

"FACTIBILIDAD DEL USO DE FIBRA DE CARBONO RECICLADA COMO REFORZANTE MECÁNICO EN POLIURETANO"

Tesis que como Requisito para obtener el Grado de Maestro en Nanotecnología presentan:

Ing. Juan Jorge Rocha González

Ing. Oscar De Santiago González

Director de tesis:

Dr. Erasto Armando Zaragoza Contreras

Chihuahua, Chih. Febrero 2014

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo no podría haber llegado a buen término sin el apoyo y conocimiento de muchas personas que nos acompañaron a lo largo del proceso de desarrollo de esta tesis.

Es importante mencionar a las instituciones que nos facilitaron sus instalaciones y sus equipos como son:

- Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional Unidad Saltillo.
- Centro de Investigación en Materiales Avanzados en Chihuahua, Chih.
- Universidad Tecnológica de León.
- Universidad Autónoma de Zacatecas.
- Universidad Tecnológica del Estado de Zacatecas.

En el CIMAV contamos con el apoyo incondicional y la amistad de Claudia Alejandra Hernández, Jorge Luis Olmedo, Bárbara Isabel Farías, Francisco Octavio Pérez, Karla Campos, Wilber Antúnez, Mónica Elvira Mendoza, y por supuesto, de nuestro director de tesis, el Dr. Erasto Armando Zaragoza Contreras.

En la Universidad Tecnológica del Estado de Zacatecas debemos agradecer a las autoridades que nos dieron la oportunidad y el apoyo total contando con la Rectora, la Dra. Ana María Romo Fonseca, el Ing. Juan Carlos Reyes, el Ing. Manlio Fabio Velasco García, a Betty, a la C.P. María Teresa González, el Dr. Juan Francisco Román Zamorano y a nuestra maestra Nayere Palos.

Al Dr. Miguel Montoya Dávila nuestro reconocimiento y agradecimiento por facilitar la vinculación entre la Universidad Tecnológica del Estado de Zacatecas y la Universidad Autónoma de Zacatecas, así como la guía para la elaboración de las pruebas realizadas con el apoyo de Angelito.

Al Dr. Martín Ignacio Pech Canul y su equipo de colaboradores del CINVESTAV en Saltillo, Coah. por facilitar los equipos, así como apoyarnos con la orientación en la realización de las pruebas.

Finalmente, más no por ello menos importante, a las autoridades de la Universidad Tecnológica de León por albergarnos durante los primeros cuatrimestres de la maestría.

A todos ustedes, GRACIAS.

Juan Jorge Rocha González

Oscar De Santiago González

INDICE

AGRADECIMIENTOS	II
INDICE	IV
LISTA DE TABLAS	VI
LISTA DE FIGURAS	VII
RESUMEN	х
ABSTRACT	хі
INTRODUCCIÓN	хіі
CAPÍTULO I ANTECEDENTES	1
Poliuretano	1
Fibra de carbono	8
Nanotubos de carbono	10
Materiales epóxicos	12
Materiales compuestos.	14
Métodos de preparación de compuestos	16
Modulo de Young	17
Ultrasonido	19
Análisis Dinámico Mecánico	21
Pruebas de tensión	22
Microscopio metalográfico	23
Proyector de perfiles	24
Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)	26
Justificación	28
Hipótesis	29
Objetivo general	29
Objetivos específicos	29

CAPÍTULO II METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	30
Elaboración de muestras	30
Pruebas de densidad	36
Velocidad lineal de trasmisión ultrasónica	37
Pruebas de tensión	38
Análisis de viscoelasticidad	40
CAPÍTULO III RESULTADOS Y DISCUSIÓN	42
Descripción de muestras	42
Densidad	45
Velocidad lineal de trasmisión ultrasónica	47
Pruebas de tensión	51
Análisis de viscoelasticidad	60
CAPÍTULO IV CONCLUSIONES	69
CAPÍTULO V RECOMENDACIONES	71
BIBLIOGRAFÍA	73
ANEXOS	78

LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Muestras clasificadas por Serie	32
Tabla 2 Muestra según porcentaje de fibra de carbono reciclada y	
nueva, así como la cantidad de desairante	42
Tabla 3 Comparativo de densidades	45
Tabla 4 Módulo de Young promedio	58
Tabla 5 Porcentaje de Desmophen A365, desairante BYK320,	
desmodur N75 y fibra de carbono reciclada y nueva	78
Tabla 6 Lecturas en seco y húmedo de las muestras	86
Tabla 7 Lecturas de velocidad de trasmisión ultrasónica en las	
muestras	87
Tabla 8 Medición de espesor de las muestras en los puntos	
donde se realizaron mediciones de velocidad de	
trasmisión ultrasónica	88
Tabla 9 Datos registrados en el Software Trapezium 2	90
Tabla 10 Observaciones a probetas no consideradas en los	
resultados	91

LISTA DE FIGURAS

Fig. 1 Reacciones comunes del grupo isocianato (-NCO)
Fig. 2 Dos monómeros para producir poliuretano: Un diisocianato
y un diol
Fig. 3 Formación de puentes H del DABCO4
Fig. 4 Flujo de electrones al nitrógeno5
Fig. 5 Creación del uretano 6
Fig. 6 Producción de poliuretano7
Fig. 7 Proceso químico de producción de la fibra de carbono
Fig. 8 Formula química de resina epóxica
Fig. 9 Balanza de precisión, balanza analítica y agitador mecánico 30
Fig. 10 Preparación de tablillas
Fig. 11 Diagrama de flujo para la preparación de muestras
Fig. 12 Curando el poliuretano reforzado con fibra de carbono
reciclado
Fig. 13 Retirado de muestras de las tablillas de curado
Fig. 14 Medidor de densidad y balanza analítica con el medidor de
densidad en el interior
Fig. 15 Detector de flujo ultrasónico, calibración y toma de
lecturas
Fig. 16 Máquina universal modelo AG-I marca Shimadzu
Fig. 17 Marcando y cortando probetas 39
Fig. 18 DMA Modelo RSA3 de TA Instruments
Fig. 19 Proyector de perfiles Mitutoyo PJ3000 y Microscopio PTS
modelo PTIS NM 44
Fig. 20 Comparativo de densidades por Serie de muestra
Fig. 21 Comparativo de velocidad de trasmisión ultrasónica
(in/µseg)

Fig. 22 Comparativo entre espesor de muestra y velocidad de	
trasmisión ultrasónica	48
Fig. 23 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.250% al	
microscopio y con el proyector de perfiles Series a, b y c	50
Fig. 24 Mordaza demasiado apretada	52
Fig. 25 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la	
Serie a individuales	54
Fig. 26 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la	
Serie agrupadas por muestra	54
Fig. 27 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la	
Serie b individuales	55
Fig. 28 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la	
Serie b agrupados por muestra	55
Fig. 29 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la	
Serie c individuales	56
Fig. 30 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la	
Serie c agrupados por muestra	56
Fig. 31 Módulo de Young por muestra (Promedio, máximo y	
mínimo de cada muestra)	57
Fig. 32 Módulo de Young promedio comparando entre series	58
Fig. 33 Serie a, con 2 mL de desairante y fibra reciclada	60
Fig. 34 Serie b, es decir 4 mL de desairante y fibra reciclada	61
Fig. 35 Serie c, es decir 4 mL de desairante y fibra nueva	62
Fig. 36 Muestras con 0.050% y 0.250% de fibra de carbono series	
а, b у с	62
Fig. 37 Serie a, 2 mL de desairante y fibra de carbono reciclada	63
Fig. 38 Serie b, 4 mL de desairante y fibra de carbono reciclada	64
Fig. 39 Comparativo de E´	65

Fig. 40 (a) Muestra 04_ZAC_0.250%_a. (b) Muestra
11_ZAC_0.250%_b. (c) y (d) Muestra
16_ZAC_0.250%_c 66
Fig. 41 Muestra superior 04_ZAC_0.250%_a, Muestra intermedia
11_ZAC_0.250%_b y Muestra inferior
16_ZAC_0.250%_c 67
Fig. 42 Muestras sin fibra de carbono al microscopio y con el
proyector de perfiles Serie a y b
Fig. 43 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.050% al
microscopio y con el proyector de perfles Series a, b y c 80
Fig. 44 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.125% al
microscopio y con el proyector de perfiles Series a y b 81
Fig. 45 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.250% al
microscopio y con el proyector de perfiles Series a, b y c 82
Fig. 46 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.375% al
microscopio y con el proyector de perfiles Series a y b 83
Fig. 47 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.500% al
microscopio y con el proyector de perfiles Series a y b 84
Fig. 48 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.750 al
microscopio y con el proyector de perfiles Series a y b 85

RESUMEN

El uso de fibra de carbono tiene un incremento logarítmico gracias a sus propiedades mecánicas, así como a la gradual disminución del costo de producción, sin embargo, al utilizar el PAN (Poliacrilonitrilo) como precursor, implica un impacto para el medio ambiente. Para reducir este impacto, se están realizando estudios enfocados a la reutilización de la fibra de carbono.

En este trabajo se estudia la factibilidad de usar fibra de carbono reciclada como reforzante mecánico utilizando poliuretano como matriz.

