



**CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES
AVANZADOS S.C.
POSGRADO**

**Efecto en las propiedades en tensión de un material
compuesto base cemento reforzado con fibras de
PET reciclado**

**Tesis que como requisito para obtener el grado de maestría en
ciencias en materiales presenta:**

Ing. Jesús Alberto Flores Fernández

**Director de tesis:
Dr. José Martín Herrera Ramírez**

CHIHUAHUA, CHIH.

JUNIO, 2014

CONTENIDO

1	INTRODUCCIÓN	10
2	ANTECEDENTES	13
2.1	JUSTIFICACIÓN	13
2.2	HIPÓTESIS	14
2.3	OBJETIVO GENERAL	14
2.4	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	15
2.4.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS MORTERO REFORZADO CON TIRAS DE PET	15
2.4.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS BARRAS DE PET	15
3	MARCO TEÓRICO	16
3.1	Polietilentereftalato (PET)	16
3.2	PET reciclado	17
3.3	Fibras	18
3.3.1	Fibras de carbono	18
3.3.2	Fibras de PET	19
3.4	Concreto	20
3.5	Mortero	20
3.6	Material compuesto	21
3.7	Fibras de refuerzo	22
3.8	Materiales cementicios reforzados con fibras (MCRF)	24
3.9	Mortero reforzado con fibras de PET	24
3.10	Comportamiento a tensión de un material cementicio reforzado con fibras	25

4	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	26
4.1	Material y equipo	27
4.1.1	Materiales.....	28
4.2	Metodología experimental del mortero reforzado con tiras de PET reciclado	29
4.2.1	Degradación del PET	29
4.2.1.1	Desarrollo experimental	30
4.2.2	Ensayo de compresión.....	32
4.2.2.1	Desarrollo experimental	33
4.2.3	Ensayos de tensión directa a probetas de mortero reforzadas con PET reciclado	34
4.2.3.1	Desarrollo experimental	36
4.3	Metodología experimental de barras de pet-fibras de carbono	40
4.3.1	Metodología experimental de la fibra de carbono	40
4.3.1.1	Difracción de rayos X.....	40
4.3.1.1.1	Principio de funcionamiento	42
4.3.1.1.2	Desarrollo experimental.....	42
4.3.1.2	Espectroscopía Raman.....	43
4.3.1.2.1	Principio de funcionamiento	44
4.3.1.2.2	Desarrollo experimental.....	45
4.3.1.3	Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	45
4.3.1.3.1	Principio de funcionamiento	46
4.3.1.3.2	Desarrollo experimental.....	46
4.3.2	Microscopía electrónica de transmisión (MET).....	48
4.3.2.1.1	Principio de funcionamiento	48
4.3.2.1.2	Desarrollo experimental.....	49
4.3.2.2	Haz de iones enfocados	50
4.3.2.3	Método para la preparación de la muestra para MET por FIB mediante la técnica “Lift-out”	50
4.3.2.4	Ensayos mecánicos en tensión	53
4.3.2.4.1	Desarrollo experimental.....	54

4.3.3	Metodología experimental de la simulación por comsol.....	56
4.3.3.1	Simulación con COMSOL (Módulo de mecánica estructural)	56
4.3.3.2	Desarrollo experimental	57
5	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	61
5.1	Resultados y discusión del mortero reforzado con tiras de PET reciclado..	61
5.1.1	Degradación del pet.....	61
5.1.2	Compresión.....	63
5.1.3	Ensayos de tensión directa a probetas de mortero reforzadas con PET reciclado	64
5.2	Resultados y discusión de las barras de pet-fibras de carbono	69
5.2.1	Resultados y discusión de la fibra de carbono	69
5.2.1.1	Difracción de rayos X.....	69
5.2.1.2	Espectroscopía Raman.....	70
5.2.1.3	Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	73
5.2.1.4	Microscopía electrónica de transmisión (MET).....	75
5.2.1.5	Ensayos mecánicos en tensión	79
5.2.1.6	Simulación por COMSOL.....	83
6	CONCLUSIONES	86
6.1	Conclusiones del mortero reforzado con tiras de PET reciclado.....	86
6.2	Conclusiones de las barras de pet-fibras de carbono.....	86
7	REFERENCIAS.....	88

INDICE DE TABLAS

Tabla 1. Componentes para concreto y mortero.	21
Tabla 2. Lista de materiales utilizados.	27
Tabla 3. Lista de herramienta empleada.	27
Tabla 4. Lista del equipo utilizado para la caracterización de los materiales.	28
Tabla 5. Resultados obtenidos de los ensayos a compresión del mortero ordinario.	64
Tabla 6. Resultados obtenidos de las probetas de mortero ensayadas en tensión directa.	67
Tabla 7. Comparación de resultados de pruebas a tensión indirecta y directa.	68
Tabla 8. Porcentaje de desorden en la fibra de carbono.	73
Tabla 9. Porcentajes en peso de los elementos de las fibras de carbono obtenidos por EDS.	79
Tabla 10. Resultados obtenidos de los ensayos de tensión.	83

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Unidad repetitiva del PET.	16
Figura 2. PET de desecho.	17
Figura 3. a) Compuesto particulado, b) Compuesto reforzado con fibras y c) Compuesto laminar.	22
Figura 4. Forma de fibras: a) sección circular, b) sección rectangular, c) ondulada, d) extremos conformados, e) extractos fundidos y f) extremos ensanchados.	23
Figura 5. Esquema de la metodología experimental.	26
Figura 6. Solución de poro.	31
Figura 7. FT-IR System spectrum GX.....	31
Figura 8. Ilustración de una probeta antes y después de ser sometida a compresión.	33
Figura 9. Especímenes y moldes de mortero para ensayos de compresión.	34
Figura 10. Dispositivo mecánico-manual para cortar PET.	36
Figura 11. Sistema de sujeción de las tiras de PET.	37
Figura 12. Vibrado del mortero.	38
Figura 13. Probetas de mortero.	38
Figura 14. Mordazas para ensayos de tensión directa.....	39
Figura 15. Difractómetro Panalytical X'Pert PRO.....	43
Figura 16. Esquema de funcionamiento del espectrómetro Raman.	44
Figura 17. Espectrómetro Raman, HORIBA modelo LabRAM HR BIZ 633.	45
Figura 18. Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo.	46
Figura 19. Disposición de las fibras en los portamuestras para medir su diámetro con el MEB.	47
Figura 20. Denton Vacuum Desk.	48
Figura 21. Microscopio electrónico de transmisión de emisión de campo Jeol JEM-220FS.	49
Figura 22. Haz de iones enfocados (FIB).	50
Figura 23. Esquema del portamuestra de las fibras de carbono.	54
Figura 24. Máquina de ensayos mecánicos para fibras.	55
Figura 25. Control electrónico.	55

Figura 26. Modelo de PET-Fibra de carbono.....	57
Figura 27. Geometría de la viga de concreto reforzada con barras de PET-Fibras de carbono (dimensiones en mm).....	60
Figura 28. Espectros IR del monitoreo del PET.....	61
Figura 29. Comparación de espectros IR: a) primer y último espectro b) espectros normalizados.	62
Figura 30. Curvas esfuerzo-deformación a compresión de mortero con 3% de acelerante de fraguado.	63
Figura 31. Distribución de fibras cortas.	65
Figura 32. Curvas esfuerzo-deformación a tensión directa del mortero reforzado con tiras de PET dispersas y continuas.....	66
Figura 33. Probetas ensayadas que no presentan separación total.	67
Figura 34. Patrones de difracción de rayos X de las fibras de carbono.	70
Figura 35. Espectros Raman de varios materiales de carbono con el siguiente grado de orden estructural decreciente: grafito natural (GC2), grafito de alta superficie (GA2), coque calcinado de aguja (QCA), coque verde de aguja (QVA), fibras de carbono isotropas (FC1) y carbón mineral subbituminoso (CM3) [40].	71
Figura 36. Espectros Raman de la fibra de carbono.	72
Figura 37. Micrografías MEB de fibras de carbono.	74
Figura 38. Micrografías MEB con mediciones de diámetro a 4 diferentes fibras de carbono.....	75
Figura 39. Micrografía MET a 700 nm de la superficie de una fibra de carbono. ..	76
Figura 40. Micrografía MET a 200 nm de la superficie de una fibra de carbono. ..	77
Figura 41. Patrón de difracción de una fibra de carbono.....	78
Figura 42. Curva esfuerzo-deformación a una velocidad de 2 mm/min (0.0011 s ⁻¹).	80
Figura 43. Curva esfuerzo-deformación a una velocidad de 2.72 mm/min (0.0015 s ⁻¹).	80
Figura 44. Curva esfuerzo-deformación a una velocidad de 3.24 mm/min (0.0018 s ⁻¹).	81

Figura 45. Curva esfuerzo-deformación a una velocidad de 3.86 mm/min (0.0021 s^{-1}).....	81
Figura 46. Curva esfuerzo-deformación a una velocidad de 4.32 mm/min (0.0024 s^{-1}).....	82
Figura 47. Simulación de prueba de flexión en 3 puntos: a) concreto ordinario y b) concreto reforzado con barras de PET-Fibras de carbono.....	84

RESUMEN

Daños al planeta, utilización en exceso de recipientes de PET y normas ambientales más estrictas han derivado en el reciclaje o reutilización de este material.

Por otra parte, el uso de compuestos base cemento como materia prima ha sido esencial para el crecimiento y desarrollo de los asentamientos humanos. Sin embargo, la industria de la construcción es una de las principales causas de contaminación en el planeta, ya que transforma el hábitat para beneficio de los seres humanos.

Es por eso que en este trabajo se cortaron botellas de PET en tiras de aproximadamente 3mm de ancho por varios centímetros de largo en su versión continua y de 4 cm de largo en su forma discontinua, para reforzar probetas de mortero y analizarlas a tensión directa, ensayo que hasta el momento no ha sido estandarizado.

Las probetas de mortero reforzado con PET fueron ensayadas a tensión directa en una máquina universal INSTRON; también se hicieron pruebas a compresión del mortero sin refuerzo para determinar la cantidad de días adecuados de curado para alcanzar una alta resistencia. El PET se analizó por medio de espectroscopía de infrarrojo para determinar si existe degradación al interactuar con una matriz base cemento.

Por otro lado, dándole otro tipo de utilización al PET, se hizo una simulación en COMSOL meramente mecánica de una barra de 1 cm de diámetro, en la cual se utilizó el PET como matriz y fibras de carbono de desecho como reforzantes. Después se llevó a cabo una simulación de una viga de concreto reforzada con la barra antes descrita, sometida a flexión.

Cabe mencionar que se analizaron las fibras de carbono de desecho para determinar su resistencia a la tensión, así como propiedades estructurales, tal como el porcentaje de cristalinidad.

1 INTRODUCCIÓN

Los materiales a base de cemento son los más utilizados en la industria de la construcción [1], pues ofrecen una serie de ventajas que los hacen muy atractivos. Son materiales que toman casi cualquier forma deseada, poseen una alta resistencia a la compresión, buen comportamiento monolítico, relativa facilidad de obtención de sus componentes, son en cierta medida económicos, ampliamente estudiados y difundidos, con posibilidades de desarrollo [2]. Sin embargo el incremento de requerimientos de los materiales en la ingeniería ha generado el uso de materiales compuestos, como una combinación de dos o más materiales diferentes en forma o composición a escala macroscópica. Los constituyentes retienen sus identidades, es decir, no se disuelven ni se funden completamente en uno de ellos, aunque actúan en conjunto. Normalmente los componentes pueden ser físicamente identificados y exhiben una interface de separación entre ellos, contando con dos fases; la fase que proporciona la forma del elemento se denomina matriz y lo que se encuentra embebido en ella se llama refuerzo.

La utilización de elementos estructurales fabricados con materiales compuestos ha tenido un crecimiento constante durante las últimas décadas, siendo en las industrias aeronáutica y aeroespacial donde mayor aplicación y desarrollo han tenido. En estas aplicaciones, una pequeña disminución en el peso total de la estructura puede implicar una disminución muy importante en los costos debido al ahorro de combustible, por este motivo los coeficientes de seguridad suelen estar muy acotados. En los últimos años, sin embargo, todas las industrias han desarrollado una especial preocupación por el medio ambiente y el peso de cualquier estructura se ha convertido en un factor crítico en el ahorro energético.

El empleo de materiales compuestos, por tanto, se ha extendido en muchos campos de la ingeniería (automoción, naval, construcción) debido a su elevada resistencia y rigidez específica, y a un excelente comportamiento frente a fatiga y corrosión [3].

Los materiales a base de cemento (concreto, mortero, pastas) reforzados con fibras, son compuestos cuyas propiedades dependen de la geometría, la distribución y el

volumen de las fibras [4]. Este tipo de materiales ha generado un uso intensivo en la industria de la construcción, gracias a sus principales características como la capacidad de absorción de tensiones de flexo-tracción y el aumento de la ductilidad (capacidad de disipación de energía).

El uso extendido de materiales cementicios (MC) reforzados con fibras en la construcción está encaminado a coadyuvar en aspectos como:

- El control de la fisuración
- El comportamiento ante ciclos de carga y descarga
- El impacto
- La retracción
- Las tracciones debidas a gradientes térmicos.

El uso de materiales a base de cemento reforzados con fibras se ha empleado en casos donde un refuerzo principal no es esencial para la seguridad y la integridad de la estructura, por ejemplo en losas de pavimentos y recubrimiento de superficies mediante morteros proyectados, consiguiendo reducir su espesor y/o mejorar sus propiedades.

Por otro lado, numerosos materiales de desecho se generan a partir de procesos de fabricación de las industrias y de los residuos sólidos municipales. La creciente conciencia sobre el medio ambiente ha contribuido enormemente a las preocupaciones relacionadas con la eliminación de los residuos. La gestión de residuos sólidos es uno de los principales problemas ambientales en el mundo, debido a la escasez de espacios para ser utilizados como rellenos sanitarios y a su costo cada vez mayor, por lo que la utilización de los residuos se ha convertido en una alternativa atractiva.

Diversas investigaciones se están llevando a cabo sobre la utilización de productos de desecho en materiales a base de cemento. Estos productos de desecho incluyen neumáticos, plástico, vidrio, acero, arena de fundición quemada y sub-productos de la combustión de carbón. Cada uno de estos productos ha proporcionado un efecto específico sobre las propiedades del hormigón.

El uso de productos de desecho en matrices a base de cemento no sólo hace que el proceso sea económico, sino que también ayuda a la reducción de los problemas de eliminación. La reutilización de los residuos voluminosos se considera la mejor alternativa ambiental para resolver el problema de la contaminación. Uno de estos residuos es el plástico, que podría ser utilizado en diversas aplicaciones [5].

En este trabajo, se propone el empleo del PET como reforzante en un material cementicio para mejorar sus propiedades mecánicas, todo esto para dar un nuevo uso al material de desecho proveniente de la basura y contribuir con la mejora del medio ambiente. Al mismo tiempo se busca la manera de agregar otro material que interactúe con los materiales cementicios como reforzante, aparte de los ya utilizados y conocidos.

2 ANTECEDENTES

- Enormes cantidades de residuos sólidos de plástico se generan en todo el mundo por el consumo de productos envasados.
- Residuos de plástico tienen que ser separados mecánicamente y se procesan para producir agregados basados en plástico para materiales base cemento [1].
- El uso de residuos de PET como un agregado en el concreto tiene algunos beneficios, tales como la reducción del consumo de los recursos naturales, el consumo de desechos, la prevención de la contaminación del medio ambiente y economizar energía [2].
- Por otro lado, un material con el cual se utilizan mucho los desechos de PET es el concreto polimérico, que consiste de agregados inorgánicos bien graduados ligados a base de una resina, en lugar del ligante de agua y cemento utilizado típicamente en los concretos tradicionales [3].

2.1 JUSTIFICACIÓN

- Los materiales base cemento son por mucho los materiales de construcción más utilizados en todo el mundo en términos de volumen y como tal, tienen un gran impacto en el medio ambiente y en el desarrollo sostenible.
- Su utilización es fácil y poseen buena resistencia y durabilidad.
- El oficio de la construcción es un gran contribuyente a la degradación ambiental.
- En el contexto de un creciente interés hacia el reciclado de materiales innovadores y sostenibles, se presta especial atención en la experimentación y estudio de refuerzo de materiales a base de cemento con agregados y/o fibras obtenidas de plástico, vidrio, celulosa y desechos de caucho.

- Con la tendencia de refuerzos de plástico se busca utilizar a los desechos de PET para colocarlos en forma de tiras continuas y dispersas a lo largo de probetas que serán ensayadas a tensión directa, una forma no normalizada hoy en día para evaluar la tensión en materiales compuestos a base cemento.

2.2 HIPÓTESIS

Se puede utilizar el PET procedente de desechos de botellas como reforzante en materiales fabricados a base de cemento, a fin de aumentar sus propiedades mecánicas en tensión, comparadas con elementos sin refuerzo.

2.3 OBJETIVO GENERAL

Utilizar PET reciclado en forma de fibras continuas o dispersas como reforzante en materiales a base de cemento, para mejorar sus propiedades mecánicas en tensión.

2.4 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

2.4.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS MORTERO REFORZADO CON TIRAS DE PET

- Determinar si existe degradación del PET dentro un elemento fabricado a base de cemento.
- Realizar ensayos de compresión del mortero ordinario.
- Fabricar probetas para ensayos de tensión con porcentajes de 0.25%, 0.50% y 1.00% en volumen tanto con fibras dispersas como continuas.
- Realizar ensayos a tensión directa a las probetas de mortero.

