 45–55, 2019.
- [23] P. Bussetta and N. Correia, “Numerical forming of continuous fibre reinforced composite material: A review,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 113, pp. 12–31, 2018.
- [24] “Iso 2062: Textiles – yarns – determination of breaking force and elongation at break,” 2019.
- [25] “Astm d3822 – standard test method for tensile properties of single textile fibers,” 2019.
- [26] A. Bunsell, *Fundamentals of Fiber Reinforced Composite Materials*. Cambridge: Woodhead Publishing, 2 ed., 2017.
- [27] S. Rao, *Composite Materials: Science and Engineering*. Berlin: Springer, 2001.
- [28] H. Clemens and B. Sharma, “Advances in understanding interfacial shear strength in composite materials,” *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 118, pp. 1–15, 2017.
- [29] J. Brandstetter, K. Kromp, H. Peterlik, and R. Weiss, “Effect of surface roughness on friction in fibre-bundle pull-out tests,” *Composites Science and Technology*, vol. 65, pp. 981–988, 2005.
- [30] K. A. Allen, L. T. Kearney, S. Gupta, H. Ghossein, J. K. Keum, J. T. Damron, H. E. Humphrey, U. Vaidya, and A. K. Naskar, “Understanding interfacial crystallization dynamics on carbon fiber reinforced polypropylene composite manufacturing,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 291, p. 112027, 2025.

- [31] Y. Xu, J. Zhu, L. Zhou, B. Yang, Z. Liu, Y. Liu, L. Tang, and Z. Jiang, “Measurement of tensile and shear strength of interfacial bonding in fiber reinforced soft composites combining experiments and simulation,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 183, p. 108221, 2024.
- [32] A. F. Escárate Cabezón, “Simulación por elementos finitos del ensayo *Transverse Tensile Bundle Test* en materiales compuestos,” Aug. 2025.

A Carta Gantt

En esta sección se presentará la planificación del proyecto en formato de carta Gantt.

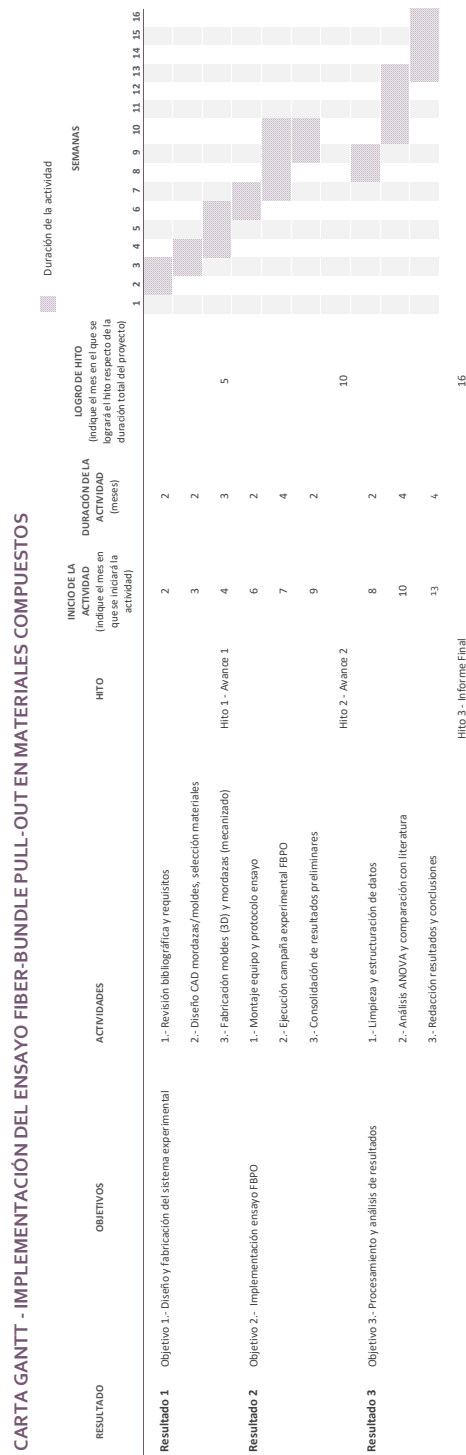


Figura A.1 Carta Gantt del proyecto.