Para ello, se prepararon tres series de muestras, la primer serie (Serie a) utiliza 2 mL de desairante y fibra de carbono reciclada, la segunda serie (Serie b) utiliza 4 mL de desairante y fibra de carbono reciclada, y la tercer serie (Serie c) utiliza 4 mL de desairante y fibra de carbono nueva. Las Series a y b se prepararon con 0.050, 0.125, 0.250, 0.375, 0.500 y 0.750% de fibra de carbono por peso del poliuretano, mientras la Serie c sólo con 0.050 y 0.250% de peso como referencia.

Los resultados revelaron que el incremento de desairante mejora el módulo de Young. Adicionalmente, se observó que a mayor cantidad de fibra de carbono, menor deformación de la matriz de poliuretano. La fibra de carbono reciclada presentó mejor interfase que la nueva.

En conclusión, la aplicación de fibra de carbono reciclada a una matriz de poliuretano disminuye la deformación al aplicar carga mejorando su modulo de Young.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

ABSTRACT

The use of carbon fiber has been increased because of its mechanical properties, as well as the decreasing of its cost; however, the use of the PAN (polyacrylonitrile) as precursor of carbon fiber implies an impact in the environment. To make that impact lower, in some places some studies are being made for reusing the carbon fiber.

In this work we studied the feasibility to use recycled carbon fiber as reinforcement using polyurethane as the matrix.

For this, we prepared three series of samples. The first sample (Sample a) used 2 mL of defoaming and recycled carbon fiber, second sample (Sample b) use 4 mL of defoaming and recycled carbon fiber, and, third sample (Sample c) use 4 mL of defoaming and new carbon fiber. The Samples a and b were prepared with 0.050, 0.125, 0.250, 0.357, 0.500 and 0.750% of their weight of polyurethane, while Sample c only with 0.050 and 0.250% of weight as a reference.

With the results, we can observe that with more defoaming the Young's module. Additionally, we can see when the carbon fiber increases there is a decreasing in the deformation of the matrix. The recycled carbon fiber has better interfase than new fiber.

In conclusion, the application of recycled carbon fiber to matrix of polyurethane decreases the deformation and improves its Young's module.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

INTRODUCCIÓN

La fibra de carbono (FC) fue desarrollada por Robert Bacon en 1958 en el centro técnico de la Unión Carbide [Bacon, 1960], aunque Thomas Alba Edison patentó en 1879 una fibra de carbono (Fibra de bambú carbonizada) que utilizó como filamento para una lámpara eléctrica [Menéndez, 2012]. Para 1960 se descubrió que la FC se podía utilizar como refuerzo en muchas aplicaciones, sólo se debía utilizar un material de soporte que mantuviera unidos los hilos de la fibra.

La FC se puede obtener de varios precursores, varios aún en estudio con los que se procura disminuir los costos de producción [Xiaosong, 2009]. A la fecha, el principal precursor es el poliacrilonitrilo (PAN), el cual, es un polímero formado por largas cadenas de moléculas de carbono, nitrógeno, oxígeno e hidrógeno que al calentarse y tensarse adecuadamente permite que las cadenas de carbono se junten mientras los demás elementos se separan, formando así una estructura estable de anillos de carbono que al calentarlos nuevamente forman hexágonos de átomos de carbono muy flexibles.

Las etapas del proceso de fabricación de FC a partir del PAN son la estabilización, la carbonización y la grafitización, creando filamentos compuestos principalmente de carbono que se encuentran regularmente alineados paralelamente al eje de la fibra, obteniendo así la fibra de carbono. Este proceso puede tardar semanas o meses dependiendo de la calidad requerida, pues se necesitan grandes autoclaves bajo condiciones controladas de temperatura, presión y gases inertes [Llano, 2013]

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

La fibra de carbono es un filamento de entre 5 y 10 micras de diámetro, por lo que es necesario unir miles de estos delgados filamentos para formar los hilos de fibra de carbono. La comercialización de fibra de carbono es considerando la cantidad de filamentos que forma el hilo, y se pueden obtener de 1K (K = 1,000 filamentos), 3K, 6K, 12K, 24K, 48K, 120K, 360K, etc [Harper, 2013].

Las propiedades físicas de la FC superan a materiales como el acero en cuanto a la resistencia a la tensión que es casi 3 veces mayor, así como su densidad que es 4.5 veces menor. Debido a lo anterior, se está procurando disminuir la utilización de acero y algunos otros materiales sustituyéndolos por FC. El principal inconveniente que actualmente presenta la FC es el elevado costo para producir los hilados y la dificultad para utilizarlos en producción en serie. [Daniel, 2005]

Sin embargo, en la industria automotriz se ha incrementado considerablemente la cantidad de polímeros utilizados, siendo la fibra de vidrio la que más se emplea, no obstante, se augura un incremento considerable en el uso de fibra de carbono debido a sus propiedades mecánicas y a su lenta pero continua disminución de precio [Harper, 2006].

Gracias a la flexibilidad y las ventajas mecánicas de los hilados de FC es que han incrementado considerablemente su uso en diversas aplicaciones como son aeronáutica, armamento militar, automovilismo, energía eólica, artículos deportivos, entre otros. De acuerdo a Tony Roberts [Black, 2013], el consumo de fibra se incrementa en 12% anualmente. La demanda de FC durante el año 2011 fue de 45,800 toneladas y espera se incremente para el 2015 a 92,490 toneladas y para el 2020 la demanda llegue hasta las 153,680 toneladas. En el

mismo documento, Tony Roberts [Black, 2013] estima el incremento de producción del PAN, observando una producción en 2011 de 97,500 toneladas, para el 2015 una producción estimada de 133,000 toneladas y para el 2020 se proyectan 186,000 toneladas. Debido a que son necesarias 2.2 toneladas de precursor para producir una tonelada de FC, se puede observar que el crecimiento de la demanda de FC es mayor que el crecimiento de la producción de PAN, lo que provocará escases del precursor y por ende de FC ocasionando el incremento de precios tanto en la FC como en el PAN mismo [Black, 2013].

El precio de FC en 2007 era de 35 dólares y ya representaba el tripe que dos años antes debido a que la demanda superó a la oferta. De acuerdo al grado de la FC, el precio oscila entre 10 y 30 veces el precio del aluminio, lo que implica un gran esfuerzo para los fabricantes de productos terminados la implementación de FC es sus productos para sustituir materiales tradicionales. Sin embargo, resulta cada vez más indispensable la FC para mantener sus productos en un mercado globalmente competitivo. [Wiesmann, 2013]

Actualmente, una bobina de 10 mt de FC de 12K sin impregnar tiene un costo de 176 Dls. [Goodfellowusa, 2013]

Ahora bien, el incremento de FC para la producción de bienes resulta muy atractivo, sin embargo, la FC es un polímero cuyo precursor es el PAN el cual proveniente del petróleo, lo que implica, que es un producto no muy amigable para la naturaleza al atacar el medio ambiente ocasionado por la dificultad de su degradación [Suciu, 2013].

Aún cuando es necesario realizar un proceso de recuperación de la FC desechada, resulta más económico que utilizar FC nueva. Como se

comentó inicialmente, para el uso de fibra de carbono se requiere de un material que mantenga unidas las fibras, por lo que la mayoría de la FC se comercializa como "Pre impregnada", que consiste en una malla de FC recubierta con una resina como matriz.

A la fecha no se tiene bien definido el tiempo de degradación de la FC (Se estima que perdura por cientos de años [Suciu, 2013]) pero la matriz al estar en contacto con el medio ambiente si se degrada, provocando que los pre-impregnados tengan vida útil relativamente corta. En el caso de la aeronáutica, el tiempo de reemplazo de componentes es de 25 años. Considerando que se busca que un avión pueda llegar a tener hasta el 50% de fibra de carbono [Wiesmann, 2013], esto representa toneladas de desecho, el cual, puede ser reutilizado en otro tipo de aplicaciones.

En la fabricación de piezas con compuestos pre-impregnados, el material se corta según las necesidades de la pieza a producir, dejando muchos retazos que provocan una gran cantidad de desperdicios de FC pre-impregnada.

Para reciclar la FC es necesario realizar una serie de procesos para separarla de la matriz en la que está contenida y que pueden llegar a degradar la fibra recuperada [Manso, 2013].

Una vez que se encuentren las aplicaciones a la FC reciclada, se dejará de lado la preocupación de afectación al medio ambiente, pues siempre estará en alguna aplicación toda la FC producida gracias a la bondad de sus propiedades mecánicas, además, el costo de la fibra de carbono reciclada resulta mucho menor que el costo de la FC nueva.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

En este documento se realizan muestras de fibra de carbono reciclado de la industria de la aeronáutica como refuerzo de una matriz de poliuretano. Se hicieron pruebas de densidad, velocidad de trasmisión ultrasónica, de esfuerzo/deformación y de DMA (Análisis Dinámico Mecánico). Se estimó que la fibra de carbono reciclada mejoraría el módulo de Young. Al utilizar fibra de carbono reciclada se reducen los costos considerablemente que al utilizar fibra de carbono nueva, además, se procura una aplicación para la fibra de carbono reciclada, la cual, tarda cientos de años en degradarse.