2.4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS BARRAS DE PET

- Caracterizar las fibras de carbono mediante DRX, espectroscopía Raman, MEB, MET y ensayos de tensión.
- Simular por COMSOL una barra de PET reforzada con fibras de carbono.
- Simular una viga de concreto a flexión reforzada con barras de PET-fibras de carbono.

3 MARCO TEÓRICO

3.1 POLIETILENTEREFTALATO (PET)

El PET es un polímero termoplástico perteneciente a la familia de los poliésteres, ampliamente usado en la producción de fibras, películas, empaques, envases, botellas y otras aplicaciones de carácter técnico [6]. Estos polímeros tienen una alta temperatura de transición vítrea (T_g), por lo que son duros a temperatura ambiente, pero se hacen blandos y viscosos cuando se calientan. Debido a que los termoplásticos presentan un entrecruzamiento pequeño o nulo, las cadenas individuales pueden deslizarse una sobre otra cuando están fundidos [7].

Químicamente el PET es un polímero que se obtiene mediante una reacción de policondensación entre el ácido tereftálico y el etilenglicol. La Figura 1 muestra la unidad repetitiva del PET.

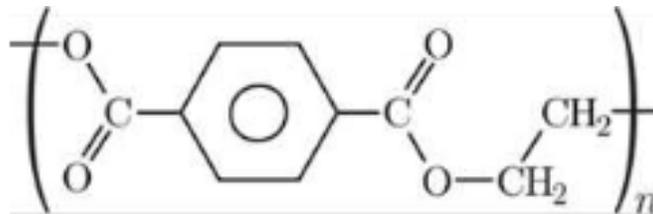


Figura 1. Unidad repetitiva del PET.

El PET es un polímero termoplástico lineal, con un alto grado de cristalinidad. Como todos los termoplásticos puede ser procesado mediante extrusión, inyección, inyección-soplado, soplado de preforma y termoconformado [8]. Es el integrante más reciente de los termoplásticos que forma el grupo de polímeros de uso general de mayor consumo (commodities).

3.2 PET RECICLADO

Los plásticos forman una importante parte de la basura y entre estos, el PET (Figura 2) es uno de los que más sobresale. En la mayoría de los casos se trata de reciclar botellas de PET que se reciben a granel, en pacas o fardos. El primer paso para su recuperación es la selección manual de las botellas en una banda transportadora.



Figura 2. PET de desecho.

El siguiente paso es llevar al material a un equipo rascador de etiquetas donde dentro de un baño de agua estas se remueven. En esta etapa las botellas también son perforadas.

Para lograr un alto grado de limpieza en el material recuperado, el agua se puede calentar y añadirle diferentes tipos de aditivos.

Posteriormente, las botellas pasan a otra banda transportadora permitiendo su inspección y la eventual selección de algunas botellas de PVC. Esta banda alimenta a un molino que tritura las botellas bajo el agua, produciendo hojuelas grandes, las cuales alimentan a uno o dos equipos de lavado y flotado para separar las tapas y las etiquetas. De esta manera las hojuelas de PET quedan muy limpias.

El siguiente paso es secar las hojuelas y enseguida conducir las a otro molino triturador que las reduce de tamaño para que sean apropiadas para extrusión o inyección.

Finalmente las hojuelas se transportan neumáticamente por un turboventilador a un silo de almacenaje que permite llenar cajas, contenedores o supersacos. Este ventilador además de transportar el material, también elimina la humedad remanente que puede tener el material reciclado [8].

3.3 FIBRAS

Una fibra es un filamento muy delgado y largo de materia, con un diámetro generalmente del orden de algunas micras (5-30 μm) y con una relación longitud/diámetro entre cien y virtualmente infinita para las fibras continuas. La finura de las fibras permite que sean trenzadas varias fibras para formar un hilo que puede ser utilizado por sí mismo, o tejidas y transformadas en formas textiles complejas, ésta es una manera de transformar un filamento unidimensional en un compuesto bidimensional o incluso tridimensional. La industria textil ha desarrollado nuevas técnicas de tejido y cosido en tres dimensiones utilizadas generalmente para materiales compuestos [9].

3.3.1 FIBRAS DE CARBONO

La fibra de carbono es una fibra sintética constituida por finos filamentos de 5–10 μm de diámetro y compuesta principalmente por carbono. Estas fibras combinan propiedades mecánicas excepcionales con bajo peso, lo que las hace refuerzos ideales para materiales compuestos [10]. Tienen propiedades mecánicas similares a las de acero y son tan ligeras como la madera o el plástico.

Las fibras de carbono se pueden clasificar en dos tipos de acuerdo con sus propiedades: el primer tipo, llamado generalmente fibras de carbono de alto rendimiento, tienen un alto grado de orden y orientación, por consiguiente mejores propiedades mecánicas. El segundo tipo son las fibras de carbono para fines generales, tienen ordenación pobre y baja o ninguna orientación preferencial, por lo que poseen propiedades mecánicas moderadas o pobres [11].

3.3.2 FIBRAS DE PET

El polietileno tereftalato (PET) es una de las fibras más importantes para la producción industrial. Debido a su alto rendimiento, bajo costo y el reciclado, es uno de los candidatos más atractivos para ser usado como fibras de alta resistencia [12]. Un gran número de técnicas experimentales han sido investigadas para la mejora de PET, incluyendo coextrusión en estado sólido y calentamiento por microondas, entre otras [13].

Los materiales compuestos reforzados con fibras de polímeros son muy atractivos debido a su facilidad de fabricación, economía y propiedades mecánicas superiores [14].

Recientemente el incremento en el consumo de termoplásticos se debe principalmente a que presentan una serie de ventajas, tales como buena resistencia al impacto, la eliminación de los requisitos de almacenamiento controlados, el reciclado y los rentables procesos de fabricación. Especialmente, el PET tiene una buena capacidad de teñido, acabado de superficie y excelente uniformidad del producto. También tiene una buena resistencia a la contracción, la abrasión y a la mayoría de los productos químicos. En general, las propiedades mecánicas de PET se determinan por su estructura cristalina. La cristalización actúa para aumentar aún más la rigidez y la resistencia más allá de la que se obtiene simplemente por la orientación molecular; también proporciona la estabilidad dimensional del material después del procesamiento [15].

3.4 CONCRETO

Es un material compuesto empleado en construcción formado esencialmente por un aglomerante al que se añaden: partículas o fragmentos de un agregado, agua y aditivos específicos.

El aglomerante es en la mayoría de las ocasiones cemento (generalmente cemento Portland) mezclado con una proporción adecuada de agua para que se produzca una reacción de hidratación. Las partículas de agregados, dependiendo fundamentalmente de su diámetro medio, son los áridos (que se clasifican en grava, gravilla y arena).

Las principales propiedades del concreto son:

- Trabajabilidad
- Consistencia
- Compacidad
- Segregación
- Contracción
- Peso unitario
- Contenido de aire
- Resistencia mecánica
- Durabilidad
- Impermeabilidad
- Estabilidad volumétrica
- Elasticidad

3.5 MORTERO

Los morteros son mezclas plásticas aglomerantes, que resultan de la combinación de arena y agua con un cementante que puede ser cemento, cal, yeso o una mezcla de estos materiales.

La dosificación de los morteros varía según los materiales y el destino de la mezcla (Tabla 1). Se elaboran comúnmente en forma manual, mecánicamente o bien premezclados.

Tabla 1. Componentes para concreto y mortero.

Compuesto	Materiales	Líquido
Concreto	Cemento + arena+ grava	Agua
Mortero	Cemento + arena	Agua

3.6 MATERIAL COMPUESTO

Se obtienen al unir dos o más materiales para conseguir una combinación de propiedades que no es posible obtener en los materiales originales. Estos materiales pueden seleccionarse para lograr combinaciones poco usuales de rigidez, resistencia, peso, rendimiento a altas temperaturas, resistencia a la corrosión, dureza o conductividad.

Los compuestos se pueden clasificar en tres categorías: con partículas, con fibras y laminares, dependiendo de la forma de los materiales (Figura 3).

- Compuestos particulados: Contienen grandes cantidades de partículas gruesas, que no bloquean el deslizamiento con eficacia. Estos compuestos están diseñados para producir combinaciones de propiedades poco usuales y no para mejorar la resistencia.
- Compuestos reforzados con fibras: Consiguen una mejor resistencia a la fatiga, mejor rigidez y una mejor relación resistencia-peso, al incorporar fibras resistentes y rígidas aunque frágiles, en una matriz más blanda y dúctil. El material de la matriz transmite la fuerza a las fibras, las cuales soportan la mayor parte de la fuerza

aplicada. La resistencia del compuesto puede resultar alta a temperatura ambiente y a temperaturas elevadas.

- Compuestos laminares: Son capas de materiales unidos por un adhesivo orgánico. Incluyen recubrimientos muy delgados, superficies protectoras más gruesas, revestimientos metálicos, bimetálicos, laminados y todo un conjunto de aplicaciones. Muchos compuestos laminares están diseñados para mejorar la resistencia a la corrosión conservando al mismo tiempo un bajo costo, alta resistencia o bajo peso [16].

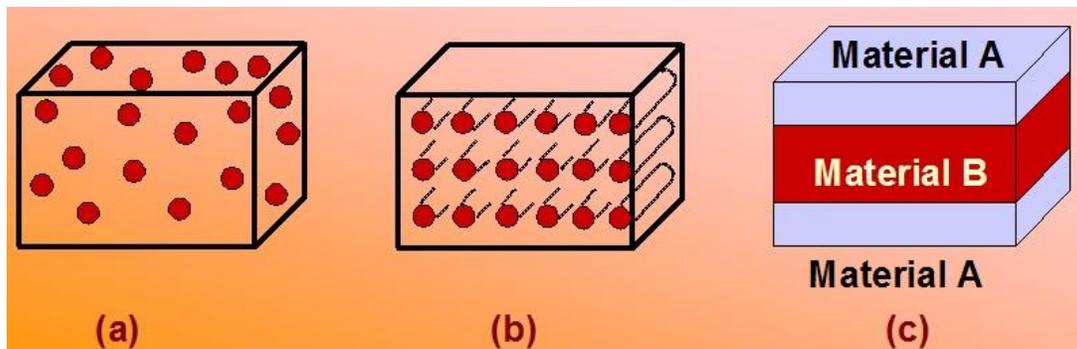


Figura 3. a) Compuesto particulado, b) Compuesto reforzado con fibras y c) Compuesto laminar.

3.7 FIBRAS DE REFUERZO

Las fibras son elementos de corta o larga longitud y pequeña sección que se adicionan al material cementicio (MC) con el fin de conferirle ciertas propiedades específicas.

La efectividad del refuerzo matriz-fibras exige a las fibras las siguientes propiedades [17]:

- Una resistencia a la tensión significativamente mayor que la del MC.
- Una adherencia con la matriz del mismo orden o mayor que la resistencia a la tensión de la matriz.
- Un módulo de elasticidad significativamente mayor que el del MC.
- Las fibras de refuerzo pueden tener formas muy variadas: rectas, onduladas, corrugadas, con extremos conformados, dentadas y otras. Las secciones también pueden ser muy variadas: circulares, cuadradas, rectangulares y planas (Figura 4).

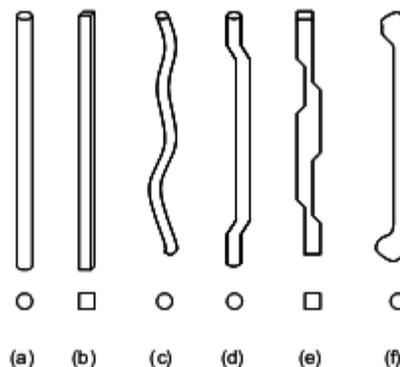


Figura 4. Forma de fibras: a) sección circular, b) sección rectangular, c) ondulada, d) extremos conformados, e) extractos fundidos y f) extremos ensanchados [18].

La sección transversal de las fibras depende principalmente del material usado y el proceso de fabricación.

Cuando se requiere que las fibras actúen en las microfisuras, se debe adicionar un gran número de fibras y su diámetro debe ser pequeño. La trabajabilidad del material conduce a preferir fibras cortas. Por otro lado, para controlar las macrofisuras las fibras deben ser lo suficientemente largas para estar adecuadamente ancladas en la matriz, aunque por requerimientos de trabajabilidad las fibras largas deben ser usadas en menores proporciones que las cortas.

La resistencia a la tensión y la ductilidad del material pueden ser incrementadas empleando una alta proporción de fibras cortas y, para mejorar la capacidad

resistente y la ductilidad de la estructura, se debe añadir una cierta cantidad más baja de fibras largas [19].

3.8 MATERIALES CEMENTICIOS REFORZADOS CON FIBRAS (MCRF)

Las fibras soportan esfuerzos de tensión que transmiten por adherencia a la matriz, controlan la fisuración y reducen la intensidad de la misma a la vez que mejoran la tenacidad.

Las fibras son empleadas en aplicaciones estructurales en busca de beneficios adicionales en cuanto a incremento de la durabilidad y reducción o eliminación del refuerzo tradicional [20].

Esencialmente, la naturaleza y el tipo de fibras determinan la efectividad de la acción reforzante y la eficacia de la transmisión. La elección del tipo de fibra generalmente está condicionada por la aplicación que se le vaya a dar, pero también influyen factores económicos, de disponibilidad de materiales y de durabilidad.

La pérdida de trabajabilidad que la adición de fibras provoca en el MC condiciona el contenido máximo de fibras que se puede incorporar en la dosificación, que suele situarse para las fibras de refuerzo, en función de la aplicación y de las fibras empleadas.

3.9 MORTERO REFORZADO CON FIBRAS DE PET

Junto con el desarrollo de la industria del plástico se han ido fabricando fibras de polietileno, polivinilo, nylon, polipropileno, etc., que añadidas al mortero consiguen mejorar sus propiedades. Si bien un mortero reforzado con fibras poliméricas no poseerá las propiedades mecánicas de uno reforzado con fibras de acero las

ventajas que presenta son el menor peso y sobre todo la ausencia de corrosión de este tipo de fibras.

Debido a la ausencia de corrosión que poseen las fibras de polímeros y la mejora sobre la resistencia a la tensión que representa la adición de fibras al mortero, se obtiene, buenos resultados sobre la retracción y una mejora en la durabilidad de morteros reforzados con este tipo de fibras.

3.10 COMPORTAMIENTO A TENSIÓN DE UN MATERIAL CEMENTICIO REFORZADO CON FIBRAS.

El comportamiento a tensión de un material cementicio reforzado con fibras está influenciado por el contenido y tipo de fibras, su distribución y orientación, además de las propiedades de la matriz del MC. Bajos contenidos de fibras dan paso a propiedades similares del MC tradicional. El objetivo de la adición de fibras de refuerzo al compuesto base cemento es obtener un comportamiento de ruptura dúctil [21].

Cuando el material cementicio reforzado con fibras (MCRF) está sometido a esfuerzos de tensión, las fibras de refuerzo reducen el riesgo del inicio de la fisuración; además, retardan la propagación de fisuras en el MC, realizando su resistencia. Después de la fisuración, a diferencia del concreto convencional, las tensiones en la matriz antes de la fisuración son transferidas a las fibras y éstas controlan la propagación de las fisuras mientras se deslizan en la matriz con los incrementos de carga. Esto permite mantener una resistencia residual en MC fisurado [22].

4 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En esta sección se presentan los materiales y equipos utilizados para el desarrollo de esta tesis. Además se describen las técnicas utilizadas para la caracterización de los materiales. Cabe mencionar que la metodología será dividida en 2 partes, una para describir lo relacionado a barras de PET-Fibras de carbono y otra para un mortero reforzado con tiras de PET reciclado (Figura 5).

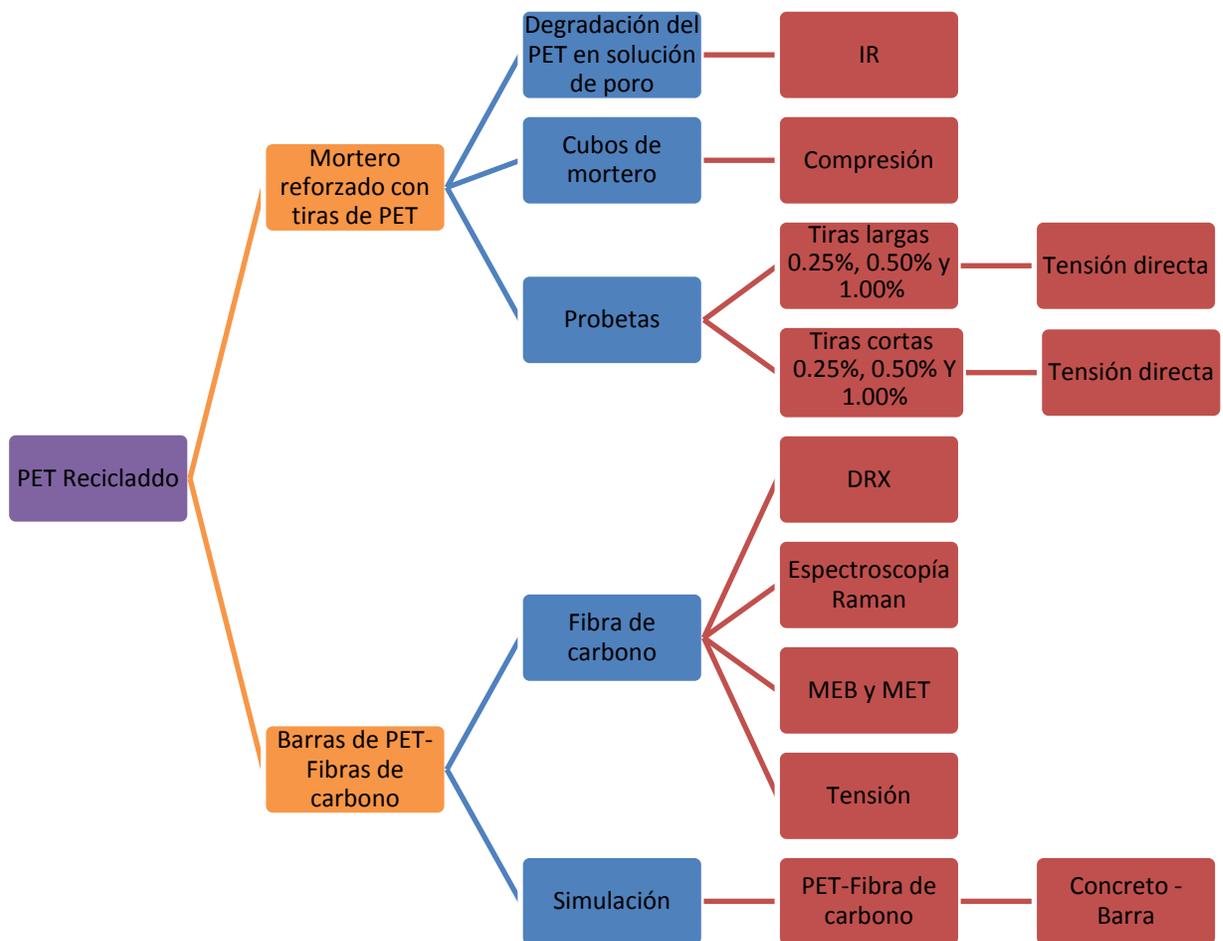


Figura 5. Esquema de la metodología experimental.