B Repositorio IFSS

En esta sección se presenta el repositorio de valores de IFSS recopilados de la literatura.

Escala	Material	Tipo test	IFSS	Referencia paper
Micro	CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	23.8±6.6 / 47.3±15.4	[15]
Micro	AS4 CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	68.3	[145]
Micro	PAN-based T50 CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	40±1	[71]
Micro	AS4 CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	-	[146]
Micro	AS4 CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	-	[81]
Micro	AS4 CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	48	[147]
Micro	IM6G CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	58	[147]
Micro	HMS4 CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	40	[147]
Micro	HMS CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	36±6	[148]
Micro	IMD CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	66±15	[148]
Micro	CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	30.1±0.9 / 41.9±7.2	[149]
Micro	Unsize CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	25.9±0.9 / 36.8±6.5	[149]
Micro	T300 CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	56.1 / 54.3	[150]
Micro	T700 CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	39.9 / 41.9	[150]
Micro	T1000 CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	42.1 / 45.2	[150]
Micro	T300 CF-Epoxy (FEM)	SFFT (single-fibre fragmentation)	60–75 / 100 / 125	[38]
Micro	T700S CF-Epoxy	SFFT (single-fibre fragmentation)	18.7	[]
Micro	CF-Epoxy	Single-fibre pull-out	64.6±8.2 / 84.1±19.4	[15]
Micro	AS4-DGEBA Epoxy	Single-fibre pull-out	61±2 / 88±5	[174]
Micro	AS2-EPON 815	Single-fibre pull-out	48±4	[174]
Micro	T300-Epoxy	Single-fibre pull-out	43.7±4.8	[231]
Micro	T700SC-Epoxy	Single-fibre pull-out	36.3±4.3	[231]
Micro	HMS40-Epoxy	Single-fibre pull-out	41±2	[188]
Micro	CF-Epoxy	Single-fibre pull-out	72.7	[??]
Micro	CF-Epoxy	Microbond	48.3±14.1 / 69.7±19.7	[15]
Micro	Celion CF-Epoxy	Microbond	57	[238]
Micro	AS4 CF-Epoxy (quasi-disk)	Microbond	20±1.65	[256,273]
Micro	AS4 CF-Epoxy (droplet)	Microbond	33.7±8.93	[256,273]
Micro	AS4 CF-Epoxy	Microbond	35.7–54.7	[265]
Micro	AS4 CF-Epoxy	Microbond	50.3	[250]
Micro	AU4 CF-Epoxy	Microbond	23.4	[250]
Micro	AS4 CF-Epoxy	Microbond	55.3 / 37.1–73.3	[264]
Micro	HM40 CF-Epoxy	Microbond	33±4 / 40±4 / 39±5	[291]
Micro	HMS40 CF-Epoxy	Microbond	37±4 / 47±4 / 50±5	[291]
Micro	CNT Fibre-Epoxy	Microbond	14.4	[314]
Micro	T300 CF-Epoxy	Microbond	65±3 / 59±2	[319]
Micro	CF-Epoxy	Push-in	1.67–8.7	[338]
Micro	CF-Epoxy (FEM)	Push-in	50–100	[330]
Micro	T800 CF-Epoxy	Push-in	63±5	[330]
Micro	AS4-8552 Epoxy	Push-in	64±2.6	[350]
Micro	AS4-8552 Epoxy	Push-in	31±1.9	[351]
Micro	CF-Epoxy (FEM)	Push-in	100	[332]
Micro	CF-Epoxy	Push-in	75±9 / 102±10	[328]
Micro	CF-BMI	Push-in	103±7 / 117±10	[328]
Micro	CF-PPS	Push-in	3.79–18.72	[338]
Micro	AS4-PEEK	Push-in	37±1.2	[350]

Figura B.1 Repositorio bibliográfico de valores de IFSS reportados en la literatura para distintos métodos y escalas de caracterización interfacial [10, 18].

C Micrografías SEM de probetas FBPO

En esta sección se presentan las micrografías SEM de las probetas FBPO.