CAPÍTULO I ANTECEDENTES

Poliuretano

El poliuretano (PU) es un polímero que se obtiene mediante condensación de bases hidroxílicas combinadas con isocianatos. Los poliuretanos se clasifican en dos grupos, definidos por su estructura química, diferenciados por su comportamiento frente a la temperatura. De esta manera pueden ser de dos tipos: Poliuretanos termoestables o poliuretanos termoplásticos (según si degradan antes de fluir o sí fluyen antes de degradarse, respectivamente) [Hepburn, 1992].

Aunque la química del grupo funcional nitrilo, de la función isocianato fue estudiada por primera vez por C. A. Wurtz [Wurtz, 1848], y no fue hasta un siglo después cuando Otto Bayer desarrolló la primera síntesis de un poliuretano en 1937 trabajando en los laboratorios de IG Farben, en Leverkusen (Alemania), empleando diisocianato de 1,6hexametileno y 1,4 butanodiol (grupo funcional hidroxilo), con el objeto de conseguir un material competitivo con la poliamida conocida como nylon (grupo funcional amida) desarrollada poco antes por W. Carothers trabajando para DuPont (EE.UU). [Hepburn, 1992], [Grigat, 1994]. Otto Bayer y sus colaboradores publicaron la primera patente de poliuretanos en 1937 [Bayer, 1937] y la producción industrial empezó en 1940 con productos como Igamid y Perlon. Sin embargo, debido a la falta de recursos por la Segunda Guerra Mundial, la producción creció muy lentamente. En 1959 DuPont desarrollaría un tejido muy elástico empleando fibras de poliuretano al que llamó Spandex, y comercializó bajo el nombre de Lycra. [Hepburn, 1992], [Woods, 1990].

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

Los sistemas de poliuretano forman un amplio grupo de materiales poliméricos que contienen el grupo químico "uretano". Esto incluyen sistemas termofijos líquidos y termoplásticos sólidos.

En términos simples la formación de la macromolécula de los poliuretanos ocurre por la reacción que se genera al combinar un poliol y un isocianato.

Normalmente su formulación se basa en la combinación de dioles (HO-R-OH) de baja o media masa molecular (1000-2000 g/mol) combinados con diisocianatos (NCO-R'-NCO). Los dioles proporcionan un carácter elástico, flexible y tenaz al material, por lo cual sus segmentos en la estructura molecular se denominan "segmentos flexibles". Además según la aplicación deseada, los requisitos y las solicitaciones a las que se verá sometido el material final se pueden añadir diferentes moléculas con grupos funcionales de carácter básico y con grupos hidrógeno lábiles (-OH, -NH2, -SH, principalmente) para conferir a la estructura polimérica segmentada y con diferentes propiedades. Los diisocianatos junto con estas otras moléculas difuncionales añadidas forman parte de la estructura molecular que los químicos denominan "segmentos rígidos" [Schuur, 2006].

Las reacciones más comunes de la función isocianato -dentro del grupo funcional de los nitrilos- son las que se pueden observar en la Fig. 1.



Fig. 1 Reacciones comunes del grupo isocianato (-NCO).

En cuanto a la síntesis del poliuretano, se debe indicar que se obtiene a partir de dos monómeros, un diol y un diisocianato (*Fig. 2*).



Un diisocianato y un diol. El diisocianato tiene dos grupos cianatos (mostrados en azul) y el diol tiene dos grupos alcohol.



Con la ayuda de una pequeña molécula llamada diazobiciclo[2.2.2]octano, o DABCO, se puede lograr que ambos polimericen. Cuando se mezclan los dos monómeros en presencia de DABCO, ocurre algo interesante. El DABCO es un nucleófilo muy bueno,

es decir, tiene un par de electrones no compartidos a quienes les encantaría atacar algún núcleo vulnerable. Los electrones tienen cargas negativas y los núcleos de los átomos tienen cargas positivas y ambas cargas se atraen, por lo tanto, los electrones del DABCO encuentran un núcleo en los hidrógenos alcohólicos del diol. Estos hidrógenos son vulnerables porque se encuentran unidos a átomos de oxígeno, y como el oxígeno es electronegativo, es decir, que atrae hacia sí los electrones de otros átomos, dejando no balanceada la carga positiva de sus núcleos. Los electrones que podrían balancear esa carga positiva con sus propias cargas negativas, fueron atraídos por el oxígeno, guedando una ligera carga positiva sobre el hidrógeno, de modo que los electrones del DABCO forman un enlace por puente de hidrógeno entre el hidrógeno y el nitrógeno del DABCO. Este enlace por puente de hidrógeno deja una carga positiva parcial sobre el nitrógeno, y más importante aún, una carga parcial negativa sobre el oxígeno. Esta carga parcial negativa activa mucho más al oxígeno. Y siendo así, quiere reaccionar con cualquier cosa (*Fig. 3*).



Cuando DABCO forma los puentes H con el alcohol, se tiene a la izquierda con un carga parcial positiva en el nitrogeno y una carga parcial negativa en el oxígeno.

Fig. 3 Formación de puentes H del DABCO.

El oxígeno tiene un exceso de electrones, de modo que reaccionará con algo que se encuentre deficiente de electrones. Al observar el isocianato, se ve que el carbono del grupo isocianato se sitúa justo en medio de dos elementos electronegativos como el oxígeno y el nitrógeno. Esto quiere decir que dicho carbono se verá muy pobre en electrones. Por eso, el activo oxígeno reacciona con é, arrojando un par de electrones sobre ese carbono y estableciendo un enlace (*Fig. 4*).



El oxígeno con carga parcial negativa dona un par de electrones al carbón pobre de electrones del isocianato, provoca un flujo del electrón con una carga positiva al oxígeno y una carga negativa en el nitrógeno.

CH-O-H

Fig. 4 Flujo de electrones al nitrógeno.

De hecho, esto desplaza un par electrónico del doble enlace carbono-nitrógeno. Este par se sitúa sobre el nitrógeno, confiriéndole una carga negativa. Mientras tanto el oxígeno, que donó un par electrónico, quedará con una carga positiva. No hay cosa peor para un átomo de nitrógeno, que portar una carga negativa, por eso, va a tratar de liberarse de ella en cuanto pueda, y la manera más sencilla, es donarle ese par al átomo de hidrógeno del alcohol, formando un enlace entre ese hidrógeno y el nitrógeno (*Fig. 5*).



La carga de nitrógeno negativamente cargada golpea lejos del alcohol, y a la derecha se forma un uretano.



Los electrones que el hidrógeno había compartido con el oxígeno ahora pertenecen sólo al oxígeno, eliminando esa carga positiva que portaba el oxígeno. Cuando todo esto termina, se obtiene una nueva clase de dímero de uretano.

Este dímero de uretano tiene un grupo alcohol en un extremo y un grupo isocianato en el otro, de modo que puede reaccionar ya sea con un diol o con un diisocianato para formar un trímero. O puede reaccionar con otro dímero, o un trímero, o aún oligómeros más grandes. De esta forma, monómeros y oligómeros se combinan y combinan hasta que obtenemos un poliuretano de alto peso molecular (*Fig. 6*).





Fig. 6 Producción de poliuretano.

Se puede observar, que no sólo reaccionan los monómeros, sino también los dímeros, trímeros y así sucesivamente. Esto nos habla de una polimerización por crecimiento en etapas. Además, debido a que no se producen pequeñas moléculas como subproductos, decimos que se trata de una polimerización por adición.

El poliuretano se conoce por su presentación como espumas rígidas y flexibles de diferentes densidades, las cuales dependen del tipo de aditivos y de la química de los reactivos involucrados.

Estas espumas se caracterizan por su alto poder de aislamiento térmico y su elevada resistencia a la compresión. Su color es blanco para las flexibles y amarillo paja para las rígidas. Las propiedades pueden variar ampliamente, dependiendo del sistema que se utilice.

Para ciertas piezas donde la resistencia a la abrasión es importante, se moldean piezas de poliuretano de tipo elastomérico conocido también como TPU o poliuretano termoplástico, debido a que puede moldease por procesos convencionales de los termoplásticos.

La aplicación varia de manera abundante y algunas son espumas para fabricación de muebles, asientos automotrices, paneles de aislamiento térmico y acústico, calzado, adhesivos y recubrimientos [IMPI, 1996].

Fibra de carbono

La fibra de carbono es un polímero de una cierta forma de grafito. El grafito es una forma de carbono puro. En el grafito los átomos de carbono están dispuestos en grandes láminas de anillos aromáticos hexagonales.

La fibra de carbono se fabrica a partir de otro polímero, llamado poliacrilonitrilo, a través de un complicado proceso de calentamiento. Cuando se calienta el poliacrilonitrilo, el calor hace que las unidades repetitivas ciano formen anillos (*Fig. 7*).



Fig. 7 Proceso químico de producción de la fibra de carbono.

Al aumentamos el calor, los átomos de carbono se deshacen de sus hidrógenos y los anillos se vuelven aromáticos. Este polímero constituye una serie de anillos piridínicos fusionados.

Luego se incrementa la temperatura a unos 400-600°C. De este modo, las cadenas adyacentes se unen:

Este calentamiento libera hidrógeno y da un polímero de anillos fusionados en forma de cinta. Incrementando aún más la temperatura

de 600 hasta 1300°C, nuevas cintas se unirán para formar cintas más anchas.