4.1 MATERIAL Y EQUIPO

Las tablas 2, 3 y 4 muestran respectivamente los materiales, herramientas y equipos utilizados en la fabricación, preparación y caracterización de los materiales.

Tabla 2. Lista de materiales utilizados.

Materiales
Fibras de carbono
Botellas recicladas de PET
Cemento
Arena
Agua
Acelerante de fraguado
Papel bristol
Resistol 5000

Tabla 3. Lista de herramienta empleada.

Herramientas
Espátula
Destornilladores
Pinzas
Exacto
Vasos de precipitado
Pala cuadrada
Mezclera
Moldes para probetas a tensión
Moldes para vigas
Moldes para cubos

Tabla 4. Lista del equipo utilizado para la caracterización de los materiales.**Equipo**

Difractómetro de Rayos X Panalytical X'Pert PRO. Fuente de radiación Cu-K α (1.5406 Å). Detector X'Celerator. Modo haz rasante y reflectometría de rayos X.

Espectrómetro Raman HORIBA LabRAM HR BIZ 633. Microscopio de alta resolución Olympus BX41. Detector CCD enfriado por Peltier.

Microscopio electrónico de barrido, JEOL JSM-7401FE. Fuente de electrones: filamento de tungsteno con emisión de campo en frío. Voltaje de aceleración de 0.1 a 30 kV. Resolución: 1 nm (15 kV) y 1.5 nm (1.0 kV). Detector convencional de electrones secundarios y de electrones retrodispersados. Haz atenuado. Sistema de microanálisis Oxford Inca.

Microscopio electrónico de transmisión de alta resolución, JEOL JEM-2200FS. Fuente de electrones: cañón de emisión de campo de 200 kV. Resolución punto a punto de 0.19 nm en modo TEM. Resolución punto a punto de 0.10 nm en modo STEM. Sistema EDS Inca. Sistema EELS GAT-777 STEMPACK. Detector HAADF para imágenes de contraste Z.

Haz de Iones Enfocados, JEM-9320FIB

Máquina de ensayos mecánicos de fibras.

FT-IR System spectrum GX Perkin Elmer.

Máquina universal Instron con celda de carga de 5 toneladas.

Revolvedora Husky eléctrica de ¼ de saco.

4.1.1 MATERIALES**Fibras de carbono**

Las fibras de carbono fueron compradas a la empresa ZOLTEK de México.

Botellas de PET

Las botellas de PET se recolectaron de manera manual de contenedores de basura y se lavaron para posteriormente obtener tiras de PET. El PET cortado no sufrió modificación alguna en sus propiedades.

Cemento

El cemento que se utilizó fue cemento Portland marca GCC.

Arena

La arena utilizada fue una arena de río común.

Agua

Se utilizó agua potable procedente de la red pública.

Acelerante

El acelerante utilizado fue marca FESTER, es un líquido de color transparente grisáceo, compuesto de agentes acelerantes y dispersantes que activan la hidratación del cemento CPO (cemento Portland ordinario), reduciendo el tiempo de fraguado y aumentando la resistencia a primeras edades.

4.2 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL DEL MORTERO REFORZADO CON TIRAS DE PET RECICLADO

Como es conocido, tanto el concreto como el mortero son materiales cerámicos y su resistencia a la tensión comparada con su resistencia a la compresión es muy baja. Por tal motivo, probetas de mortero fueron reforzadas con tiras de PET reciclado de dos maneras: empleando tiras largas (continuas) y tiras cortas (discontinuas). Es entonces que esta sección está destinada a describir la metodología que se llevó a cabo para elaborar dichas probetas, así como las pruebas y análisis a que fueron sometidas.

4.2.1 DEGRADACIÓN DEL PET

Los polímeros son macromoléculas de elevado peso molecular formadas por unidades repetitivas denominadas monómeros. En la naturaleza existen diversos

polímeros como almidón, celulosa y caucho. Los polímeros naturales son fácilmente degradables por la acción de agentes químicos y biológicos, de tal manera que cuando un polímero de este tipo se expone al ambiente pierde, de manera relativamente rápida, sus propiedades físicas y químicas. Por otra parte, los polímeros sintéticos, entre los cuales se puede mencionar una gran variedad: polietileno, poliestireno, policloruro de vinilo, polietilentereftalato, etc., son materiales con larga vida útil, no se degradan fácilmente y al ser expuestos al ambiente duran años antes de perder totalmente sus propiedades químicas y físicas [23].

4.2.1.1 DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para determinar si el PET reciclado sufría alguna degradación dentro de los poros en la matriz de mortero, se procedió a elaborar una solución que contenía los compuestos que se producen dentro de los poros debido a la reacción del cemento y demás elementos.

De acuerdo a Peña et al. [24], los componentes de la solución son:

- 8.33 g/L NaOH
- 23.3 g/L KOH
- 2 g/L Ca(OH)₂
- Agua destilada

Se recolectaron botellas de PET, de las cuales fueron cortados 2 trozos, después de haberlas lavado con agua y jabón. Estos trozos se sumergieron por separado en una solución de poro (Figura 6) y se monitorearon semanalmente por medio de análisis de espectroscopía de infrarrojo (IR).

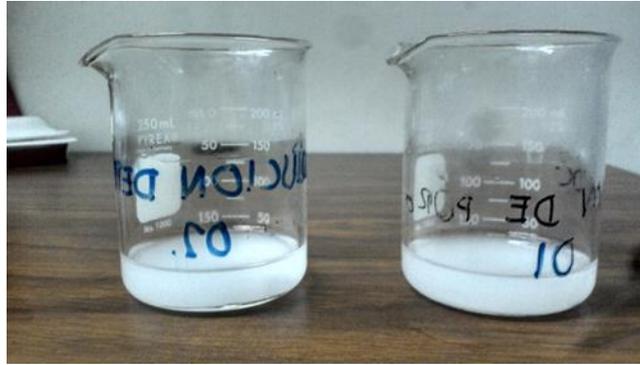


Figura 6. Solución de poro.

El equipo de espectroscopía de infrarrojo utilizado fue un FT-IR (Fourier Transform Infrared) System spectrum GX de la marca Perkin Elmer (Figura 7). Cabe mencionar que las muestras de PET reciclado no necesitaron preparación alguna.



Figura 7. FT-IR System spectrum GX.

El FT-IR es una poderosa herramienta para identificar los grupos funcionales en una molécula, produciendo un espectro de absorción infrarroja que es como una “huella digital” molecular.

El FT-IR es la herramienta más útil para la identificación de productos químicos, los cuales pueden ser orgánicos o inorgánicos. Puede ser utilizada para cuantificar

algunos componentes de una mezcla desconocida. Se puede aplicar al análisis de sólidos, líquidos y gases.

El término Fourier Transform Infrared (FT-IR) se refiere a un desarrollo relativamente reciente en la manera en que se recogen los datos y se convierten en un patrón de interferencia de un espectro.

4.2.2 ENSAYO DE COMPRESIÓN

El ensayo de compresión sirve para determinar el comportamiento de materiales bajo cargas aplastantes. La probeta se comprime y se registra la deformación con distintas cargas. El esfuerzo y la deformación de compresión se calculan y se trazan como un diagrama carga-deformación, utilizado para determinar el límite elástico, el límite proporcional, el punto de cedencia, el esfuerzo de cedencia y, en algunos materiales, la resistencia a la compresión [25].

El esfuerzo de compresión es la resultante de las tensiones o presiones que existe dentro de un sólido deformable o medio continuo, caracterizada porque tiende a un acortamiento en determinada dirección.

En un prisma mecánico el esfuerzo de compresión puede caracterizarse simplemente como la fuerza que actúa sobre el material de dicho prisma, a través de una sección transversal al eje baricéntrico, lo que tiene el efecto de acortar la pieza (Figura 8) en la dirección de eje baricéntrico. El volumen siempre se mantiene constante, cambiando únicamente las alturas, dimensiones o forma del material.

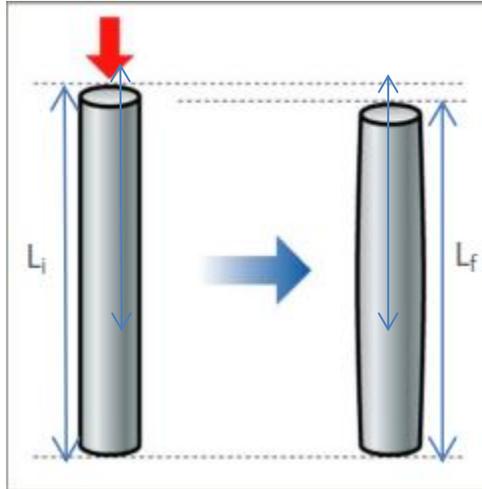


Figura 8. Ilustración de una probeta antes y después de ser sometida a compresión.

Cuando se aplica una fuerza o carga determinada a un material, se presenta un punto de ruptura en una zona específica, significando que en esta zona el material es más débil, con lo que se obtiene la carga máxima que puede soportar.

4.2.2.1 DESARROLLO EXPERIMENTAL

Con la finalidad de conocer la cantidad de días necesarios para ensayar las probetas de mortero, se hicieron ensayos a compresión con la siguiente dosificación: 1:3 cemento-arena con 0.55% de agua y 3% de acelerante de fraguado con respecto al peso del cemento.

La geometría de los especímenes fue cúbica de 50 mm por lado, de acuerdo a la norma ASTM C 109/C 109M – 99 [26].

El procedimiento de fabricación se hizo con mucha precaución y cuidado, pesando cada uno de los materiales e introduciéndolos en una revolvedora para su mezclado; después se agregó el agua con el acelerante y se esperó a que la mezcla presentara homogeneidad en sus componentes.

La mezcla se vació sobre unos moldes cúbicos (Figura 9), haciéndolas vibrar con la ayuda de una mesa vibradora. Es importante señalar que con anterioridad los moldes se habían curado con aceite para facilitar el desmoldeo después del fraguado del mortero.



Figura 9. Especímenes y moldes de mortero para ensayos de compresión.

Ya desmoldados los cubos para su curado se sumergieron en agua hasta el día deseado para llevar a cabo el ensayo de compresión. Los ensayos se realizaron en una máquina universal Instron de 5 toneladas con una velocidad de cabezal de 0.2 mm/min.

4.2.3 ENSAYOS DE TENSIÓN DIRECTA A PROBETAS DE MORTERO REFORZADAS CON PET RECICLADO

El ensayo de tensión es el ensayo mecánico más importante, ya que proporciona la información más completa de la conducta mecánica que cabe esperar de un material sometido a un estado de tensión uniaxial [27].

El ensayo de tensión puede ser utilizado para determinar varias propiedades de los materiales que son importantes para el diseño. Consiste en deformar una probeta hasta la ruptura, con una carga de tracción que aumenta gradualmente y que es

aplicada uniaxialmente a lo largo del eje de la probeta. Generalmente la sección de la probeta es circular, pero también se utilizan probetas de sección rectangular.

En un ensayo de tracción pueden determinarse diversas características de los materiales elásticos:

- Módulo de elasticidad o módulo de Young, obtenido de la parte proporcional de la curva, cuantifica la rigidez del material.
- Coeficiente de Poisson, que cuantifica la razón entre el alargamiento longitudinal y el acortamiento de las longitudes transversales a la dirección de la fuerza.
- Límite de proporcionalidad: valor de la tensión por debajo de la cual el alargamiento es proporcional a la carga aplicada.
- Límite de fluencia o límite elástico aparente: valor de la tensión que soporta la probeta en el momento de producirse el fenómeno de la cedencia o fluencia. Este fenómeno tiene lugar en la zona de transición entre las deformaciones elásticas y plásticas y se caracteriza por un rápido incremento de la deformación sin aumento apreciable de la carga aplicada.
- Límite elástico (límite elástico convencional o práctico): valor de la tensión a la que se produce un alargamiento prefijado de antemano (0.2%, 0.1%, etc.) en función del extensómetro empleado.
- Carga de ruptura o resistencia a la tensión: carga máxima resistida por la probeta dividida por la sección inicial de la probeta.
- Deformación: incremento de longitud que ha sufrido la probeta. Se mide entre dos puntos cuya posición está normalizada y se expresa en tanto por ciento.

4.2.3.1 DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para el desarrollo de las probetas primero se recolectaron botellas de PET provenientes de bebidas refrescantes, las cuales se lavaron con agua y jabón. Posteriormente se cortó tanto la parte superior como inferior de las botellas. Se colocaron en un dispositivo mecánico-manual (Figura 10) fabricado especialmente para la obtención de tiras de PET; las tiras fueron obtenidas con espesores de aproximadamente 3 mm y como largo varios metros, dependiendo del tamaño de la botella que se cortara.



Figura 10. Dispositivo mecánico-manual para cortar PET.

Las tiras de PET obtenidas fueron cortadas en tramos de 4 cm y 55 cm de largo para utilizarlas como refuerzo en las probetas de mortero de forma dispersa (tiras cortas) y continua (tiras largas), respectivamente.

Los porcentajes que se utilizaron fueron 0.25%, 0.50% y 1.00% en volumen con respecto al mortero, tanto para tiras continuas como para tiras dispersas.

La colocación de las tiras continuas tuvo un proceso de preparación complicado debido a la fijación y pretensado que se necesitó, a diferencia de las tiras cortas que sólo se pesó el porcentaje necesario para posteriormente agregarlas a la mezcla.

La colocación de las tiras continuas de PET se elaboró de la siguiente manera:

1. Se hicieron orificios equidistantes entre sí en la parte transversal de los moldes.
2. Se recubrió el molde de aceite para facilitar el desmoldeo de la probeta.

3. A las partes transversales del molde se les colocó cinta canela, haciéndoles pequeños huecos para evitar que entrara demasiado mortero en las cavidades del molde.
4. A través de los orificios de los moldes se introdujeron una por una las tiras de PET hasta que cruzaran de lado a lado.
5. De uno de los lados del molde se hizo un nudo a cada tira de PET y manualmente se pretensaron hacia el lado opuesto del molde donde, por medio de un sistema de sujeción quedaron fijas (Figura 11).



Figura 11. Sistema de sujeción de las tiras de PET.

Proceso de fabricación del mortero

Después de tener preparados los moldes se procedió a fabricar la mezcla de mortero. La dosificación que se empleó para su fabricación fue de 1:3 cemento-arena con 0.55% de agua y 3% de acelerante de fraguado.

Los materiales se pesaron con una balanza y se introdujeron en una revolvedora para homogeneizar los agregados; posteriormente se agregó el agua junto con el acelerante.

La mezcla se vertió en una mezclera y cuidadosamente se fue vaciando dentro de los moldes mientras se hacía vibrar con la ayuda de una mesa vibratoria (Figura 12), hasta que los moldes quedaron completamente llenos.



Figura 12. Vibrado del mortero.

En la Figura 13 se observa el aspecto de las muestras al concluir el proceso de vaciado y vibrado de la mezcla.



Figura 13. Probetas de mortero.

Las probetas se desmoldaron y se sumergieron en agua para cumplir con su etapa de curado. Los ensayos fueron llevados a cabo con una máquina universal Instron con una velocidad de cabezal de 0.2 mm/min.

Este procedimiento se llevó a cabo tanto para las probetas con tiras continuas como para las de tiras discontinuas, con la única diferencia que estas últimas no requirieron de ningún acomodo especial de las tiras, debido a que sólo se mezclaron junto con los demás agregados en la revolvedora.

Cabe mencionar que para realizar los ensayos de tensión directa fue necesario fabricar un par de mordazas especiales, idea tomada de Kobayashi et al. [28], ya que no existe norma alguna para ensayos de tensión directa en mortero o concreto (Figura 14).



Figura 14. Mordazas para ensayos de tensión directa.