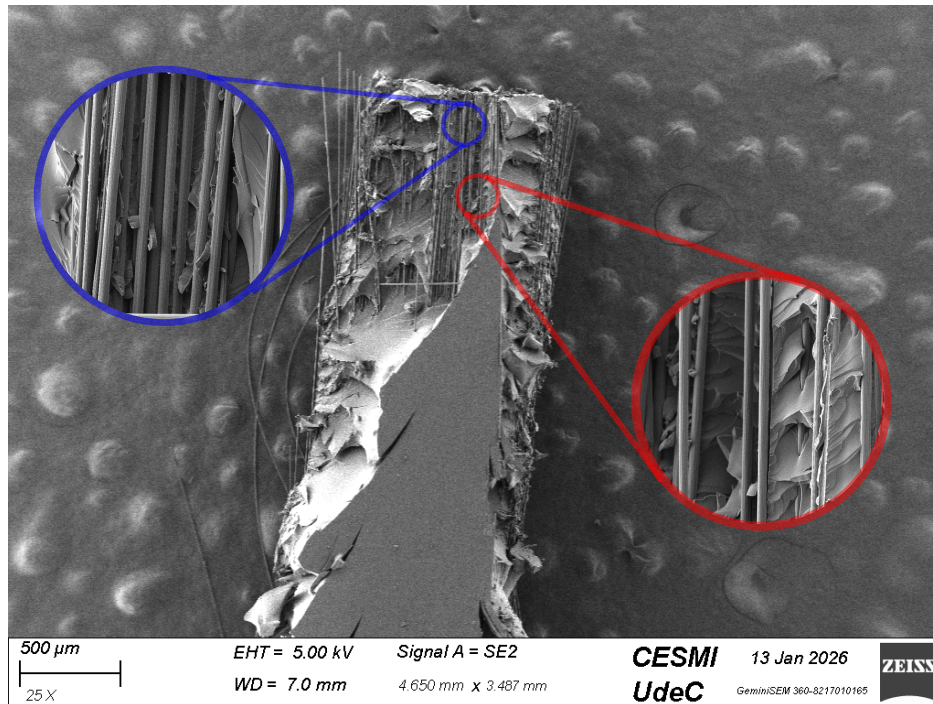


Figura C.1 Micrografías SEM de las probetas FBPO, sistema MEPOX-HTA.

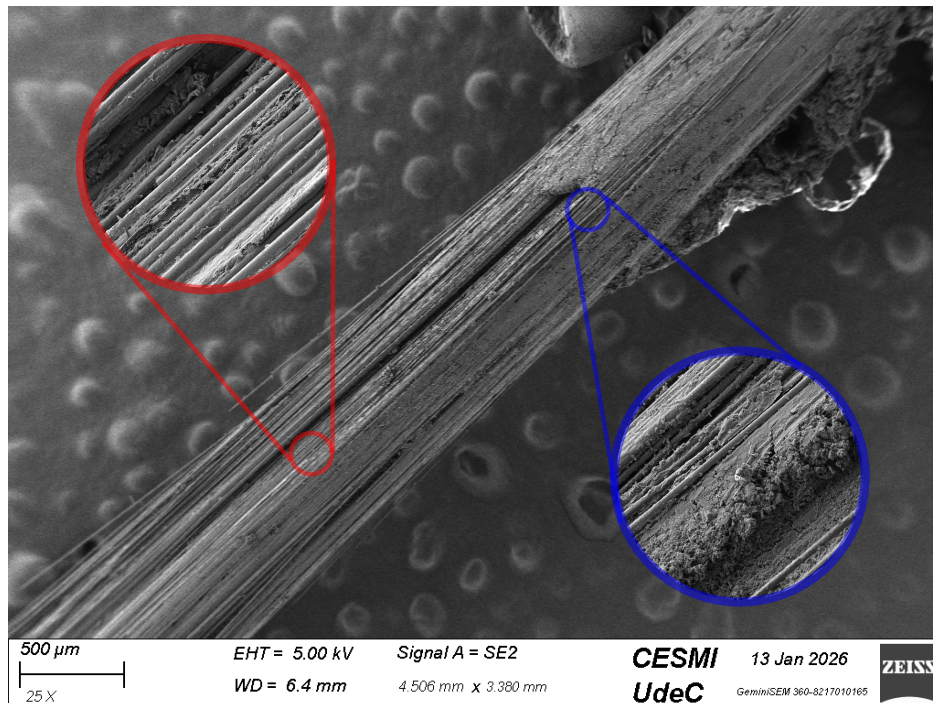


Figura C.2 Micrografías SEM de las probetas FBPO, sistema EPO-HTA.