De este modo se libera nitrógeno. Como se puede observar, el polímero que es obtenido tiene átomos de nitrógeno en los extremos, por lo que, estas cintas pueden unirse para formar cintas aún más anchas. A medida que ocurre esto, se libera más nitrógeno. Terminado el proceso, las cintas son extremadamente anchas y la mayor parte del nitrógeno se liberó, quedando una estructura que es casi carbono puro en su forma de grafito [Xiaosong, 2009].

Nanotubos de carbono

En química, se denominan nanotubos a estructuras tubulares cuyo diámetro es del tamaño del nanómetro. Existen nanotubos de muchos materiales, tales como silicio o nitruro de boro, pero generalmente el término se aplica a los nanotubos de carbono.

Los nanotubos de carbono son una forma alotrópica del carbono, como el diamante, el grafito o los fulerenos. Su estructura puede considerarse procedente de una lámina de grafito enrollada sobre sí misma. Dependiendo del grado de enrollamiento y de la manera como se conforma la lámina original, el resultado puede llevar a nanotubos de distinto diámetro y geometría interna. Estos están conformados como si los extremos de un folio se uniesen por sus extremos formando el tubo. Estos tubos se denominan nanotubos monocapa o de pared simple. Existen, también, nanotubos cuya estructura se asemeja a la de una serie de tubos concéntricos, incluidos unos dentro de otros, a modo de muñecas matrioskas y, lógicamente, de diámetros crecientes desde el

centro a la periferia. Estos son los nanotubos multicapa. Se conocen derivados en los que el tubo está cerrado por media esfera de fulereno y otros que no están cerrados [Dresselhaus, 2009].

Los nanotubos de carbono están siendo ampliamente estudiados por sus propiedades, por ejemplo, es el primer material conocido por la humanidad capaz, en teoría, de sustentar indefinidamente su propio peso suspendido sobre nuestro planeta. Teóricamente permitiría construir un ascensor espacial, debido a que para ello se necesita un material con una fuerza tensil de 100 GPa y se calcula que los nanotubos de carbono tienen una fuerza tensil de 200 GPa [Bradley, C. 1999].

En cuanto a las propiedades de los nanotubos de carbono, se puede decir, que si las propiedades eléctricas son, sorprendentes, las propiedades mecánicas pueden llegar a serlo aún más. La estabilidad y robustez de los enlaces entre los átomos de carbono, del tipo sp2, les proporciona la capacidad de ser la fibra más resistente que se puede fabricar hoy día. Por otro lado, frente a esfuerzos de deformación muy intensos, son capaces de deformarse notablemente y de mantenerse en un régimen elástico. El módulo de Young de los nanotubos podría llegar a oscilar entre 1.3 y 1.8 TPa, aunque, hasta la fecha, sólo se han podido obtener experimentalmente hasta los 0.8 TPa [Demczyk,B., et. al., 2014]. Además, estas propiedades mecánicas podrían mejorarse: por ejemplo en los SWNTs (Single Walled NanoTubes o Nanotubos de pared simple), uniendo varios nanotubos en haces o cuerdas. De esta forma, aunque se rompiese un nanotubo, como se comportan como unidades independientes, la fractura no se propagaría a los otros colindantes. En otros términos, los nanotubos pueden funcionar como resortes extremadamente firmes ante pequeños esfuerzos y, frente a cargas

mayores, pueden deformarse drásticamente y volver posteriormente a su forma original.

Diversos estudios han tratado de medir las propiedades mecánicas y la tensión máxima soportada por un nanotubo, con resultados heterogéneos, [Belytschko, T., et al. 2002], [Rodney, S. et al 2014], [Min-Feng, 2000] si bien se podría asumir a modo orientativo que la tensión máxima podría rondar los 150 GPa. Este dato implica que un cable de 1 cm² de grosor formado por nanotubos podría aguantar un peso de unas 1.500 toneladas. Por comparación, un cable equivalente del mejor acero conocido puede soportar 20 toneladas. [Demczyk,B., et. Al., 2014].

Materiales epóxicos

Los compuestos de resinas epóxicas han tenido amplia aceptación y su uso se ha extendido a las actividades donde se requiere un polímero de mucha resistencia mecánica. Son materiales termofraguables que se tornan duros y no vulnerables bajo la acción de agentes acelerantes. Los compuestos epoxi son un grupo de éteres cíclicos u óxidos de alqueno (alquileno) que poseen un átomo de oxígeno unido a dos átomos de carbono adyacentes (estructura oxirano). Estos éteres reaccionan con los grupos amino, oxhidrilo y carboxilo (enduredores, así como con los ácidos inorgánicos, para dar compuestos relativamente estables).

Un endurecedor o agente de curado es un producto que cuando se añade a una sustancia macromolecular determinada en cantidades superiores a las catalíticas, reacciona con ésta y la convierte en un polímero irreversible que poseerá una serie de características perfectamente definidas, de las que anteriormente carecía. Entre los sistemas de importancia industrial que utilizan endurecedores se encuentran los sistemas de resinas epóxicas.

La tensión del enlace del anillo oxirano es muy elevada, siendo por ello de una alta reactividad tanto química como bioquímica, por lo que es fácilmente atacado por la mayoría de compuestos de adición.

Según el origen de los grupos oxiranos, la familia de las resinas epóxicas se dividen en cinco grupos fundamentales: éteres glicéricos, ésteres glicéricos, aminas glicéricos, alifáticas lineales y cicloalifáticas.

Comercialmente los éteres son los más importantes, ya que el 95% de las resinas utilizadas son glicidil-éteres obtenidos por reacción de la epiclorhidrina con el bisfenol A (2-2-bis(p-hidroxifenil)propano) con formación de una molécula de diglicil éter de bisfenol. La razón del uso de éstas materias primas es por una parte la alta reactividad de la epiclorhidrina que permite su combinación con cualquier molécula portadora de hidrógenos activos, así como su fácil obtención por petroquímica. El bisfenol A es comparativamente barato al serlo los productos de partida para su síntesis: acetona y fenol. Variando las reacciones estequiométricas entre la epiclorhidrina y el bisfenol A, se obtiene una molécula como la mostrada en la Fig. 8.



Fig. 8 Formula química de resina epóxica.

Siendo n el grado de polimerización, el cual puede variar desde n=1 hasta n=12. Según la proporción de los reaccionantes, se forman mezclas variables de resinas de alto y bajo peso molecular. La parte repetida de la molécula tiene un peso molecular de 284. De ahí los pesos de las moléculas sucesivas serán n = 0; P.M. = 340, n = 1; P.M. = 624, n = 2; P.M. = 908, etc., lo que confiere a las resinas distintas características. Cuando el peso molecular es superior a 908, son sólidas, mientras que resinas con menor peso molecular son líquidas o semisólidas [Jordano, 2005].

Materiales compuestos.

En ciencia de materiales, el nombre de materiales compuestos lo reciben aquellos materiales que se forman por la unión de dos materiales para conseguir la combinación de propiedades que no es posible obtener en los materiales originales. Estos compuestos pueden seleccionarse para lograr combinaciones poco usuales de rigidez, resistencia, peso, rendimiento a alta temperatura, resistencia a la corrosión, dureza o conductividad [Askeland,D. 1998].

Los materiales son compuestos cuando tienen las características de estar formados de 2 o más componentes distinguibles físicamente y separables mecánicamente; presentar varias fases químicamente distintas, completamente insolubles entre sí y separadas por una interfase; además de que sus propiedades mecánicas son superiores a la simple suma de las propiedades de sus componentes (sinergia). Y no pertenecen a los materiales compuestos, aquellos materiales polifásicos; como las aleaciones metálicas, en las que mediante un tratamiento

térmico se cambian la composición de las fases presentes [Shackelford, J. 1998].

La gran mayoría de los materiales compuestos son creados artificialmente, pero algunos, como la madera y el hueso, aparecen en la naturaleza.

Cuando se habla de materiales compuestos, se habla de agente reforzante y fase matriz. El agente reforzante es una fase de carácter discreto y su geometría es fundamental a la hora de definir las propiedades mecánicas del material. La fase matriz o simplemente matriz: tiene carácter continuo y es la responsable de las propiedades físicas y químicas. Transmite los esfuerzos al agente reforzante y lo protege y da cohesión al material.

En los materiales compuestos reforzados con fibras, el agente reforzante puede ser una fibra fuerte como la fibra de vidrio, el cuarzo, el kevlar o la fibra de carbono –entre otras- que proporciona al material su fuerza a la tracción. Mientras, el otro componente (llamado matriz) suele ser una resina como epoxy o poliéster que envuelve y liga las fibras, transfiriendo la carga de las fibras rotas a las intactas y entre las que no están alineadas con las líneas de tensión. También, a menos que la matriz elegida sea especialmente flexible, evita el pandeo de las fibras por compresión. Algunos compuestos utilizan un agregado en lugar de las fibras.

En términos de fuerza, las fibras (responsables de las propiedades mecánicas) sirven para resistir la tracción, la matriz (responsable de las propiedades físicas y químicas) para resistir las deformaciones, y todos los materiales presentes sirven para resistir la compresión, incluyendo cualquier agregado.