4.3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL DE BARRAS DE PET- FIBRAS DE CARBONO

Con este compuesto se busca tener la ductilidad del PET y la alta rigidez de las fibras de carbono, con lo cual se espera un material con muy alta resistencia y rigidez.

4.3.1 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL DE LA FIBRA DE CARBONO

Con el fin de determinar algunas propiedades de la fibra de carbono, esta sección está destinada a conocer las diferentes técnicas experimentales que fueron empleadas en este trabajo, el equipo utilizado, las técnicas de preparación y condiciones bajo las cuales fueron analizadas cada una de las fibras.

4.3.1.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La difracción de rayos X (DRX) es una técnica de análisis versátil y no destructiva para la identificación y determinación cuantitativa de las fases cristalinas presentes de los compuestos en muestras sólidas o en forma de polvos. Un cristal está formado por un conjunto de átomos que se repiten en una red tridimensional periódica. Las propiedades de los materiales cristalinos dependen de su composición química (qué tipo de átomos forman el conjunto de átomos que se repite y cuántos son) y de su estructura (cómo están colocados esos átomos y cómo se repiten para formar el cristal). Los materiales cristalinos se diferencian unos de otros ya sea por su composición, o bien por su estructura.

Un compuesto con una composición y estructura definidas se conoce como fase cristalina. Así pues, la técnica de DRX permite distinguir una fase cristalina de otras y conocer su estructura. Tal identificación se alcanza comparando patrones de DRX

obtenidos a partir de una muestra desconocida con relación a una base de datos internacional que contiene patrones de referencia de un gran número de materiales.

El fenómeno de la difracción de rayos X es el resultado de la interacción de un tipo específico de radiación (rayos X) con los átomos ordenados de los cristales. Se utilizan rayos X porque son del orden de las distancias interatómicas en los cristales 1 \AA ($\text{\AA}=1 \times 10^{-10} \text{ m}$), lo que posibilita la aparición de fenómenos de interferencia y de direcciones de difracción. La interacción de los rayos X con los cristales se explica mediante la ley de Bragg, que se resume a continuación. Si se hace incidir un haz de rayos X sobre un cristal, se observará la aparición de haces de rayos X difractados según direcciones discretas y características de dicho cristal, de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$n \lambda = 2d \operatorname{sen}\theta$$

Ecuación 1. Ley de Bragg

En una interpretación sencilla de la ley de Bragg, las familias de planos cristalográficos paralelos de un cristal se comportarían como “espejos” que “reflejan” los rayos X para algunos ángulos de incidencia determinados. Los ángulos (θ) para los que aparecen rayos X difractados dependen de la distancia que separa los planos cristalográficos (d) y de la longitud de onda de los rayos X utilizados (λ).

El equipo empleado para hacer estas mediciones se conoce como difractómetro y sus resultados son expresados en términos gráficos por medio de un difractograma, el cual muestra el resultado de realizar un experimento de difracción en el que se miden las intensidades de los rayos X difractados por un cristal y los ángulos 2θ donde aparecen. La aparición de un pico (o reflexión) en el difractograma indica que los cristales de la muestra tienen una familia de planos con una distancia interplanar, tal que se cumple la ley de Bragg para la longitud de onda utilizada en el ángulo medido. Como en un cristal están definidos numerosos planos cristalográficos, en los difractogramas de una fase cristalina se observan diferentes picos para

diferentes ángulos. Además, los picos tienen una intensidad variable, dependiendo de los átomos que componen el cristal y de su posición [29].

4.3.1.1.1 PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO

La fuente de rayos X se compone de un tubo de vacío en el cual los electrones son emitidos desde un filamento de tungsteno calentado, y acelerados por un potencial eléctrico (típicamente de varias decenas de kilovoltios) para incidir sobre un blanco de metal refrigerado por agua. Cuando los electrones internos del objetivo son expulsados y los exteriores caen a ocupar su lugar, los rayos X son emitidos. Algunos tienen una distribución continua de longitudes de onda entre 0.5 y 5 Å ("radiación blanca") y algunos tienen longitudes de onda características de los niveles electrónicos en el blanco. Para la mayoría de experimentos, una radiación característica única se selecciona utilizando un filtro o un monocromador.

4.3.1.1.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL

El análisis se llevó a cabo con un difractómetro Panalytical X'Pert PRO (Figura 15). Las fibras se colocaron sobre el portamuestras del equipo y se le aplicó un poco de plastilina entre éste y las fibras para que alcanzaran el nivel de ras del portamuestras, ya que se debe asegurar que los rayos X choquen sólo sobre ellas y no con el portamuestras.



Figura 15. Difractómetro Panalytical X'Pert PRO.

Los análisis se corrieron con un rango de 10° a 80° (2θ) con un paso de 0.05 y un escaneo por paso de 1 s.

Cabe mencionar que las fibras se analizaron de 2 maneras: perpendiculares y paralelas al haz incidente.

4.3.1.2 ESPECTROSCOPIA RAMAN

Los espectros Raman se obtienen al irradiar una muestra con una potente fuente laser de radiación monocromática visible o infrarroja. Durante la irradiación, se registra el espectro de la radiación dispersada un cierto ángulo (por lo general 90°) con un espectrómetro adecuado. Las intensidades de las líneas Raman son el 0.001% de la intensidad de la fuente y, en consecuencia, su detección y medida resulta más difícil que el espectro infrarrojo [30].

4.3.1.2.1 PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO

Se basa en la dispersión Raman de la luz monocromática (por lo general procede de un láser en el rango visible, infrarrojo cercano o ultravioleta cercano) por un material, donde la luz es dispersada inelásticamente en oposición a la dispersión elástica de Rayleigh. Dicha dispersión causa cambios en la longitud de onda, los cuales se utilizan para deducir información sobre el material y determinar los modos de una muestra. Estos modos pueden ser vibracionales (por ejemplo fonones), rotacionales o de otro tipo de baja frecuencia. El funcionamiento del espectroscopio (Figura 16) inicia cuando la muestra se ilumina con un rayo laser u otra fuente de luz. La luz láser interactúa con fonones u otras excitaciones en el sistema, desplazando la energía de los fotones laser hacia arriba o hacia abajo. La luz del punto iluminado se recoge con una lente y se envía a través de un monocromador.

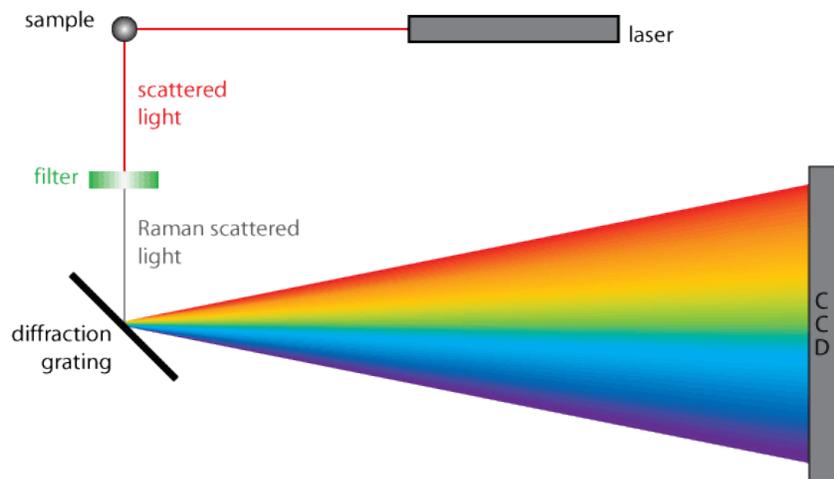


Figura 16. Esquema de funcionamiento del espectrómetro Raman [31].

Las longitudes de onda cercanas a la línea laser, debidas a la dispersión elástica de Rayleigh, son filtradas, mientras que el resto de la luz recogida se dispersa en un detector.

4.3.1.2.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL

Las fibras no requirieron ninguna preparación preliminar, ya que para esta técnica no es necesario.

El análisis se llevó a cabo con un espectrómetro Raman HORIBA modelo LabRAM HR BIZ 633 (Figura 17).



Figura 17. Espectrómetro Raman, HORIBA modelo LabRAM HR BIZ 633.

La señal emitida por la muestra fue colectada con un detector que es enfriado por efecto termoeléctrico y los datos obtenidos fueron filtrados para eliminar el ruido espectral.

4.3.1.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

El microscopio electrónico de barrido (SEM) es un instrumento que permite la observación y caracterización superficial, entregando información morfológica del material analizado. A partir de él se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra y se utilizan para examinar muchas de sus características.

4.3.1.3.1 PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO

El principio de funcionamiento del MEB se basa en el proceso de barrer la muestra con un haz electrónico de sección transversal pequeña y de alta energía, para generar una imagen punto a punto con ayuda de un detector [32]. Los sistemas de espectroscopía de energía dispersiva o mejor conocidos como EDS, por sus siglas en inglés, son dispositivos que se acoplan a los microscopios electrónicos, los cuales permiten realizar análisis elemental o caracterización química de una muestra. Las capacidades de caracterización de la técnica de EDS se debe, en gran parte, al principio fundamental de que cada elemento tiene una estructura atómica única que genera rayos X característicos con energías diferentes respecto a otros elementos [32].

4.3.1.3.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL

Esta técnica fue utilizada para obtener información sobre la morfología y diámetros de las fibras de carbono. Fue llevada a cabo en un microscopio Jeol, modelo JSM-7401F mostrado en la Figura 18.



Figura 18. Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo.

Las fibras fueron montadas sobre portamuestras hechos a base de papel bristol, como se muestra en la Figura 19.

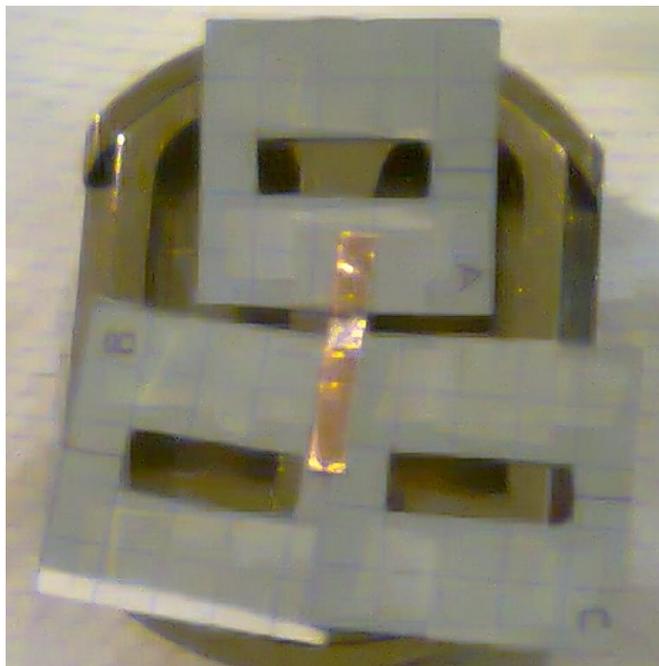


Figura 19. Disposición de las fibras en los portamuestras para medir su diámetro con el MEB.

A fin de hacerlas conductoras, todas las fibras analizadas en el MEB fueron recubiertas previamente con una película uniforme de oro, bajo alto vacío por diferencia de potencial entre un polo positivo y uno negativo. Un equipo Denton Vacuum Desk II (Figura 20) fue utilizado para recubrir las fibras de carbono.



Figura 20. Denton Vacuum Desk.

4.3.2 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (MET)

El microscopio electrónico de transmisión (MET) es un equipo que ha sido usado en todas las áreas de investigación por su capacidad para observar estructuras muy finas y detectar ínfimos elementos o compuestos.

4.3.2.1.1 PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO

El principio de operación consiste en irradiar una muestra delgada con un haz de electrones, el cual viaja a través de un sistema de vacío para no ser desviado por el aire; las lentes magnéticas ayudan a enfocar y dirigir el haz de electrones hacia la muestra. La caracterización estructural y química de la muestra es dada al interpretar las interacciones del haz de electrones con la muestra. Estas interacciones producen varios tipos de señal que se identifican como electrones retrodispersados, secundarios, absorbidos y transmitidos. Los electrones retrodispersados y secundarios dan información sobre la superficie de la muestra, permitiendo tener una imagen topográfica de la misma. Los electrones absorbidos dan información sobre la resistividad de la muestra. Los electrones que atraviesan la muestra se clasifican como transmitidos y difractados, siendo estos haces los que forman la imagen que se ve en el MET, razón por lo cual las muestras deben ser

muy delgadas; al atravesar la muestra estos electrones llevan información sobre las características de la misma [33].

4.3.2.1.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL

Dado que las muestras para MET deben ser lo suficientemente delgadas para que el haz de electrones las atraviese, una sola fibra de carbono fue usada y adelgazada con la ayuda de un haz de iones enfocados (FIB, por sus siglas en inglés). El procedimiento de adelgazamiento de la muestra se describirá más adelante.

Posteriormente se procedió a analizar la fibra de carbono reducida por FIB y para ello se empleó un microscopio Jeol, modelo JEM-2200FS como el que se muestra en la Figura 21, que cuenta con una resolución punto a punto de 0.19 nm en modo MET y 0.10 nm en modo STEM.



Figura 21. Microscopio electrónico de transmisión de emisión de campo Jeol JEM-2200FS.

4.3.2.2 HAZ DE IONES ENFOCADOS

El haz de iones enfocado (FIB, focused ion beam) utiliza un haz de iones de galio "Ga⁺" sobre la superficie de la muestra de manera similar a la del haz de electrones en un microscopio electrónico de barrido (MEB). Los electrones generados (o iones) se reúnen para formar la imagen de la superficie de la muestra. El haz de iones permite el "fresado" de pequeños agujeros en la muestra en sitios localizados, con el fin de obtener cortes transversales. La columna del FIB viene combinada con un MEB. El haz de iones se utiliza para el desbaste y el haz de electrones para mostrar la imagen. En este trabajo se empleó un equipo de haz de iones enfocado JEM-9320FIB (Figura 22).



Figura 22. Haz de iones enfocados (FIB).

4.3.2.3 MÉTODO PARA LA PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA MET POR FIB MEDIANTE LA TÉCNICA "LIFT-OUT"

La técnica "lift-out" posee numerosas cualidades que la hacen muy atractiva para los requerimientos de análisis por MET. El tiempo total de fabricación para un espécimen particular para su análisis en MET por este método es del orden de horas, mucho menor que el tiempo requerido de fabricación por los métodos tradicionales. El tamaño final de la sección transversal transparente a los electrones

puede ser tan grande como 150 micrones cuadrados o tan pequeño como 45 micrones cuadrados. Esto significa que un espécimen de MET puede ser manufacturado de una zona muy particular de la muestra dejando el resto de ésta intacta, lo cual suele ser una ventaja para los que desean observar algún área específica de su material en MET, sin destruir la totalidad de la muestra [34].

La preparación de la muestra se llevó a cabo en 8 pasos, los cuales se describen enseguida:

1. Localización del área de interés.

La localización del área de interés se hizo aprovechando la capacidad de mapeo (electrones secundarios) del FIB. La micrografía de la muestra permite seleccionar visualmente el área de interés.

2. Depósito por FIB de una capa protectora de carbono.

Una capa de carbono fue depositada por el FIB sobre el área de interés para prevenir el desgaste o el daño que produce los múltiples barridos del haz de iones en la superficie de la muestra.

3. Maquinado inicial y pulido grueso.

Para un maquinado rápido se utilizó un haz grande, se realizaron dos cortes con forma de caja en un lado de la capa de carbono y subsecuentemente al otro lado dejando una pared de 2 o 3 micrones, la cual permite la separación del área de interés del volumen.

4. Cortes para separar el área de interés del volumen de la muestra.

Con una corriente de haz más baja que en el paso anterior e inclinando la muestra en un ángulo de 60° , se realizaron tres cortes alrededor del área de interés, dejando únicamente una pequeña cantidad de material en las esquinas superiores para dar estabilidad y rigidez a la muestra durante el proceso de extracción.

5. Extracción del área de interés del volumen de la muestra.

Mediante un dispositivo nano-manipulador, una aguja afilada ($0.5 \mu\text{m}$) montada en el extremo de éste, se aproximó con precisión hasta tocar el área de interés y fue soldada a ésta mediante un depósito de carbono del FIB. Una vez fijada la punta al área de interés, se procedió a liberarla realizando cortes en los extremos superiores que permanecieron unidos al volumen y el espécimen fue retirado completamente del volumen de la muestra.

6. Transferencia y fijado en la rejilla de MET.

Ya liberado el espécimen fue transferido y fijado mediante un nuevo depósito de carbono a un poste de una rejilla especial para MET. Una vez fijo el espécimen a la rejilla, se realizó un corte con el FIB para liberar el espécimen de la aguja del nanomanipulador para los pulidos subsiguientes.

7. Adelgazamiento del espécimen.

Una corriente de haz aún más pequeña que en el paso 3 se utilizó para pulir el espécimen hasta obtener una membrana de aproximadamente 1 micrón de espesor, el cual es el espesor nominal recomendado para proceder al siguiente paso en la preparación del espécimen.

8. Pulido de la membrana cercano a su espesor nominal.

La corriente del haz se redujo nuevamente y la membrana se pulió por ambos lados a un espesor nominal aproximado de 0.3 micrones. En este punto la membrana estaba casi lista para terminarse. La corriente mínima del haz asociada a este paso dejó a la membrana sin ninguna marca del pulido iónico. Sin embargo, para muchos materiales, un espesor de 300 nanómetros es todavía demasiado grueso para que sean transparentes a los electrones, de manera que la membrana requiere aún un último, cuidadoso y leve paso de pulido.