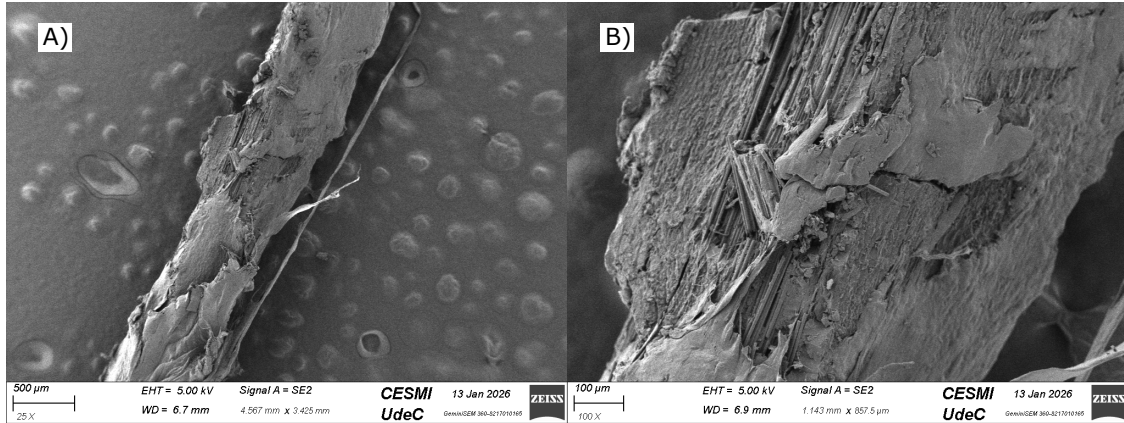


Figura C.3 Micrografías SEM de las probetas FBPO, con restos de PTFE en la zona de la matriz. A) Probeta con restos de PTFE en la zona de la interfase, B) Acercamiento a varios filamentos.

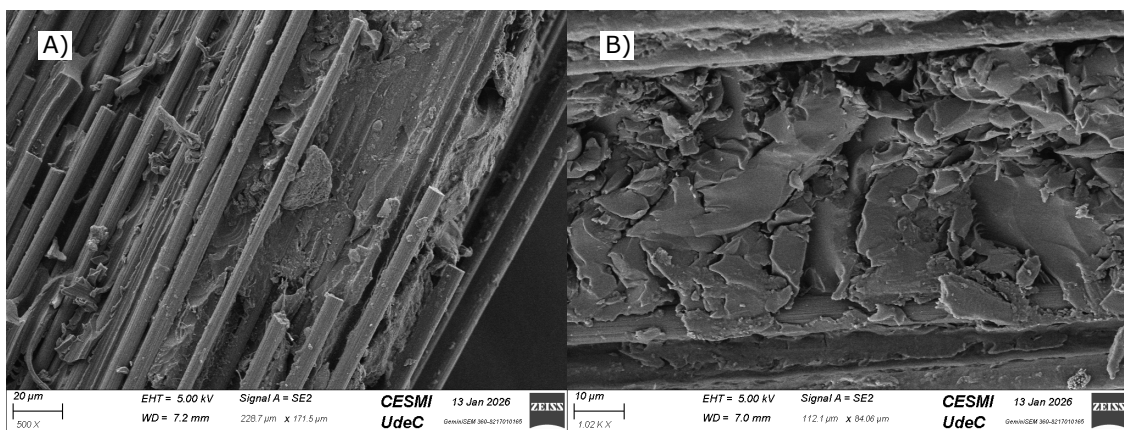


Figura C.4 Micrografías SEM de las probetas FBPO, comparativa entre MEPOX (A) y EPO (B).