Métodos de preparación de compuestos

Los métodos utilizados para la producción de materiales compuestos en molde abierto son los siguientes:

Método de contacto manual ("Hand lay-up"): Se colocan sobre el molde fieltros de fibra enrollada, mechas trenzadas y otros tejidos hechos de fibras y se impregnan con resina a brocha y pasando un rodillo. Se ponen capas hasta que se llegue al espesor de diseño. El moldeado cura sin calor ni presión.

Proyección ("Spray-up"): Se proyectan simultáneamente hilos cortados y resina a un molde preparado y se pasa el rodillo antes de que la resina cure.

Bolsa de vacío, saco de presión, autoclave: Se impregnan capas de fibras, normalmente hojas unidireccionales, con resinas y se curan parcialmente para formar un preimpregnado. Las hojas de preimpregnado se colocan en la superficie del molde en orientaciones determinadas, se cubren con un saco flexible, y se consolidan usando vacío o presión en autoclave a la temperatura de curado requerida

Enrollamientos de filamento (Filament winding): Mechas o hilos continuos de fibra pasan sobre rodillos y guías hasta un baño de resina y son enrollados después, sobre un mandril.

Moldeo de centrifugación: Se introducen mezclas de fibras y resina en un molde rotatorio y se deja curar in situ [Groover, 1997].

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

Modulo de Young

El módulo de Young o módulo de elasticidad longitudinal es un parámetro que caracteriza el comportamiento de un material elástico, según la dirección en la que se aplica una fuerza. Para un material elástico lineal e isótropo, el módulo de Young tiene el mismo valor para una tracción que para una compresión, siendo una constante independiente del esfuerzo, siempre que no exceda de un valor máximo denominado límite elástico, y es siempre mayor que cero. Si se fracciona una barra, aumenta de longitud, no disminuye. Este comportamiento fue observado y estudiado por el científico inglés Thomas Young.

Tanto el módulo de Young como el límite elástico son distintos para los diversos materiales. El módulo de elasticidad es una constante elástica que, al igual que el límite elástico, puede encontrarse empíricamente con base al ensayo de tracción del material.

El término elasticidad designa la propiedad mecánica de ciertos materiales de sufrir deformaciones reversibles cuando se encuentran sujetos a la acción de fuerzas exteriores y de recuperar la forma original si estas fuerzas exteriores se eliminan.

Dentro de la región elástica, en la mayoría de los materiales se presenta una variación o dependencia lineal que nos indica que dentro de un rango de valores existe una proporcionalidad directa entre el esfuerzo aplicado y la deformación unitaria producida dada por la pendiente de la curva en esta zona según la Ley de Hooke.

σ= E*ε

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

Donde "E" es el modulo de Young y " ϵ " es la deformación unitaria.

Para el estudio de un material se realiza un grafico experimental esfuerzo-deformación unitaria, este se obtiene a partir de las medidas del esfuerzo definido como la fuerza entre el área.

$$\sigma = \frac{F_{T}}{A}$$

Donde " F_T " es la fuerza de tensión y "A" es el área transversal.

Existen distintos tipos de esfuerzo como son el de tracción, compresión, cizallamiento o cortadura, flexión y torsión. El de tracción hace que se separen entre sí las distintas partículas que componen una pieza, tendiendo a alargarla. El esfuerzo de compresión hace que se aproximen las diferentes partículas de un material, tendiendo a producir acortamientos o aplastamientos. El esfuerzo de cizallamiento o cortadura es cuando se aplican fuerzas perpendiculares a la pieza, haciendo que las partículas del material tiendan a resbalar o desplazarse las unas sobre las otras. El esfuerzo a la flexión es una combinación de compresión y de tracción mientras que las fibras superiores de la pieza sometida a un esfuerzo de flexión se alargan, las inferiores se acortan, o viceversa. Y el esfuerzo a la torsión, en el que las fuerzas de torsión son las que hacen que una pieza tienda a retorcerse sobre su eje central.

El alargamiento o la deformación es el cambio en el tamaño o forma de un cuerpo debido a esfuerzos internos producidos por una o más fuerzas aplicadas sobre el mismo. Existen distintos tipos de deformaciones como son la deformación plástica o irreversible, la deformación elástica o reversible y el alargamiento. En la deformación plástica o irreversible, el material no regresa a su forma original

después de retirar la carga o fuerza aplicada. En la deformación elástica o reversible', el cuerpo recupera su forma original al retirar la fuerza que le provoca la deformación. El alargamiento: es la variación de la longitud inicial con respecto a la longitud final al aplicarle la fuerza.

Si sobre una región de un cuerpo se ejerce una fuerza, se dice que el cuerpo está sometido a un esfuerzo (denotado por la letra griega σ), todos los cuerpos existentes en la naturaleza experimentan deformaciones (cambios en sus dimensiones originales) cuando se someten a esfuerzos. Si el esfuerzo aplicado no excede cierto límite el cuerpo se deforma, pero al cesar el esfuerzo el cuerpo recobra su forma inicial. Si el esfuerzo pasa de cierto límite el cuerpo puede quedar permanentemente deformado. Los ingenieros en materiales realizan pruebas de laboratorio llamadas ensayos de tracción, y son utilizados ampliamente suministrando información sobre la resistencia de los materiales utilizados en el diseño, y también para verificación de especificaciones de aceptación y control de calidad. [Tippens, 1991].

Ultrasonido

Las ondas de sonido son vibraciones mecánicas que pasan a través de un medio tal como un líquido, sólido o gas. Estas ondas pasan a través de un medio a una velocidad particular en una dirección esperada. Cuando estas ondas chocan con un límite que tiene un medio diferente, se transmiten nuevamente. Este es el principio detrás de la detección de fallas por ultrasonido.

La mayoría de las aplicaciones de detección de fallas por ultrasonido utilizan frecuencias entre 500 kHz y 10 MHz por seg. A frecuencias en el rango de MHz, la energía del sonido se desplaza fácilmente a través de los materiales y líquidos más comunes, pero no pasa eficiente a través de aire o gases similares. Además, las ondas de sonido de diferentes tipos viajan a una tasa diferente de velocidades. Además, la longitud de onda se refiere a la distancia entre dos puntos posteriores en el ciclo de onda a medida que pasa a través de un medio. Está relacionado con la velocidad y la frecuencia. En la detección de grietas y en la medición de espesores, el límite mínimo de detección es de una media longitud de onda y el espesor mínimo medible es una longitud de onda.

En los sólidos, las ondas de sonido pueden estar presentes en diferentes modos de propagación que se caracterizan por el tipo de movimiento involucrado. Los modos comunes que se utilizan en la detección de fallas por ultrasonido son ondas transversales y ondas longitudinales.

Cuando se utiliza para materiales blandos, heterogéneos o granulares, materiales duros y homogéneos se reflejan las ondas de sonido de manera más eficiente. Tres factores, tales como la dispersión del haz, la atenuación y la dispersión permiten medir la distancia de una onda de sonido que pasa por un medio particular.

La cantidad de coeficiente de reflexión o energía reflejada se asocia con el obstáculo acústico de los materiales. En las aplicaciones de detección de fallas por ultrasonido, los límites de metal y aire se observan con frecuencia, ya que el coeficiente de reflexión alcanza el 100%. Este es el principio básico que se utiliza para la detección de fallas por ultrasonido. [Azom, 2013]

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.
Análisis Dinámico Mecánico

Los primeros intentos de experimentos oscilatorios para medir la elasticidad de un material se hicieron a principios del siglo pasado [Menard, 1999], y fue a partir de la década de los 60's cuando el soporte teórico disponible permitió desarrollar equipos comercialmente accesibles. Sin embargo, hasta la década de los 80's el costo y la sensibilidad de los equipos de instrumentación permitieron que esta técnica fuese rápida y fácil de usar. El análisis mecánico dinámico (DMA) es una técnica que se ha utilizado ampliamente en la caracterización de polímeros debido a que proporciona información, tanto para transiciones primarias como para transiciones de segundo y tercer orden que no se pueden identificar con facilidad con otras técnicas [Menard, 1999] [Turi, 1997]. En la actualidad esta técnica ofrece alternativas para evaluar propiedades viscoelásticas y de amortiguamiento en sólidos.

El Análisis Mecánico Dinámico (DMA) es un método que tradicionalmente se utiliza para el análisis de polímeros. Está técnica es muy sensible a cambios en las propiedades de los materiales, como la temperatura vítrea en polímeros. Se puede utilizar para evaluar el ángulo de desfasamiento (tan δ), el módulo de almacenamiento (G') y el módulo de pérdida (G").

Recientemente, el análisis mecánico dinámico se ha utilizado para el estudio de metales y aleaciones; en estos trabajos, se reportan las propiedades de amortiguamiento de las aleaciones, o bien, se estudian las transformaciones de fase que ocurren en aleaciones con memoria de forma [Buechner, 1999] [Aaltio, 2008].

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

El análisis dinámico mecánico (DMA) -utilizado por la reología- es una técnica que mide la deformación de un material considerando su respuesta a la variación de temperatura, tiempo o frecuencia. El DMA proporciona información acerca del módulo de elasticidad o módulo de Young y el módulo de rigidez. El DMA también permite determinar la viscosidad de un material, así como la determinación de la región viscoelástica lineal.