4.3.2.4 ENSAYOS MECÁNICOS EN TENSION

En física e ingeniería, se denomina tensión mecánica a la fuerza por unidad de área en el entorno de un punto material sobre una superficie real o imaginaria de un medio continuo. La definición anterior se aplica tanto a fuerzas localizadas como fuerzas distribuidas, uniformemente o no, que actúan sobre una superficie.

En este ensayo, como se describe en la norma ASTM E8 [35], es posible la determinación de algunos parámetros como el punto de cedencia y la resistencia a la tensión. En esta prueba la muestra se somete a una carga uniaxial de tensión continuamente creciente hasta que el material llega a la falla. Durante todo el ensayo se registran tanto la carga como el alargamiento producido en determinados puntos de carga. En la norma ASTM E8 se encuentran los estándares necesarios para las máquinas de ensayo, los tipos de muestras, la velocidad de los ensayos y la determinación de los valores de las propiedades del material [35].

4.3.2.4.1 DESARROLLO EXPERIMENTAL

Las fibras de carbono se seleccionaron individualmente por medio de pinzas de microscopía y se pegaron con resistol 5000 sobre un portamuestra de papel bristol con la geometría que se muestra en la Figura 23.

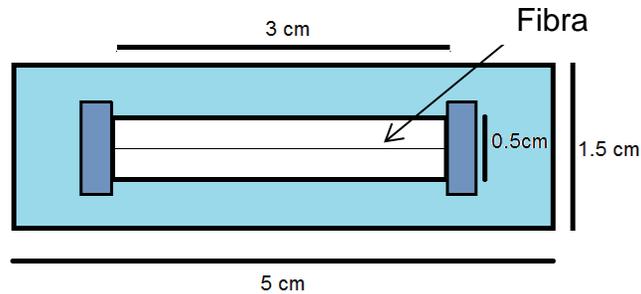


Figura 23. Esquema del portamuestra de las fibras de carbono.

Posteriormente se colocó el portamuestra en las mordazas de una máquina de ensayos mecánicos para fibras (Figura 24) asegurando una fuerte sujeción. El portamuestra se cortó de los lados de manera diagonal con sumo cuidado para impedir que la fibra fuera cortada.

La máquina cuenta con un sistema electrónico (Figura 25) que muestra la carga en Volts aplicada al monofilamento, así como el desplazamiento lineal, los cuales se calibraron y ajustaron a cero para cada ensayo. Cabe mencionar que también es posible controlar la velocidad del cabezal.

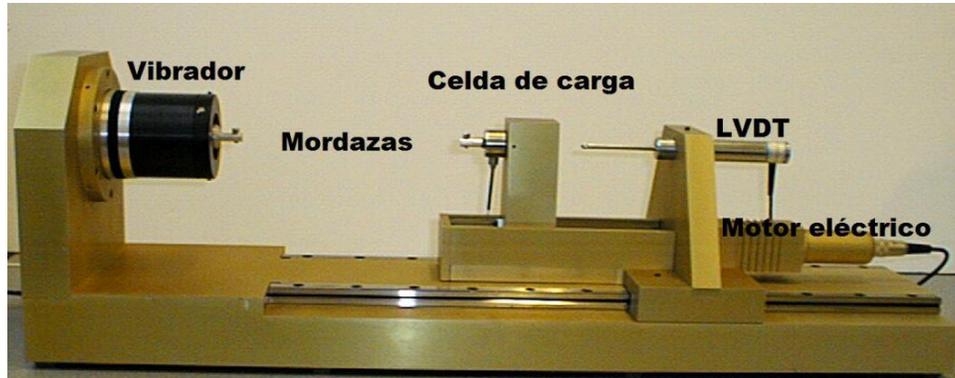


Figura 24. Máquina de ensayos mecánicos para fibras.



Figura 25. Control electrónico.

Las velocidades de cabezal con las cuales se hicieron los ensayos fueron: 2.00, 2.72, 3.24, 3.86 y 4.32 mm/min, equivalentes a 0.0011, 0.0015, 0.0018, 0.0021 y 0.0024 s⁻¹ en velocidad de deformación, respectivamente. Se hicieron 10 ensayos con cada velocidad y se obtuvieron los valores de carga-desplazamiento.

Con la ayuda de la Ecuación 2 y considerando los diámetros medidos con el MEB, se calculó un diámetro promedio con el cual se obtuvo la curva de esfuerzo-deformación de cada fibra de carbono.

$$\bar{d} = \frac{1}{\sqrt{\frac{1}{n} * \sum_{i=1}^n \frac{1}{d_i^2}}}$$

Ecuación 2. Diámetro promedio.

Donde:

\bar{d} : es el diámetro promedio

n: es el número total de mediciones

d_i : es cada diámetro medido

4.3.3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL DE LA SIMULACIÓN POR COMSOL

En esta sección se explicará el procedimiento, las variables que se buscaron y los parámetros que se necesitaron para realizar la simulación del compuesto barra de PET-Fibra de carbono, así como posteriormente la simulación de una viga de concreto reforzada con el compuesto PET-Fibra.

4.3.3.1 SIMULACIÓN CON COMSOL (MÓDULO DE MECÁNICA ESTRUCTURAL)

Es una técnica numérica para conducir experimentos en una computadora digital. Estos experimentos comprenden ciertos tipos de relaciones matemáticas y lógicas, las cuales son necesarias para describir el comportamiento y la estructura de sistemas complejos del mundo real.

COMSOL se basa en análisis de elementos finitos, el paquete de software de simulación se utiliza para diversas aplicaciones de la física y de la ingeniería. COMSOL ofrece conjuntos de herramientas para una gran variedad de posibilidades de programación, preprocesamiento y postprocesamiento. Los paquetes son multiplataforma (Windows, Mac, Linux). Además de las interfaces de usuario basados en la física convencional, COMSOL también permite introducir sistemas acoplados de ecuaciones en derivadas parciales (PDE).

4.3.3.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL

El material compuesto se diseñó con 55% de PET, el cual constituye la matriz, y 45% de fibras de carbono como reforzante longitudinal de la barra. Cabe señalar como mencionan Thornton y Colangelo [36] y Askeland [16], la fracción máxima de volumen de fibras es aproximadamente 80%, pues más allá de esta cantidad las fibras ya no quedan totalmente rodeadas por la matriz.

El modelo se elaboró con una geometría cúbica de PET reforzado con fibras de carbono con 0.05 mm por lado y fibras de carbono de 8.75 μm de diámetro (Figura 26).

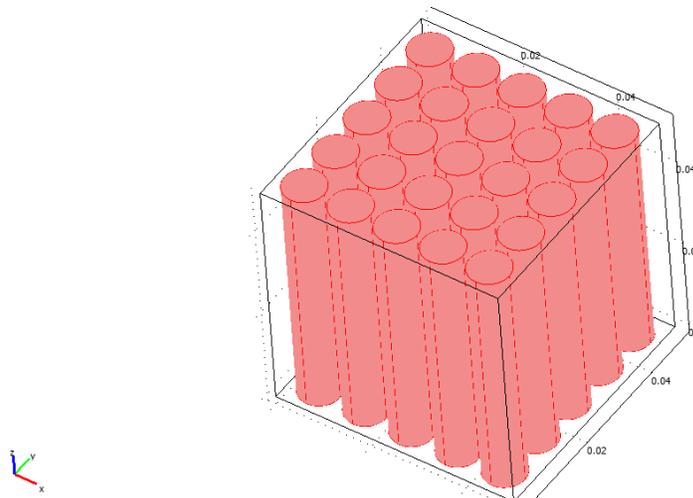


Figura 26. Modelo de PET-Fibra de carbono.

Debido a la orientación de su refuerzo y por su homogeneidad, a este tipo de compuestos se les llama material transversalmente isotrópico, por lo tanto tiene 5 incógnitas [37], las cuales se muestran a continuación:

$$\begin{array}{lll}
 E_x = E_2 & \nu_{xy} = \nu_{23} & G_{xy} = \frac{E_2}{2(1 + \nu_{23})} \\
 E_y = E_2 & \nu_{yz} = \frac{\nu_{12}E_2}{E_1} & G_{yz} = G_{12} \\
 E_z = E_1 & \nu_{xz} = \frac{\nu_{12}E_2}{E_1} & G_{xz} = G_{12}
 \end{array}$$

Para obtener las 5 incógnitas se necesitaron los valores del módulo de elasticidad y relación de Poisson, tanto de la fibra de carbono como los del PET. El módulo de la fibra se obtuvo de los ensayos de tensión, mientras que los otros valores se obtuvieron de los ASM Handbooks [38].

Es conveniente mencionar que para obtener las incógnitas anteriores fue necesario apoyarse en las ecuaciones de la ley de las mezclas (Ecuación 3) y de Halpin-Tsai (Ecuación 4) [37], para que en conjunto con COMSOL se obtuvieran todas ellas.

$$P = P_f V_f + P_m V_m$$

Ecuación 3. Ley de las mezclas.

Donde:

P: Propiedad del material compuesto.

P_f : Propiedad de la fibra.

V_f : Volumen de la fibra.

P_m Propiedad de la matriz.

V_m : Volumen de la matriz.

$$\frac{M}{M_m} = \frac{1 + \xi\eta V_f}{1 - \eta V_f}$$

Ecuación 4. Ecuación de Halpin-Tsai.

$$\eta = \frac{\frac{M_f}{M_m} - 1}{\frac{M_f}{M_m} + \xi}$$

Donde:

M: Módulo del material compuesto.

M_f : Módulo de la fibra.

M_m : Módulo de la matriz.

V_f : Volumen de la fibra.

ξ : Parámetro que depende de la geometría de la fibra o de las condiciones de carga.

η : Coeficiente que se obtiene con la fórmula arriba mostrada.

Después de simular el compuesto barra de PET-Fibra de carbono se simuló una viga de concreto reforzada con estas barras en un 2% en volumen. La simulación se comparó con una viga de concreto ordinario sin refuerzo con las mismas dimensiones (Figura 27).

Cabe mencionar que además de las incógnitas de la barra de PET-Fibras, se necesitaron el módulo de elasticidad y el coeficiente de Poisson del concreto, así como el esfuerzo a la ruptura y la rigidez de la barra.

La simulación de la viga se basó en una prueba de flexión de 3 puntos.

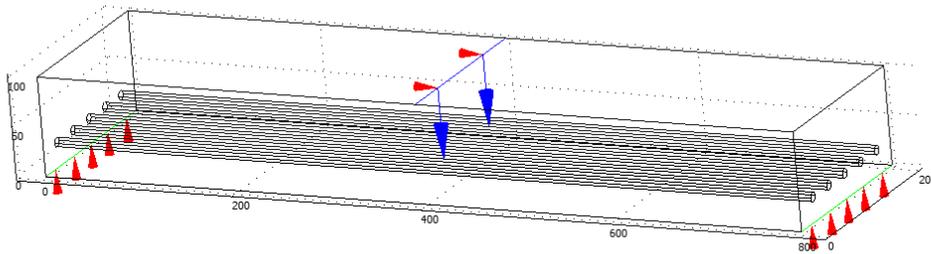


Figura 27. Geometría de la viga de concreto reforzada con barras de PET-Fibras de carbono (dimensiones en mm).

5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En esta sección se describen los resultados obtenidos a través de cada una de las técnicas anteriormente descritas, así como la discusión de los mismos.

5.1 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DEL MORTERO REFORZADO CON TIRAS DE PET RECICLADO

5.1.1 DEGRADACIÓN DEL PET

Los resultados obtenidos de la degradación del PET en la solución de poro monitoreados semanalmente por la técnica de espectroscopia infrarroja arrojaron los siguientes espectros

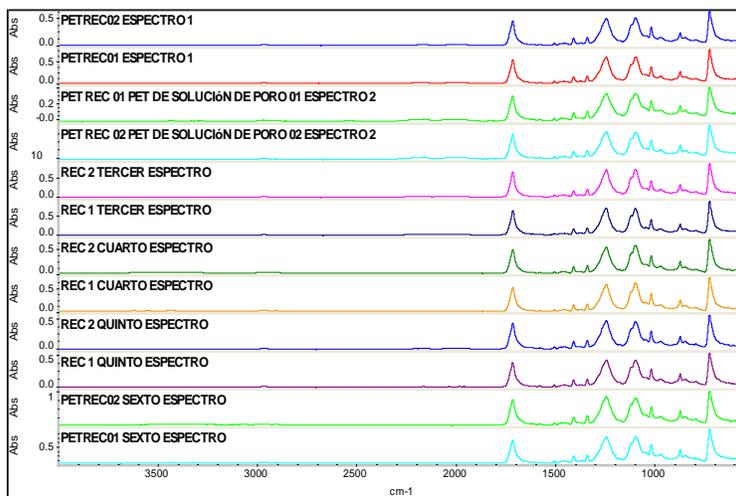


Figura 28. Espectros IR del monitoreo del PET.

En la Figura 28 se puede observar claramente cómo los espectros a través de 6 semanas no sufrieron cambio alguno en sus bandas, lo que significa que el PET no sufre degradación en el tiempo monitoreado.

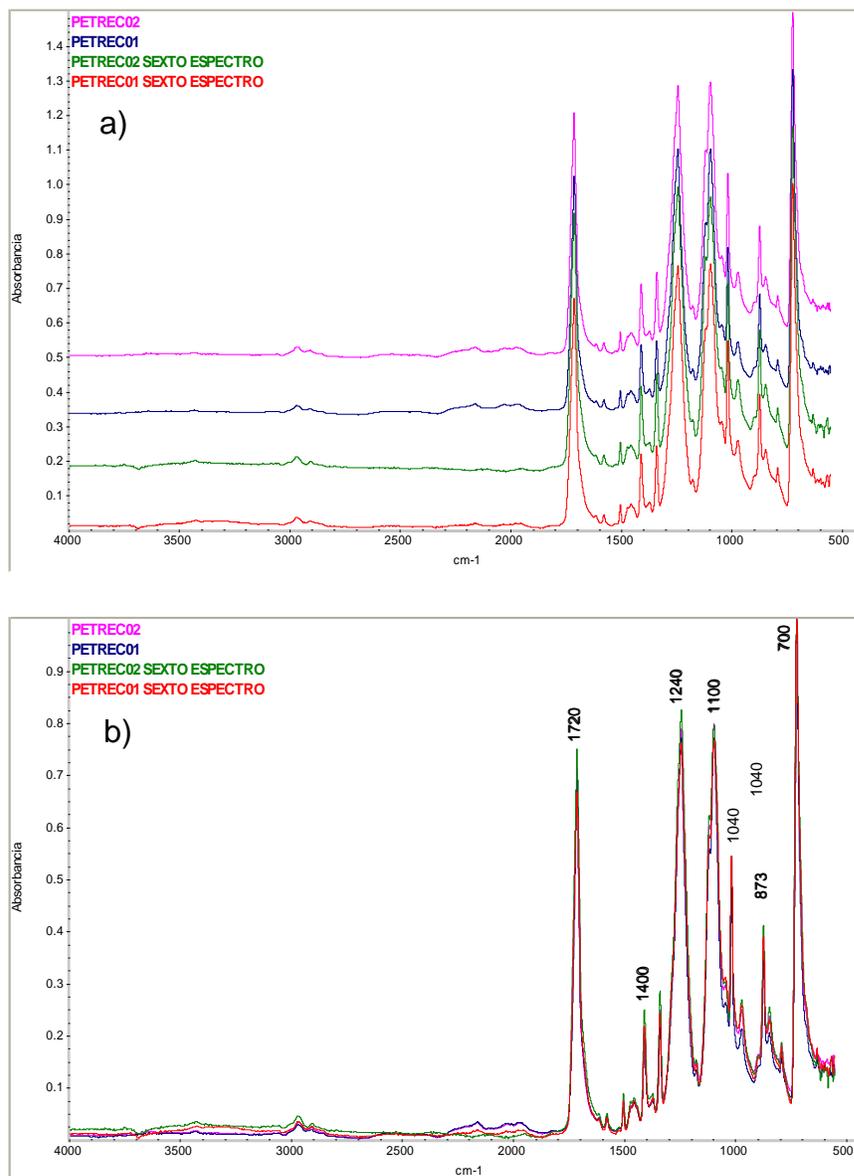


Figura 29. Comparación de espectros IR: a) primer y último espectro b) espectros normalizados.

Las posiciones de las bandas de los espectros (Figura 29) corresponden a las bandas principales del PET, como lo muestra Zhi Ge *et al.* [39].

En estos espectros se logra ver más claramente que las bandas de cada espectro se sobreponen unas sobre otras.

5.1.2 COMPRESIÓN

Este análisis se realizó conforme a la norma ASTM C 109/C 109M [26] en la cual se evaluó la resistencia a la compresión de cada cubo de mortero, dando como resultado las curvas esfuerzo-deformación de la figura 30.

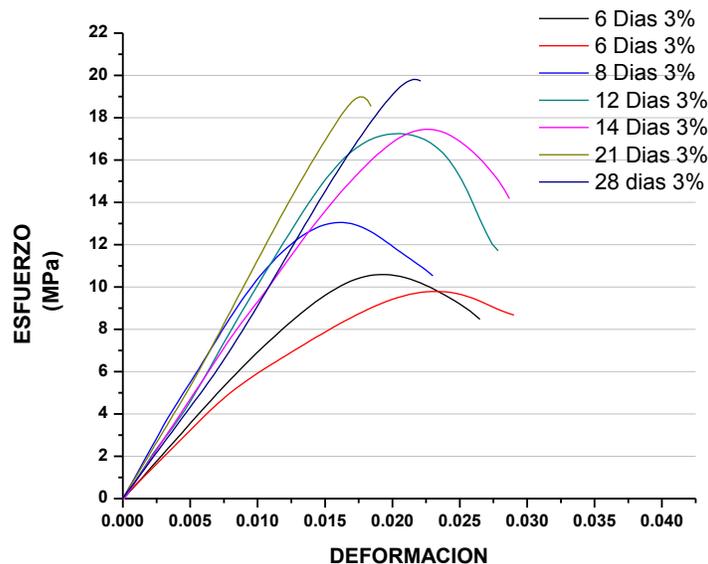


Figura 30. Curvas esfuerzo-deformación a compresión de mortero con 3% de acelerante de fraguado.

Como se puede ver, se aprecian los ensayos de compresión a diferentes tiempos de curado con un 3% de acelerante de fraguado. Estos ensayos se realizaron para determinar la cantidad de tiempo de curado necesario, para que la resistencia a la compresión alcanzará un valor óptimo y con eso garantizar que los incrementos en resistencia a partir de ese tiempo fueran mínimos.

También se puede apreciar que de 6 a 14 días de curado, el incremento en la resistencia a la compresión es considerable, teniendo un incremento de alrededor de 7 MPa. Por otro lado, de los 14 a 21 días de curado la resistencia presenta un incremento de 2 MPa y posteriormente de los 21 a 28 días sólo presenta un aumento

de 1 MPa. Por tal motivo, se determinó que la cantidad de días de curado para el mortero en el cual alcanza una resistencia a la compresión adecuada es de 21 días, ya que a partir de ahí la resistencia a la compresión se presenta en pequeños incrementos. Los resultados se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 5. Resultados obtenidos de los ensayos a compresión del mortero ordinario.

Días	V (mm/min)	L _i (mm)	ε	σ (MPa)	E (MPa)
6	0.2	50	0.019	10.60	558
6	0.2	50	0.023	9.80	426
8	0.2	50	0.016	13.10	819
12	0.2	50	.021	17.25	821
14	0.2	50	0.023	17.45	759
21	0.2	50	0.018	19.00	1056
28	0.2	50	0.022	19.81	900

Por lo tanto los ensayos a tensión directa de las probetas de mortero reforzado con fibras de PET se realizaron con 21 días de curado.

5.1.3 ENSAYOS DE TENSIÓN DIRECTA A PROBETAS DE MORTERO REFORZADAS CON PET RECICLADO

Se realizaron ensayos de tensión directa a probetas de mortero reforzadas con tiras de PET (0.25 %, 0.50 % y 1.00 % en volumen) distribuidas tanto de manera dispersa como continua.

La distribución de las fibras cortas en la parte media de las probetas se analizó realizando cortes transversales e identificando la cantidad de fibras en cada uno. La Figura 31 muestra la influencia del incremento de porcentaje sobre la cantidad de fibras que pueden presentarse al azar en dicha zona.

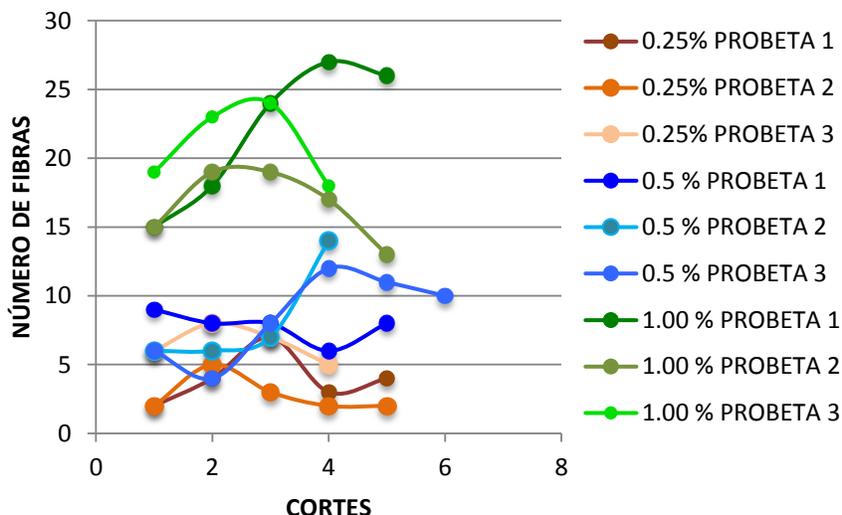


Figura 31. Distribución de fibras cortas.

Con respecto a la distribución de las fibras continuas o tiras largas no hubo necesidad de realizar este análisis, ya que atraviesan de extremo a extremo, lo que permite tener una misma cantidad de PET en la zona media de la probeta.

Las curvas esfuerzo-deformación obtenidas de los ensayos a tensión directa de las probetas con tiras dispersas y continuas se muestran en la Figura 32, donde se puede apreciar una falla frágil al caer drásticamente cada una de las curvas, pero la acción de la adherencia entre las tiras de PET y el mortero no permite que el esfuerzo llegue hasta cero y, por lo tanto, la probeta continúa soportando incrementos de carga como cada curva lo muestra, a excepción del espécimen fabricado sin refuerzo alguno, ya que éste experimenta una fractura total y una imposible continuidad de seguir con el ensayo.

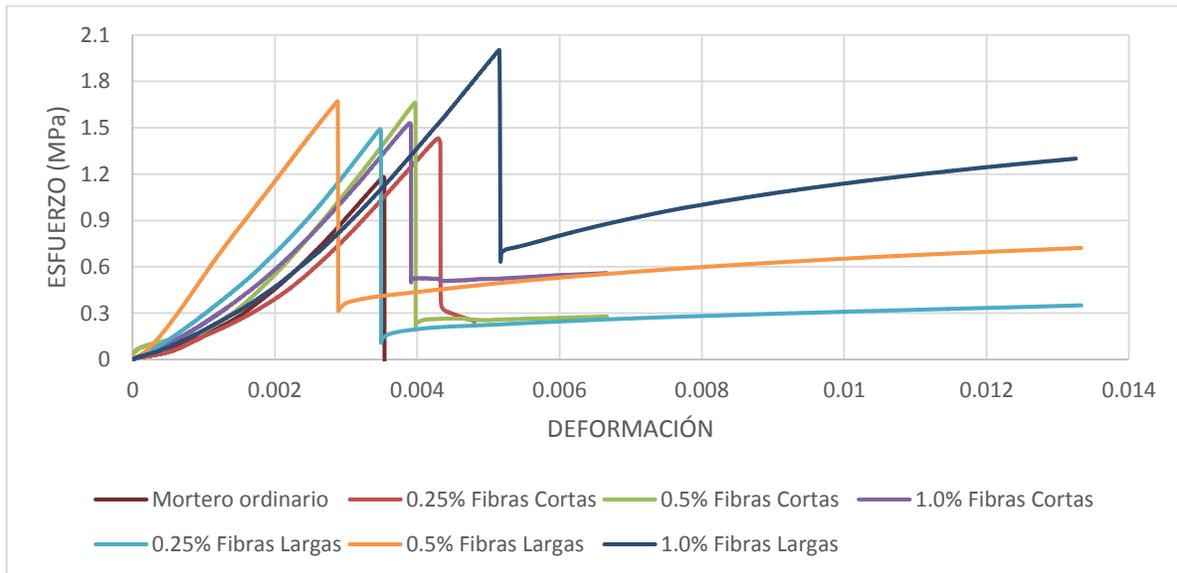


Figura 32. Curvas esfuerzo-deformación a tensión directa del mortero reforzado con tiras de PET dispersas y continuas.

Por lo tanto existe una clara diferencia entre el mortero reforzado con fibras y el mortero ordinario, el cual es, el primero después de alcanzar la resistencia máxima a primera fisura presenta un decrecimiento súbito de la capacidad de carga y posteriormente sigue admitiendo pequeños incrementos de carga con respecto al tiempo causados por la fricción y adherencia de las fibras; mientras que, en el segundo la ruptura es simplemente súbita y frágil.

Se puede ver que el esfuerzo máximo alcanzado en todos los especímenes ensayados es muy similar, pero la gran diferencia es cómo después de experimentar una caída súbita en el esfuerzo, la probeta no se fractura en dos partes (Figura 33) como un mortero ordinario, sino que la fisura que se genera apenas es visible y el espécimen sigue en una pieza soportando esfuerzos de manera constante. Los resultados obtenidos de las pruebas a tensión directa del mortero reforzado con PET se muestran en la Tabla 6.



Figura 33. Probetas ensayadas que no presentan separación total.

Tabla 6. Resultados obtenidos de las probetas de mortero ensayadas en tensión directa.

Probeta	Velocidad (mm/min)	Deformación	Esfuerzo máximo (MPa)	Esfuerzo residual máximo (MPa)
Mortero ordinario	0.2	0.0034	1.18	0
0.25 % Fibras cortas	0.2	0.0043	1.42 (25%)	0.29 (20%)
0.50 % Fibras cortas	0.2	0.0040	1.66 (41%)	0.28 (16%)
1.00 % Fibras cortas	0.2	0.0040	1.52 (29%)	0.56 (37%)
0.25 % Fibras largas	0.2	0.0035	1.49 (26%)	0.35 (23%)
0.50 % Fibras largas	0.2	0.0028	1.65 (40%)	0.72 (44%)
1.00 % Fibras largas	0.2	0.0051	2.00 (69%)	1.30 (65%)

Los resultados obtenidos a compresión en materiales a base de cemento, se relacionan a menudo con la resistencia a la tensión, ya que no existe una prueba estandarizada para este tipo de materiales. Se dice que el valor de la resistencia a

la tensión debe de ser aproximadamente el 10% de la resistencia a la compresión, es por eso que a continuación se muestran los resultados obtenidos en las pruebas de compresión, que al mismo tiempo son comparados con los resultados obtenidos a tensión directa del mortero.

Tabla 7. Comparación de resultados de pruebas a tensión indirecta y directa.

8% - 10 % Compresión (MPa)	Tensión directa (MPa)
1.52 – 2.85	1.56

En la Tabla 7 se puede ver el promedio de cada una de las pruebas y concluir que el ensayo de tensión directa está dentro del rango esperado como la literatura lo menciona para ensayos de tensión indirecta.

5.2 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LAS BARRAS DE PET- FIBRAS DE CARBONO

5.2.1 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LA FIBRA DE CARBONO

A partir de esta sección se enumerarán los resultados obtenidos con respecto a la fibra de carbono con las técnicas de difracción de rayos X, espectroscopía Raman, microscopía electrónica de barrido, microscopía electrónica de transmisión y ensayos mecánicos de tensión.

5.2.1.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La Figura 34 muestra una serie de difractogramas realizados a las fibras de carbono en 2 disposiciones distintas: perpendiculares y paralelas al haz incidente. Los resultados obtenidos fueron muy similares, ya que los 2 difractogramas presentan 3 picos: el primero con mayor intensidad se encuentra a los 25.30° (2θ), el segundo con una intensidad más baja a 43.77° (2θ) y el tercero apenas apreciable a 53.57° (2θ).

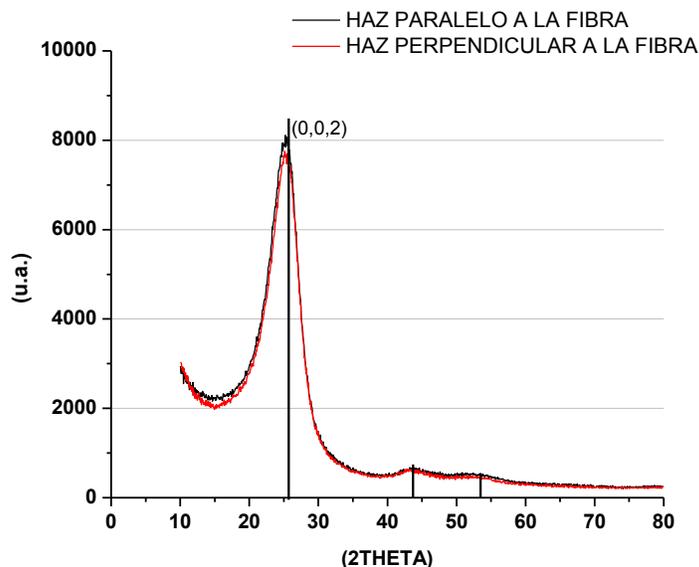


Figura 34. Patrones de difracción de rayos X de las fibras de carbono.

En estos patrones de difracción se puede observar que el pico a 25.30° (2θ) presenta un ensanchamiento característico de un material amorfo, pero su alta intensidad revela cierto grado de ordenamiento [40]. Por tal motivo hasta este punto se presume que cuenta con gran aportación amorfa como cristalina y por consiguiente se analizó por tanto técnicas para corroborar este resultado.

5.2.1.2 ESPECTROSCOPIA RAMAN

Los espectros Raman de la mayoría de las formas del carbono de interés práctico incluyen 2 bandas principales, denominadas banda D (1355 cm^{-1}) y banda G (1575 cm^{-1}), asociadas respectivamente al desorden y orden gráfico [40]. La Figura 35 muestra la evolución de estas bandas y del espectro de segundo orden ($2600\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$, banda G') para sólidos carbonosos con diferente grado de orden estructural

(decreciente de arriba hacia abajo en dicha figura). Se observa claramente la disminución de intensidad y el ensanchamiento de la banda D, el aumento paralelo de la banda G y la desaparición de la banda G' al pasar progresivamente desde grafitos hasta materiales muy desordenados tales como carbones minerales [40].

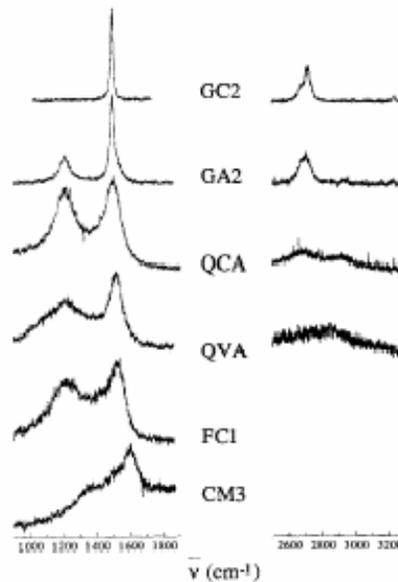


Figura 35. Espectros Raman de varios materiales de carbono con el siguiente grado de orden estructural decreciente: grafito natural (GC2), grafito de alta superficie (GA2), coque calcinado de aguja (QCA), coque verde de aguja (QVA), fibras de carbono isotropas (FC1) y carbón mineral subbituminoso (CM3) [40].

El espectro Raman que se muestra en la Figura 36 fue obtenido de la fibra de carbono, el cual muestra 2 picos intensos en 1346 cm^{-1} y 1588 cm^{-1} , relacionados con las bandas D y G, respectivamente y un pico menos intenso en 3250 cm^{-1} relacionado con la banda G' de los materiales de carbono.

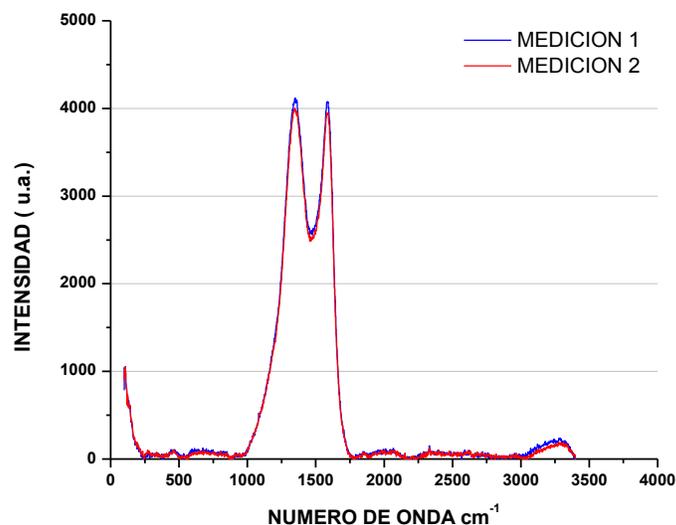


Figura 36. Espectros Raman de la fibra de carbono.

La relación de intensidades de las bandas D y G, así como sus posiciones y anchos, se han revelado como parámetros útiles para establecer criterios cuantitativos que permiten comparar el grado de orden estructural en diferentes tipos de materiales de carbono [40].

Tomando en cuenta el espectro Raman de la Figura 36 y de acuerdo a Montes-Morán [41] se puede determinar la relación entre ambas bandas para obtener el grado de ordenamiento, por medio de la siguiente ecuación:

$$\frac{I_D}{I_D + I_G}$$

Ecuación 5. Relación del grado de ordenamiento.

Donde:

I_D : Intensidad de la banda D

I_G : Intensidad de la banda G

Al realizar el cálculo se obtuvieron los valores indicados en la Tabla 8. Como puede observarse, el grado de desorden de la fibra de carbono es de 50%.

Tabla 8. Porcentaje de desorden en la fibra de carbono.

Espectro	I_D	I_G	$I_D / (I_D + I_G)$
Medición 1	4025	3984	0.50
Medición 2	3938	3867	0.50

5.2.1.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

La microscopía electrónica de barrido fue la principal técnica experimental que permitió la observación de la morfología de la fibra de carbono en la sección longitudinal. También permitió medir el diámetro de la fibra en tres secciones, con

las cuales se obtuvo un diámetro promedio que se utilizó para calcular las propiedades mecánicas en las fibras.

Como se observa en la figura 37 las fibras de carbono presentan de manera general, una superficie fibrilar, ya que se pueden observar fibriles alineados a lo largo del eje de la fibra.