Los métodos utilizados por el DMA son "Cedencia-Recuperación" y "Deformación de barrido". En el método de Cedencia-Recuperación el material deformado al aplicar una carga constante durante un tiempo determinado para medir la recuperación que el material tiene al mantener aplicado el esfuerzo. Este método permite determinar el grado de viscoelasticidad del material al proporcionar los datos del modulo de almacenamiento (G'), el módulo de pérdida (G'') y la proporción entra ambas (tan_δ). En el método de "Deformación de barrido", se pueden hacer recorridos de temperatura para determinar la temperatura vitria (Tg) de un polímero, o provocar el "envejecimiento" de un material para predecir su comportamiento a lo largo de los años.

Pruebas de tensión

La prueba de tensión consiste en una prueba destructiva para obtención, interpretación y análisis de algunas propiedades mecánicas del material de la probeta. Se realiza sometiendo una probeta normalizada a una carga que intenta estirarla y que va aumentando con el tiempo hasta producir el estiramiento y posteriormente la rotura de la probeta.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

De este ensayo se obtienen propiedades importantes de los materiales tales como: módulo de elasticidad, esfuerzo de fluencia, esfuerzo máximo, esfuerzo de rotura y porcentaje de elongación, entre otras. [Smith, 2006]

Para realizar esta prueba o ensayo, se utiliza la máquina de ensayo de tensión, mejor conocida como "Máquina universal", la cual cuenta con un marco que sostienen dos mordazas: una fija y una móvil. La mordaza móvil, por lo general, se mueve mediante un tornillo sin fin o un mecanismo hidráulico. Como datos de entrada se requiere la longitud calibrada y el área de sección transversal de la probeta para posteriormente generar la gráfica esfuerzo-deformación.

La máquina universal de ensayos trae incluido un software que permite graficar la evolución del material a lo largo del ensayo, produciendo gráficas que permiten obtener información útil en el diseño y selección de materiales para diversos procesos de fabricación [Smith, 2006].

Microscopio metalográfico

Este tipo de microscopio es de uso común para el control de calidad y producción en los procesos industriales. Con él, es posible realizar mediciones en los componentes mecánicos y electrónicos, permite además efectuar el control de superficie y el análisis óptico de los metales. De acuerdo al propósito de uso, existen multitud de variedades dependiendo del tipo de objetivos, oculares, aumento máximo permitido, enfoque, etc. Este tipo de microscopio difiere de los

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

biológicos en que el objeto a estudiar se ilumina con luz reflejada, ya que las muestras cristalográficas son opacas a la luz.

Su funcionamiento está basado en la reflexión de un haz de luz horizontal que proviene de la fuente, dicha reflexión se produce, por medio de un reflector de vidrio plano, hacia abajo, a través del objetivo del microscopio sobre la superficie de la muestra. Parte de esta luz incidente, reflejada desde la superficie de la muestra se amplificará al pasar a través del sistema inferior de lentes, llegará al objetivo y continuará hacia arriba a través del reflector de vidrio plano; después, nuevamente se amplificará en el sistema superior de lentes hasta el ocular [Uam, 2014].

Proyector de perfiles

Un proyector de perfiles es un equipo medidor de dimensiones y formas, por amplificación óptica, que permite la realización de medidas indirectas o con desplazamiento, sobre una pantalla de proyección.

Los proyectores de perfiles se clasifican, por el tipo de iluminación que emplean, de eje horizontal, y de eje vertical [Zeleny, 2000]. La investigación se concentra en la evaluación un comparador vertical descendente.

El proyector de perfiles de eje horizontal es un tipo de proyectores en el que el haz luminoso incide sobre el mensurando horizontalmente. Estos proyectores poseen campos de medida mayores (hasta más de un metro), por lo que son adecuados para piezas grandes y pesadas, que se sitúan sobre mesas de acero dotadas de ranuras y elementos de

fijación. A veces, todo el sistema de sustentación e iluminación se encuentra situado en un lateral del instrumento. Su precisión es menor que la de los proyectores de eje vertical. Los dos ejes longitudinales de medida suelen denominarse X y Z, utilizándose el eje Y para el enfoque.

El proyector de perfiles de eje vertical es del tipo de proyectores en el que el haz luminoso incide sobre el mensurando verticalmente. La pieza suele situarse sobre una mesa de cristal, a través de la cual se transmite el haz luminoso. Se trata de instrumentos con campos de medida pequeños (de hasta 0,2 ó 0,3 metros como máximo en cada eje de medida), adecuados para piezas pequeñas y ligeras, siendo en cambio los de mayor precisión. En ellos los dos ejes longitudinales de medida se denominan X e Y, utilizándose el eje Z para el enfoque [Miner-Cem, 2004].

La clasificación anterior está basada en la iluminación de contorno, pero además de ésta se tiene iluminación de superficies. Con la iluminación de contorno es posible hacer mediciones y con la de superficie pueden hacerse observaciones de la condición de la superficie además de sus dimensiones. Ambos tipos de iluminación pueden utilizarse simultáneamente, y por lo general, cuentan con un control que permite aumentar la intensidad de la iluminación de superficie por arriba de lo normal para usarse con superficies poco reflejantes. Se recomienda sólo utilizar alta intensidad cuando sea necesario para no reducir la vida útil de la lámpara. [Bimp, 2008]

Para usar la iluminación de superficie se requiere utilizar un espejo semirreflejante o espejo semiahogado (el cual se obtiene evaporado TiO y ZnS en un cristal delgado), que se coloca frente a las lentes de proyección de bajo aumento (10x y 20x) y que está integrado dentro de las lentes de proyección de alto aumento (50x y 100x). Para mejorar el contraste de la imagen pueden utilizarse espejos de reflexión y así iluminar la superficie de la pieza en dirección oblicua a ella.

En los proyectores de perfiles de iluminación vertical es necesario que la luz pase a través de la mesa, por lo que, lleva en su parte central un vidrio grueso. Sobre la mesa se coloca la pieza a medir y ésta se aleja o acerca al lente de proyección girando la manivela para enfocar hasta que se logre obtener una imagen claramente definida de la parte que se desea medir u observar sobre la pantalla [Miner-Cem, 2004].

Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

A pesar de que Max Knoll produjo una foto con un objetivo de 50 mm mostrando canalizar contraste con el uso de un escáner de haz de electrones, fue Manfred Von Ardenne quien en 1937 inventó un verdadero microscopio con una gran ampliación mediante el escaneo de una parte muy pequeña de trama con un haz de electrones finamente enfocada. Ardenne aplicó el principio de exploración no sólo para lograr aumentos, sino también para eliminar la aberración cromática, se refirió además a los distintos modos de detección, las posibilidades y la teoría del SEM, junto con la construcción de la primera gran ampliación SEM [McMullan, 1988].

Los tipos de señales producidas por un SEM incluyen electrones secundarios (SE), electrones retrodispersados (BSE), los rayos X característicos, la luz catodoluminiscente (CL), la muestra de los electrones presentes y transmitidos. Detectores de electrones secundarios son equipo estándar en todos los SEM, pero es raro que una sola máquina tenga detectores para todas las señales posibles. Las señales son el resultado de interacciones del haz de electrones con átomos cerca de la superficie de la muestra. En el modo de detección más común o estándar, de formación de imágenes de electrones secundarios o SEI, el SEM puede producir imágenes de muy alta resolución de una superficie de la muestra, que revela detalles de menos de 1 nm. Debido al haz de electrones muy estrecha, micrografías SEM tienen una gran profundidad de campo, dando una apariencia tridimensional característica útil para la comprensión de la estructura de la superficie de una muestra. Es posible una amplia gama de aumentos, de alrededor de 10 veces (aproximadamente equivalente a la de un poderoso-lupa de mano) a más de 500.000 veces, aproximadamente 250 veces el límite de ampliación de los mejores microscopios de luz .

Para formación de imágenes convencional en la SEM, la muestra deben ser eléctricamente conductora al menos en la superficie, y estar eléctricamente conectada a tierra para evitar la acumulación de carga electrostática en la superficie. Los objetos metálicos requieren poca preparación especial para el SEM, excepto la limpieza y el montaje. Muestras no conductoras presentan fallas de escaneo, por lo tanto, por lo general son recubiertas con un recubrimiento ultrafino de material eléctricamente conductor depositado sobre la muestra, ya sea por el bajo vacío, revestimiento por bombardeo iónico o por evaporación de alto vacío. Los materiales conductores usados como recubrimiento son el oro, paladio, platino , osmio , iridio , tungsteno y cromo [Suzuki, 2002]. Además, el recubrimiento puede aumentar la relación señal/ruido para las muestras de bajo número atómico.

Muestras no conductoras pueden ser reflejadas sin recubrimiento utilizando SEM ambiental (ESEM) o en el modo de bajo voltaje de operación. En los instrumentos SEM ambiental se coloca la muestra en una cámara de alta presión donde la distancia de trabajo es corta y la columna óptica del electrón es bombeada para mantener el vacío adecuadamente bajo. La región de alta presión alrededor de la muestra del SEM neutraliza la carga y proporciona una amplificación de la señal de electrones secundarios. La baja tensión SEM se realiza típicamente en un FEG-SEM porque los cañones de emisión de campo (FEG) es capaz de producir el alto brillo de electrones, incluso a baja aceleración potencial [Antonovsky, 1984].