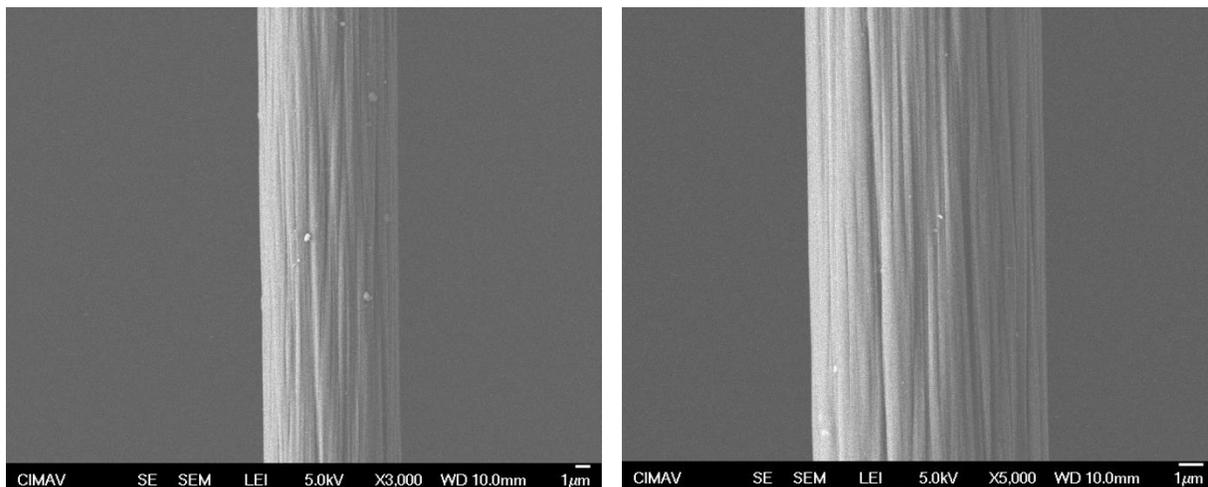


Figura 37. Micrografías MEB de fibras de carbono.

Con respecto al diámetro fue necesario medirlo a 10 fibras, tomando a cada una 3 mediciones en diferentes secciones (Figura 38). Con la ayuda de la Ecuación 2 y tomando en cuenta todos los diámetros medidos con el MEB se obtuvo un diámetro promedio de $8.75 \pm 0.89 \mu\text{m}$. El diámetro de las fibras juega un papel muy importante en los esfuerzos, ya que de su valor depende el área de la sección transversal.

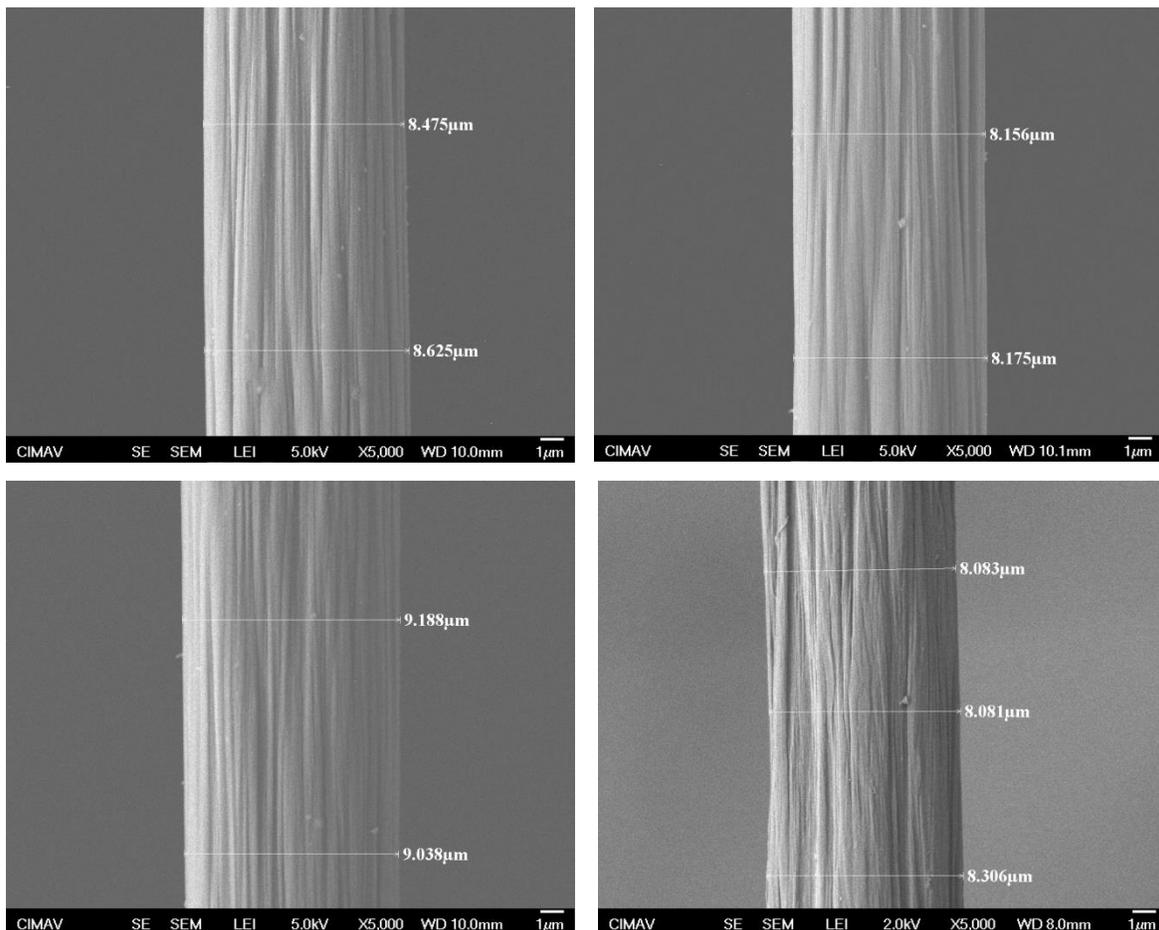


Figura 38. Micrografías MEB con mediciones de diámetro a 4 diferentes fibras de carbono.

5.2.1.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (MET)

Antes de estudiar la fibra en el microscopio electrónico de transmisión tuvo que ser preparada mediante el haz de iones enfocado (FIB), como se describió en la sección 4.3.2.3. Se obtuvo una viga en cantiliver con un espesor de alrededor de 200 nm para poder ser analizada en el MET.

Se tomaron micrografías en diferentes zonas de la superficie de la fibra las cuales revelaron que las fibras de carbono tienen cierta orientación preferencial (Figura 39 y Figura 40), la cual se atribuye al proceso de fabricación en donde son sometidas a tensión.

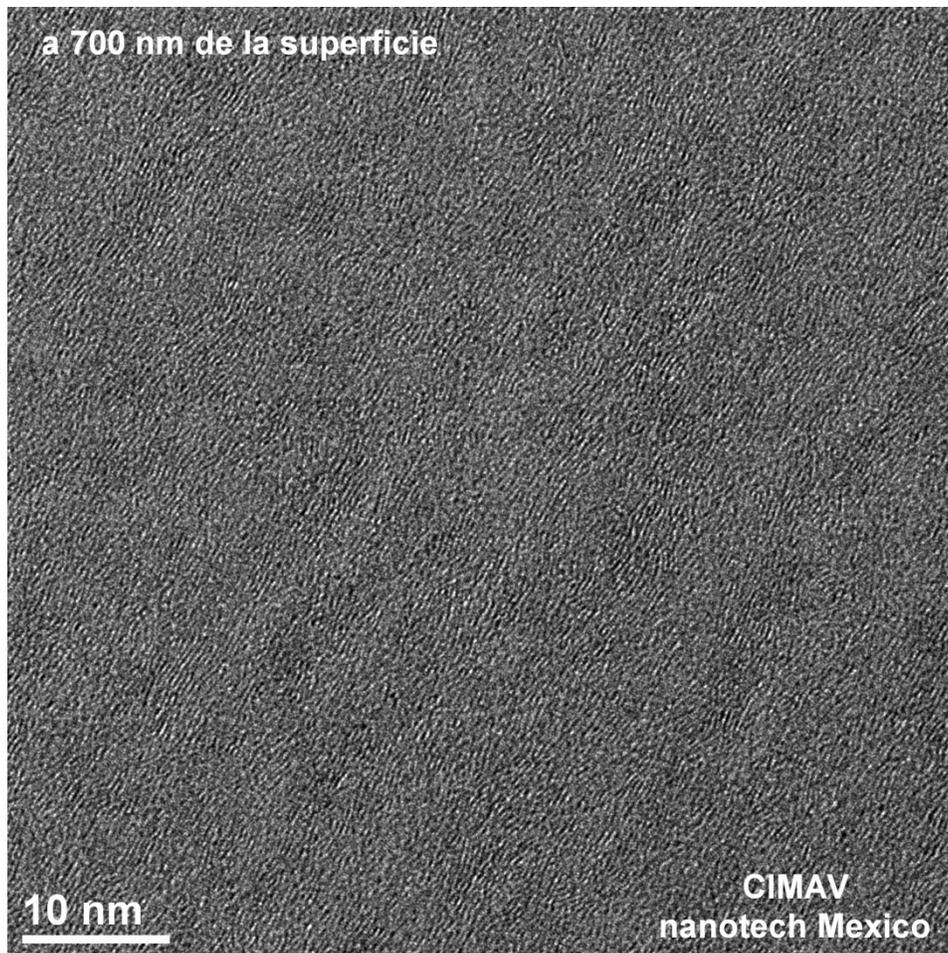


Figura 39. Micrografía MET a 700 nm de la superficie de una fibra de carbono.

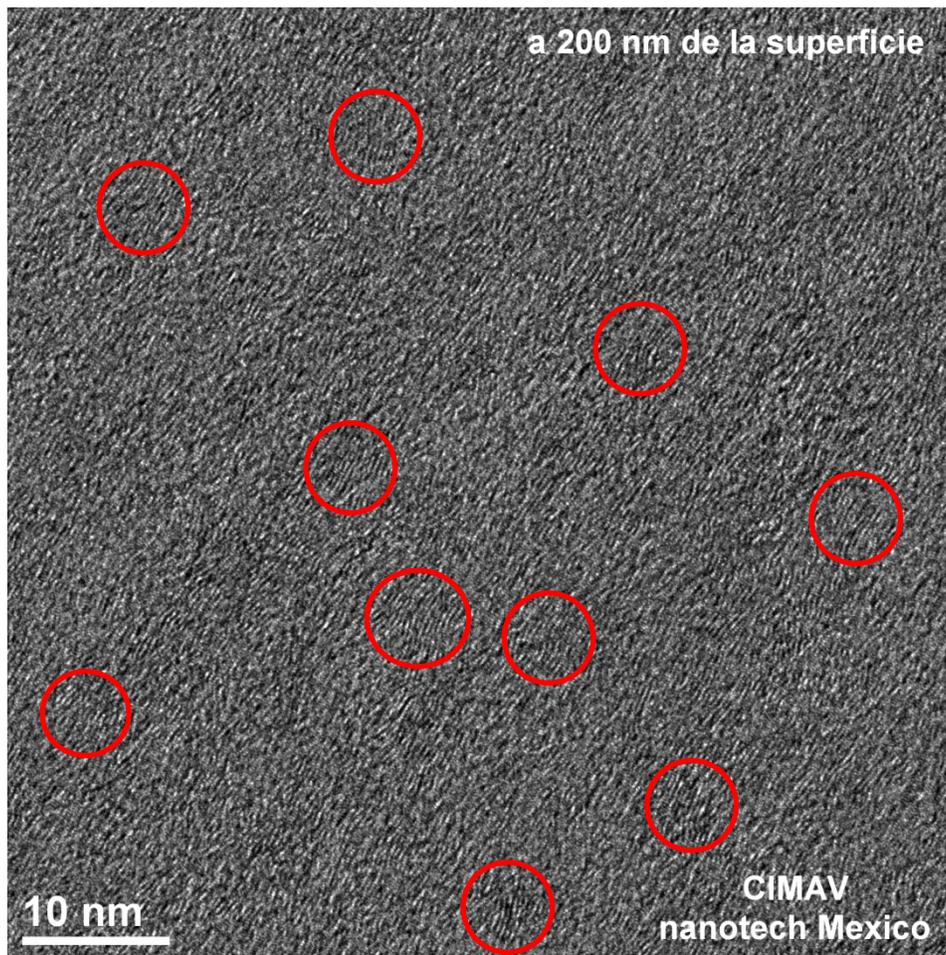


Figura 40. Micrografía MET a 200 nm de la superficie de una fibra de carbono.

En las micrografías puede observarse la presencia de pequeñas zonas cristalinas (indicadas con círculos rojos); sin embargo, debido a que el arreglo de los átomos sólo se extiende en su vecindad inmediata, esta fibra de carbono presenta un orden de corto alcance.

Cabe mencionar que el patrón de difracción de la fibra (Figura 41) muestra un halo difuso característico de materiales que presentan zonas amorfas, lo que fortalece a

los análisis realizados anteriormente respecto a que la fibra cuenta con un alto porcentaje de amorficidad.

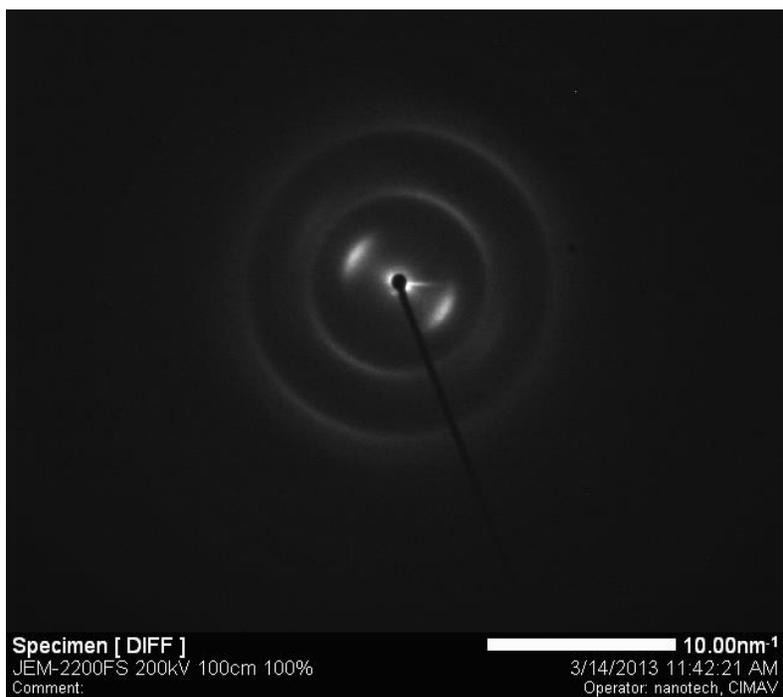


Figura 41. Patrón de difracción de una fibra de carbono.

Es conveniente mencionar que a la muestra también se le realizó un análisis (EDS) con el cual se determinaron los porcentajes en peso de los elementos que contiene la fibra de carbono (Tabla 9). Claramente se puede ver que el carbono es el elemento que más está presente en la fibra, seguido del galio (1.2% peso) procedente de la preparación de la fibra por FIB.

Tabla 9. Porcentajes en peso de los elementos de las fibras de carbono obtenidos por EDS.

	C	O	Ga	Total
Punto 1	97.94	0.58	1.48	100.00
Punto 2	98.21	0.83	0.97	100.00

5.2.1.5 ENSAYOS MECÁNICOS EN TENSIÓN

Las fibras de carbono fueron ensayadas a diferentes velocidades de deformación con la finalidad de observar su comportamiento mecánico a dichas velocidades.

Las curvas de esfuerzo-deformación mostradas en las figuras 42-46 que se muestran a continuación son el resultado de ensayos realizados a algunas fibras.

Como se puede apreciar, existe cierta dispersión esto se debe a que cada fibra se comporta de manera diferente y no tienen la misma resistencia o el mismo comportamiento hasta la ruptura, sin embargo nótese que al iniciar el ensayo de tensión la mayoría de las curvas coinciden en los primeros puntos, esto permite concluir que el módulo de Young casi no cambia.

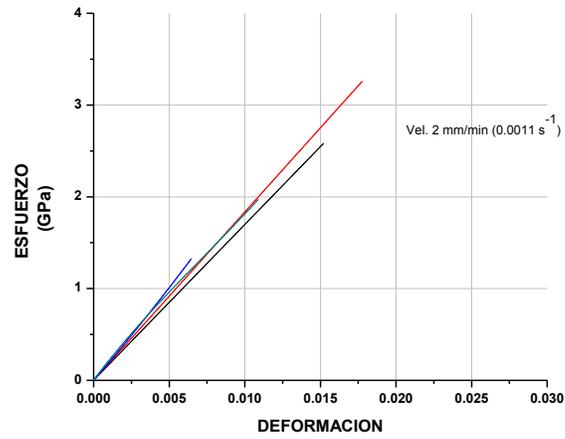


Figura 42. Curva esfuerzo-deformación a una velocidad de 2 mm/min (0.0011 s⁻¹).

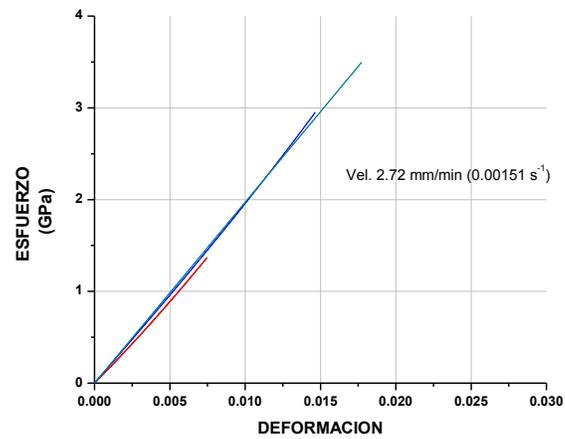


Figura 43. Curva esfuerzo-deformación a una velocidad de 2.72 mm/min (0.0015 s⁻¹).

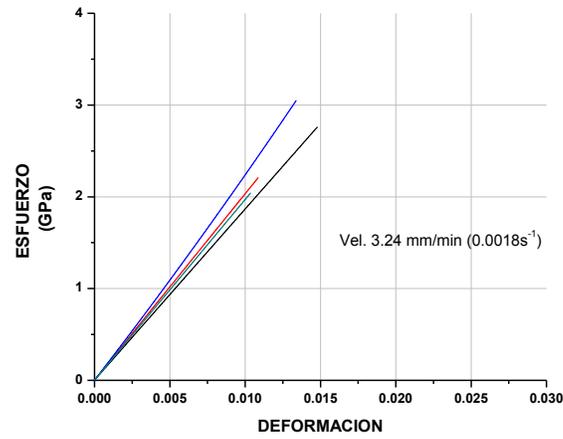


Figura 44. Curva esfuerzo-deformación a una velocidad de 3.24 mm/min (0.0018 s^{-1}).

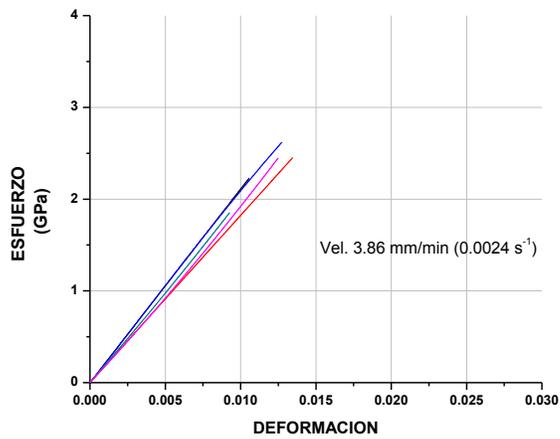


Figura 45. Curva esfuerzo-deformación a una velocidad de 3.86 mm/min (0.0021 s^{-1}).

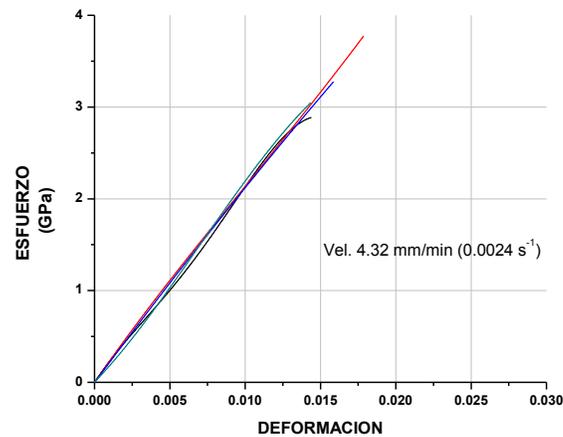


Figura 46. Curva esfuerzo-deformación a una velocidad de 4.32 mm/min (0.0024 s⁻¹).

Las propiedades mecánicas fueron calculadas a partir de las curvas esfuerzo-deformación y los valores se muestran en la Tabla 10, donde se puede observar que las fibras de carbono ensayadas no presentan grandes diferencias entre una velocidad y otra, lo cual se puede entender ya que las velocidades de deformación son muy bajas y muy cercanas entre sí.

Se puede decir que las fibras de carbono son un material frágil, ya que presentan una escasa capacidad de deformación y no presentan una zona dúctil en las curvas de esfuerzo-deformación.

Cabe resaltar que los módulos de Young obtenidos son resultados teóricos, ya que se utilizó un diámetro promedio con el cual se realizaron los cálculos necesarios para obtener dichas propiedades.

Tabla 10. Resultados obtenidos de los ensayos de tensión.

Figura	V _C (mm/min)	V _D (s ⁻¹)	L _i (mm)	ε	σ _R (GPa)	E (GPa)
42	2	1.1 x 10 ⁻³	30	0.0177 ± 0.005	3.2 ± 0.9	181
43	2.72	1.5 x 10 ⁻³	30	0.0177 ± 0.005	3.5 ± 1.0	198
44	3.24	1.8 x 10 ⁻³	30	0.0148 ± 0.004	3.0 ± 0.9	203
45	3.86	2.1 x 10 ⁻³	30	0.0134 ± 0.004	2.6 ± 0.8	195
46	4.32	2.4 x 10 ⁻³	30	0.0179 ± 0.005	3.8 ± 1.0	212

5.2.1.6 SIMULACIÓN POR COMSOL

Entre los resultados obtenidos por esta simulación se encuentran las 5 incógnitas mencionadas en la sección 4.3.3.2 que son necesarias para el compuesto PET-Fibra de carbono, los cuales se muestran a continuación:

$$E_x = E_2 = 10.61 \text{ GPa}$$

$$\nu_{xz} = \frac{\nu_{12}E_2}{E_1} = 0.026$$

$$E_y = E_2 = 10.61 \text{ GPa}$$

$$G_{xy} = \frac{E_2}{2(1 + \nu_{23})} = 3930 \text{ MPa}$$

$$E_z = E_1 = 125.93 \text{ GPa}$$

$$G_{yz} = G_{12} = 2963 \text{ MPa}$$

$$\nu_{xy} = \nu_{23} = 0.35$$

$$G_{xz} = G_{12} = 2963 \text{ MPa}$$

$$\nu_{yz} = \frac{\nu_{12}E_2}{E_1} = 0.026$$

Cada uno de estos valores se introdujo en la simulación de la barra partiendo de la premisa de que existe una adherencia perfecta matriz-refuerzo.

Posteriormente se obtuvieron los resultados indicados en la figura 47, al generar la simulación de una prueba de flexión de 3 puntos de un concreto ordinario reforzado con barras de PET-Fibras de carbono y un concreto ordinario. Al comparar ambos concretos con respecto a la rigidez, se obtuvo que el reforzado con barras de PET-Fibras de carbono tuvo un aumento de 119% con respecto al de concreto ordinario.

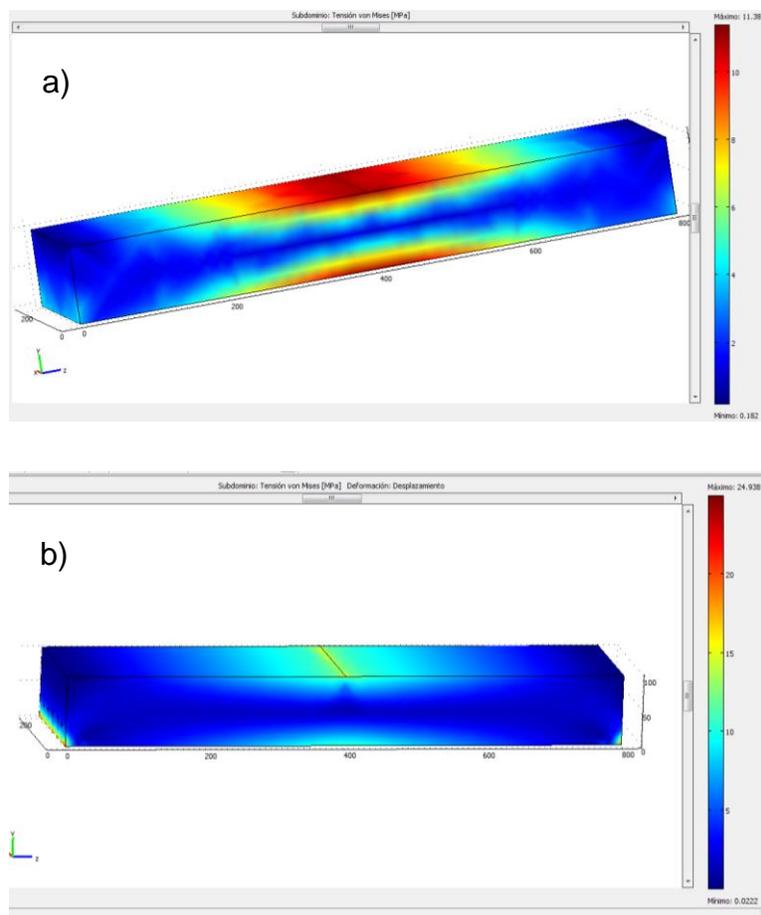


Figura 47. Simulación de prueba de flexión en 3 puntos: a) concreto ordinario y b) concreto reforzado con barras de PET-Fibras de carbono.

Es preciso mencionar que a pesar de que no se haya fabricado el compuesto, la simulación muestra que podría ser factible emplearlo como reforzante en una matriz de concreto para aumentar la rigidez, no sin antes hacerle distintas pruebas físicamente para corroborar sus propiedades.

6 CONCLUSIONES

6.1 CONCLUSIONES DEL MORTERO REFORZADO CON TIRAS DE PET RECICLADO

- El PET reciclado no presenta degradación al interactuar con la reacción que provoca el mortero, por lo cual es factible su uso como refuerzo.
- Utilizar PET reciclado en tiras como refuerzo de un mortero sometido a tensión directa presenta una mejora en su comportamiento después de la falla, ya que la adherencia matriz-PET genera un esfuerzo residual que va en aumento.
- El ensayo de compresión es un buen método para obtener la tensión de un mortero, ya que se aproxima al valor obtenido por tensión directa.
- Los especímenes de mortero después de fallar no presentan separación total, por lo cual podría ser recomendado para utilizarse como complemento en la construcción de edificaciones en zonas sísmicas y para mitigar fisuras.

6.2 CONCLUSIONES DE LAS BARRAS DE PET-FIBRAS DE CARBONO

- La fibra de carbono presenta aproximadamente 50% de cristalinidad, por lo que se concluye que es un material semicristalino con una gran aportación amorfa.
- La fibra de carbono presenta un alto módulo de elasticidad y un alto esfuerzo a la ruptura, por lo que es un buen candidato para reforzar materiales que presenten un módulo elástico y esfuerzo máximo bajos.

- La simulación muestra que la barra de PET reforzada con fibras puede ser un buen compuesto para aumentar la rigidez de una viga de concreto ordinario.

7 REFERENCIAS

- [1] E. Gartner, "Industrially interesting approaches to "low-CO₂" cements," *Cement and Concrete Research*, vol. 34, pp. 1489-1498, 9// 2004.
- [2] J. S. Damtoft, J. Lukasik, D. Herfort, D. Sorrentino, and E. M. Gartner, "Sustainable development and climate change initiatives," *Cement and Concrete Research*, vol. 38, pp. 115-127, 2// 2008.
- [3] P. Mangaliri, "Composite materials for aerospace applications," *Bulletin of Materials Science*, vol. 22, pp. 657-664, 1999.
- [4] P. S. Song and S. Hwang, "Mechanical properties of high-strength steel fiber-reinforced concrete," *Construction and Building Materials*, vol. 18, pp. 669-673, 11// 2004.
- [5] R. Siddique, J. Khatib, and I. Kaur, "Use of recycled plastic in concrete: A review," *Waste Management*, vol. 28, pp. 1835-1852, // 2008.
- [6] J. J. Sánchez Mora, "Comportamiento térmico y mecánico del poli (etilén tereftalato)(PET) modificado con resinas poliméricas basadas en bisfenol-A," 2003.
- [7] J. McMurry, *Química orgánica*, Sexta ed. Cornell University, 2004.
- [8] M. Real, "Preparación y caracterización térmica y mecánica de mezclas PET-reciclado/Poliolefinas," 2011.
- [9] J. M. H. Ramirez, "Les mecanismes de fatigue dans les fibres Thermoplastiques," Tesis de doctorado, París, 2004.
- [10] M. A. Montes-Morán, W. Gauthier, A. Martínez-Alonso, and J. M. D. Tascón, "Mechanical properties of high-strength carbon fibres. Validation of an end-effect model for describing experimental data," *Carbon*, vol. 42, pp. 1275-1278, // 2004.
- [11] M. J. Prauchner, V. M. D. Pasa, S. Otani, and C. Otani, "Biopitch-based general purpose carbon fibers: Processing and properties," *Carbon*, vol. 43, pp. 591-597, // 2005.
- [12] T. Hobbs and A. Lesser, "Preparation of high performance poly (ethylene terephthalate) fibers: two-stage drawing using high pressure CO₂," *Polymer*, vol. 41, pp. 6223-6230, 2000.
- [13] P. Santos and S. H. Pezzin, "Mechanical properties of polypropylene reinforced with recycled-pet fibres," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 143-144, pp. 517-520, 2003.
- [14] S. Y. Fu, B. Lauke, E. Mäder, C. Y. Yue, and X. Hu, "Tensile properties of short-glass-fiber- and short-carbon-fiber-reinforced polypropylene composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, pp. 1117-1125, 2000.
- [15] D.-J. Lee and I.-J. Shin, "Effects of vacuum, mold temperature and cooling rate on mechanical properties of press consolidated glass fiber/PET composite," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, pp. 1107-1114, 2002.
- [16] D. R. Askeland, *Ciencia e Ingeniería de los materiales*, Tercera Edición ed. Universidad de Missouri-Rolla, 1998.
- [17] A. E. Naaman, "Fibre Reinforcements for Concrete: looking back, looking ahead," *Rilem Proceedings 15*, 2000.
- [18] D. J. Hannant, *Fibre Cements and Fibre Contents*, 1978.
- [19] P. Rossi, "Ultra-High Performance Fibre Reinforced Concretes (UHPRFC): A General Vision," *Rilem Proceedings 15*, 2000.

- [20] B. Massicotte, "Fibre Reinforce Concrete: an Structural Perspective," *Rilem Proceedings 15*, 2000.
- [21] A. G. Kooiman, "Modelling Steel Fibre Reinforced Concrete for Structural Design," *PhD. Thesis. Technische Universiteit Delft. Delft-Netherlands*, 2000.
- [22] E. C. Zhu, Guan, Z.W., Shen, S.Z., "Non-linear finite-element analysis of thin shell SFRC structures," *Magazine of Concrete Research*, vol. 54, pp. 291-298, 2002.
- [23] M. G. S. Anguiano, A. R. Jasso, and H. T. Maldonado, "Estudio de catalizadores en la degradación de PET reciclado," *CIENCIA-UANL*, vol. 14, pp. 39-45, 2011.
- [24] D. Y. P. Ballesteros, H. A. E. Durán, C. V. Quintero, and E. Mejía, "Determinación de la despasivación en varillas de acero de refuerzo en solución poro de agua de mar por medio de técnicas electroquímicas," *Prospectiva*, vol. 9, pp. 13-20, 2011.
- [25] Instron. *Ensayo de compresión.* Available: <http://www.instron.com.es/wa/glossary/Compression-Test.aspx>
- [26] A. C. C. 109M, "Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens)," *Annual book of ASTM standards*, 1999.
- [27] C. N. Álvarez and J. J. Peiró, *Comportamiento mecánico de los materiales. Volumen 2: Ensayos mecánicos. Ensayos no destructivos*: Publicacions i Edicions de la Universitat de Barcelona, 2011.
- [28] K. Kobayashi, T. Iizuka, H. Kurachi, and K. Rokugo, "Corrosion protection performance of High Performance Fiber Reinforced Cement Composites as a repair material," *Cement and Concrete Composites*, vol. 32, pp. 411-420, 7// 2010.
- [29] E. Matesanz. (2010). *DRXP en la práctica. Sobre la difracción de rayos X por el método de polvos (DRXP) My sus aplicaciones*. Available: <http://drxp.info/brevisima-introduccion-a-la-drxp/>
- [30] H. Skoog, Nieman. *Principios de Análisis instrumental (Quinta edición ed.)*.
- [31] U. o. Cambridge. *Microscopía Raman.* Available: <http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/raman/method.php>
- [32] J. R. M.J. Yacamán, "Microscopía Electrónica, una visión del microcosmos," C. N. d. C. y. T. F. d. C. Económica, Ed., ed, 1995.
- [33] C. B. C. David B. Williams, "Transmission Electron Microscopy A Textbook for Materials Science." vol. 3th Edition, ed, 2009.
- [34] O.-. Solís-Canto, "Manual Cross section TEM by FIB."
- [35] A. E8, "Standard test methods for tensile testing of metallic materials," *Annual book of ASTM standards*, vol. 3, 1997.
- [36] P. A. Thornton, V. J. Colangelo, F. F. Montiel, and M. L. C. Auyón, *Ciencia de materiales para ingeniería*: Prentice-Hall Hispanoamericana, 1987.
- [37] R. M. Jones, *Mechanics of composite materials* vol. 2: Taylor & Francis London, 1975.
- [38] "ASM Handbooks, Volumes 1 and 2, ASM International, Materials Park, OH," ed.
- [39] Z. Ge, R. Sun, K. Zhang, Z. Gao, and P. Li, "Physical and mechanical properties of mortar using waste Polyethylene Terephthalate bottles," *Construction and Building Materials*, vol. 44, pp. 81-86, 7// 2013.
- [40] J. M. Díez Tascón, "Materiales de carbono: estructuras y formas," *Carbon materials: their structures and types*, 2007.

- [41] M. A. Montes-Morán and R. J. Young, "Raman spectroscopy study of HM carbon fibres: effect of plasma treatment on the interfacial properties of single fibre/epoxy composites," *Carbon*, vol. 40, pp. 845-855, 5// 2002.