Justificación

La fibra de carbono nueva actualmente tiene un costo de 40 euros por kilogramo, mientras que el costo de fibra de carbono reciclada tiene un costo de 0.20 euros por kilogramo. [Camberry, 2008] [Meyer, et al 2007]

Al evaluar las propiedades mecánicas del poliuretano reforzado con fibra de carbón reciclado (FCR) se mejoran las propiedades mecánicas del compuesto, permitiendo más y mejores aplicaciones industriales -además de ayudar a la disminución de fibra de carbón en los contenedores-, obteniendo así una reducción del ataque al medio ambiente e impulsando la maximización del uso de recursos naturales.

Gracias al desarrollo de nuevos materiales –más ligeros, más resistentes y más económicos- la industria ofrece productos de alta tecnología al alcance de la ciudadanía, procurando el equilibro del ecosistema terrestre.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

Hipótesis

Es factible mejorar las propiedades mecánicas del poliuretano mediante el reforzamiento con fibra de carbono reciclada al considerar que la fibra de carbono tiene características físicas con mejor propiedad mecánica que el poliuretano, como lo es el módulo de elasticidad.

Objetivo general

Determinar la factibilidad del uso de fibra de carbono de desecho de la industria aeroespacial mediante la evaluación del módulo de elasticidad del compuesto poliuretano/fibra de carbono reciclada.

Objetivos específicos

Determinar el efecto de la variación 0.050, 0.125, 0.250, 0.375, .500 y 0.750% de contenido de fibra de carbono reciclada en el compuesto poliuretano/fibra de carbono en cuanto al módulo de elasticidad.

Establecer las consecuencias en el modulo de elasticidad al variar el porcentaje de desairante en 2 mL y 4 mL en el compuesto poliuretano/fibra de carbono.

Comparar la diferencia de reforzamiento de la fibra de carbono reciclada con respecto a fibra de carbono nueva.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

CAPÍTULO II METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Elaboración de muestras

Los materiales utilizados para la elaboración de las muestras fueron:

- Fibra de carbono reciclada de la industria aeroespacial.
- Fibra de carbono nueva.
- Desmophen A365 de Bayer (Anexo 9).
- Desmodur N75 de Bayer (Anexo 10).
- Desairante BYK-320 (Anexo 8).

Los equipos utilizados para la elaboración de muestras son:

- Balanza de precisión de 2000 g modelo ScoutPro marca Ohaus.
- Balanza analítica modelo 1275 marca Sartorius.
- Agitador mecánico y propela (Fig. 9).



Fig. 9 Balanza de precisión, balanza analítica y agitador mecánico.

Todas las muestras se llevaron a cabo a temperatura ambiente (20°C) y presión atmosférica.

En la preparación de las muestras, se utilizó una propela mecánica, procurando un procedimiento sencillo y rápido, que pudiera ser aplicado la industria, disminuyendo así el tiempo y los costos de producción de poliuretano reforzado con fibra de carbono.

Para realizar este trabajo se definió la preparación de compuestos de poliuretano, agregando fibra de carbono reciclada procedente de la industria aeroespacial o fibra de carbono nueva como refuerzo en diferentes porcentajes, considerando la determinación de densidad y velocidad lineal de transmisión ultrasónica para calcular el módulo de Young, así como pruebas de tensión y análisis mecánico dinámico (DMA).

Teniendo presente la dificultad durante el mezclado para llegar a tener una distribución uniforme de la fibra de carbono –tanto reciclada como nueva- en el poliuretano, es que se determinaron bajos porcentajes de fibra, así como muestras sin fibra (blancos) para fines comparativos. Los porcentajes de fibra de carbono reciclada fueron de 0.050, 0.125, 0.250, 0.375, 0.500 y 0.750%, y para fibra de carbono nueva los porcentajes fueron de 0.050 y 0.250%.

Al seleccionar el método de preparación de muestras por propela mecánica se preveía presencia de burbujas, por lo que se determinaron muestras con 2 y 4 mL de desairante. Estas cantidades son considerando las recomendaciones del proveedor, así como la anterior experiencia en el uso de este producto.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

La determinación de utilizar fibra de carbono reciclada proveniente de la industria aeroespacial obedece a las empresas que recientemente se están instalando en el Estado de Zacatecas con dicho giro y que facilitan la obtención de la fibra, así como la procuración del cuidado del medio ambiente.

El uso de fibra de carbono nueva resultaba necesario para diferenciar su comportamiento como reforzante mecánico en poliuretano con respecto a la fibra de carbono reciclada proveniente de la industria aeroespacial.

La variación del porcentaje de fibra de carbono reciclada o nueva en el poliuretano (Tabla **5** - Anexo 1) determinó las pruebas realizadas y los resultados considerando la hipótesis y los objetivos del presente trabajo.

La identificación de las muestras indica el porcentaje de fibra de carbono en el poliuretano, y la letra final indica Serie a, Serie b y Serie c (Tabla 1), con la Serie a: 2 mL de desairante con fibra reciclada, la Serie b: 4 mL de desairante con fibra reciclada y la

Serie a			Serie b		Serie c	% de
Id	Muestra	Id	Muestra	Id	Muestra	Fibra
1	ZAC_Blanco_a	8	ZAC_Blanco_b			0.000
2	ZAC_0.050%_a	9	ZAC_0.050%_b	15	ZAC_0.050%_c	0.050
3	ZAC_0.125%_a	10	ZAC_0.125%_b			0.125
4	ZAC_0.250%_a	11	ZAC_0.250%_b	16	ZAC_0.250%_c	0.250
5	ZAC_0.375%_a	12	ZAC_0.375%_b			0.375
6	ZAC_0.500%_a	13	ZAC_0.500%_b			0.500
7	ZAC_0.750%_a	14	ZAC_0.750%_b			0.750

• Serie c: 4 mL de desairante con fibra nueva

Tabla 1 Muestras clasificadas por Serie.

En este punto cabe señalar que la muestra ZAC_Blanco_b también podría ser llamada ZAC_Blanco_c, pues tanto la Serie b como la Serie C presentan 4 mL de desairante pero con diferente fibra, y al ser la muestra "Blanco" indica que no tiene fibra, por ello, para fines comparativos, se puede utilizar ZAC_Blanco_b con la Serie C.

Preparación de tablillas:

Teniendo tablillas de madera de 7.5 x 15 cm, se procedió a recubrir la parte superior con papel autoadherible de teflón, preparando los bordes con nueve hiladas por lado de cinta masking tape de 1.2 cm de ancho como se muestra en la *Fig. 10*.



Fig. 10 Preparación de tablillas

Con las tablillas listas para aplicar el compuesto a analizar, se elaboraron las mezclas según la Tabla 1 y de acuerdo al diagrama de flujo que se presenta en la *Fig. 11*.



Fig. 11 Diagrama de flujo para la preparación de muestras.

Pasos para preparación de muestras:

- Utilizar balanza de precisión y pesar 20 gramos de Desmophen A365.
- Con la balanza analítica pesar la fibra de carbono.
- Con pipeta medir y separar la cantidad de desairante BYK320.
- Con balanza de precisión pesar 6.8 gramos de Desmodur N75.
- Mezclar el Desmophen A365 con el desairante BYK320 y la fibra de carbono utilizando la propela con el agitador mecánico a 240 rpm hasta observar que la fibra este uniformemente distribuida.
- Agregar el Desmodur N75 y mezclar nuevamente con la propela a 240 rpm.
- En tablillas previamente preparadas, etiquetar y depositar la mezcla de poliuretano reforzado con fibra de carbono en cantidad abundante para llenar el molde y distribuir manualmente para eliminar la mezcla excedente.

- Reposar por 24 horas garantizando el curado del poliuretano reforzado (*Fig. 12*).
- Retirar el poliuretano reforzado de la tablilla utilizando una navaja y depositar en sobres de papel encerado previamente etiquetados para su traslado a las diversas pruebas que se deben realizar (*Fig. 13*).



Fig. 12 Curando el poliuretano reforzado con fibra de carbono reciclado.



Fig. 13 Retirado de muestras de las tablillas de curado.

Pruebas de densidad

En las instalaciones del CINVESTAV unidad Saltillo, en el laboratorio de cerámicos, se realizaron las pruebas de densidad a las muestras de poliuretano reforzadas con fibra de carbono, las cuales consistieron en hacer dos mediciones por muestra: una en seco y otra en húmedo (agua destilada) a una temperatura de 23.5 °C y a presión atmosférica.

El equipo utilizado fue un medidor de densidad de la marca Mettler Toledo y una balanza analítica modelo Explorer Pro y marca Ohaus (*Fig. 14*).



Fig. 14 Medidor de densidad y balanza analítica con el medidor de densidad en el interior.

Se cortaron las muestras en secciones de 10x20 mm aproximadamente. La sección de cada muestra se pesó inicialmente en seco y posteriormente en húmedo utilizando agua destilada como líquido auxiliar, mostrando las lecturas en la Tabla 6. Con dichas lecturas y aplicando la ecuación [Ec. 1] [Instructivo de manejo de balanza Mettler Toledo, 2008] se puede determina la densidad de cada muestra.

$$\rho = \frac{m_{seco}}{m_{seco} - m_{humedo}} \times \rho_{Agua}$$
 [Ec. 1]

Velocidad lineal de trasmisión ultrasónica

En las instalaciones del CINVESTAV unidad Saltillo, se llevaron a cabo pruebas con el detector de flujo ultrasónico modelo Epoch4 de la marca Panametrics sobre las muestras de poliuretano reforzado con fibra de carbono.

Inicialmente se calibró el Epoch4 utilizando gel acoplador ultrasónico marca Sonotech tomando como base el patrón de aluminio y haciendo la verificación con el patrón de acero (*Fig. 15*).



Fig. 15 Detector de flujo ultrasónico, calibración y toma de lecturas.

Se tomaron cuatro lecturas en cada muestra midiendo el espesor de la muestra en el mismo sitio donde estaba situado el transductor (Tabla **8** – Anexo 5). La lectura de velocidad lineal de trasmisión ultrasónica se presenta en la Tabla **7** (Anexo 4).

Pruebas de tensión

Para las pruebas de tensión se utilizó el equipo modelo AG-I 100kN marca Shimadzu con el Software Trapezium 2 instalado en los laboratorios de la Universidad Autónoma de Zacatecas (*Fig. 16*).



Fig. 16 Máquina universal modelo AG-I marca Shimadzu.

De acuerdo a la disponibilidad física de muestra (una sección se utilizó para las pruebas de densidad) se determinó hacer cuatro probetas por cada muestra, haciendo un patrón para procurar que todas las probetas quedaran de las mismas dimensiones. Aún cuando la cantidad de cuatro ensayos por muestra está fuera de la Norma ISO:1996-1997 que indica cinco ensayos, los datos se utilizan para fines comparativos entre muestras. Se midieron con regla y vernier y se cortaron con tijeras (*Fig. 17*).



Fig. 17 Marcando y cortando probetas.

Posteriormente, se calibró el equipo AG-I con los siguientes parámetros:

- Forma de la probeta: Plana
- Material de la probeta: Plástico
- Unidad de medida: Milímetros
- Velocidad de avance: 5 mm por min

A continuación, de cada probeta se proporcionaron los siguientes datos:

- Espesor
- Anchura
- Longitud

Los datos de espesor, anchura y longitud de cada probeta se muestran en la Tabla **9** (Anexo 6). Las lecturas proporcionadas por la máquina universal al tronar las probetas fueron registradas por el mismo Software Trapezium2.

Una vez obtenidos los diagramas de Esfuerzo/Deformación, se determinó el promedio del módulo de Young aplicando regresión lineal a cada una de las curvas Esfuerzo/Deformación de las probetas.

Análisis de viscoelasticidad

Se realizó el DMA a las dieciséis muestras en el equipo modelo RSA3 manufacturado por TA Instruments, instalado en el laboratorio de reología y pruebas de polímeros del CIMAV en Chihuahua, Chih. (*Fig. 18*).

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.



Fig. 18 DMA Modelo RSA3 de TA Instruments.

Utilizando la geometría de película delgada, se obtuvieron las gráficas de cedencia-recuperación (creep-recovery) y las gráficas de barrido de deformación (strain sweep), realizando pruebas durante 40 min con variación en la fuerza aplicada en intervalos de 10 min, manteniendo la amplitud, la frecuencia y la temperatura constante.

CAPÍTULO III RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Descripción de muestras

Se hicieron dieciséis muestras de poliuretano, algunas sin reforzante y otras con fibra de carbono reciclada o nueva como reforzante en porcentajes de 0.050, 0.125, 0.250, 0.375, 0.500 y 0.750 de peso, así como variación en el desairante BYK 320 de 2 mL o 4 mL como se observa en la Tabla **2**.

Serie a		Serie b		Serie c		
2 mL desairante		4 mL de desairante		4 mL de desairante		% de
Fibra reciclada		Fibra reciclada		Fibra nueva		Fibra
Id	Muestra	Id	Muestra	Id	Muestra	
1	ZAC_Blanco_a	8	ZAC_Blanco_b			0.000
2	ZAC_0.050%_a	9	ZAC_0.050%_b	15	ZAC_0.050%_c	0.050
3	ZAC_0.125%_a	10	ZAC_0.125%_b			0.125
4	ZAC_0.250%_a	11	ZAC_0.250%_b	16	ZAC_0.250%_c	0.250
5	ZAC_0.375%_a	12	ZAC_0.375%_b			0.375
6	ZAC_0.500%_a	13	ZAC_0.500%_b			0.500
7	ZAC_0.750%_a	14	ZAC_0.750%_b			0.750

Tabla 2 Muestra según porcentaje de fibra de carbono reciclada y nueva, así como la cantidad de desairante.

Se determinó el uso de fibra de carbono reciclada por su bajo costo y sus propiedades como reforzante mecánico. Los porcentajes se determinaron debido a la factibilidad de distribución uniforme dentro de la matriz.

Se usó poliuretano por ser un polímero relativamente reciente en el mundo de los polímeros sintéticos, procurando obtener resultados innovadores [IMPI, 1996].

Se determinó el uso previendo la presencia de burbujas en la matriz ocasionadas por el método mecánico de agitación con uso de propela para la distribución uniforme de la fibra de carbono reciclada y fibra de carbono nueva. La determinación de desairante en las muestras en 2 o 4 mL es debido a las recomendaciones del fabricante, así como de la práctica común en el uso de dicho producto.

Con el objetivo de determinar el módulo de Young, se midió la densidad de cada muestra, y se tomaron posteriormente cuatro lecturas por muestra de la velocidad lineal de trasmisión ultrasónica para determinar el módulo de Young. Posteriormente se realizaron pruebas en la máquina universal tronando cuatro probetas de cada muestra, y finalmente, se realizaron pruebas de DMA para obtener los valores de esfuerzo/deformación y tan(δ).

Gracias a la variación en el porcentaje de desairante, la cantidad de burbujas en las diferentes muestras se puede observar a simple vista. Por lo que nos dimos a la tarea de verificar las burbujas que quedaron atrapadas en las muestras a causa del mezclado simple con propela durante la preparación del poliuretano con la fibra de carbono reciclada y fibra de carbono nueva.

Se revisaron las muestras con un proyector de perfiles modelo PJ3000 marca Mitutoyo (*Fig. 19*) instalado en el laboratorio de metrología de la Universidad Tecnológica del Estado de Zacatecas (UTEZ).

Una vez que se observaron a mayor detalle las muestras, gracias al proyector de perfiles, se visualizaron una mayor cantidad de

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

burbujas, por lo que se procuró un microscopio que permitiera realizar un análisis más minucioso de las muestras.

Se utilizó el microscopio metalográfico PTIS-NIM marca PTS (*Fig. 19*) del laboratorio de metrología de la UTEZ, así como el software Motic plus 2.0 para captura de imágenes del microscopio.



Fig. 19 Proyector de perfiles Mitutoyo PJ3000 y Microscopio PTS modelo PTIS NM.

En las *Fig. 42* a la *Fig. 48* (Anexo 2) se observan fotografías de las imágenes proyectadas de cada una de las muestras, así como las imágenes obtenidas en el microscopio. Con fines de comparar las imágenes, se agruparon según el porcentaje de contenido de fibra de carbono reciclado, presentando en la parte superior la fotografía del

proyector de perfiles, en la parte media una imagen obtenida con el microscopio con gran intensidad de luz para observar las burbujas, y finalmente, se presenta otra imagen obtenida con el mismo microscopio con menor intensidad de luz que permite observar la superficie de cada una de las dieciséis muestras.

Finalmente, se revisó la superficie de fractura en unas de las muestras tronadas en la máquina universal para observar la interfase de la fibra de carbono con la matriz. Esto se llevó a cabo con un microscopio electrónico de barrido.

Densidad

Aplicando la ecuación (Ec. 1) con los datos de la Tabla **6** (Anexo 3) y considerando que se obtuvieron a una temperatura en laboratorio de 23.5^{0} C y que la densidad del agua destilada a esa temperatura es de 0.99744 g/cm³ [Instructivo de manejo de balanza Mettler Toledo, 2008], se calculan los resultados mostrados en la Tabla **3** y en la *Fig. 20*.

$$\rho = \frac{m_{seco}}{m_{seco} - m_{humedo}} \times \rho_{Agua}$$
(Ec. 1)

COMPARATIVO DE DENSIDADES (g/cm³)							
Muestra	Serie a	Serie b	Serie c				
ZAC_Blanco	1.099	1.105					
ZAC_0.050%	1.094	1.108	1.100				
ZAC_0.125%	1.112	1.097					
ZAC_0.250%	1.112	1.105	1.091				
ZAC_0.375%	1.108	1.098					
ZAC_0.500%	1.108	1.087					
ZAC_0.750%	1.113	1.109					

Tabla 3 Comparativo de densidades.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.



Fig. 20 Comparativo de densidades por Serie de muestra.

La gráfica de densidad por serie indica consistencia en los resultados, debido a que la variación entre densidades desde la menor que es 1.08712 g/cm³ de la muestra ZAC_0.500_b hasta la mayor que es de 1.1131 g/cm³ de la muestra ZAC_0.750_a es de apenas un 2.33% atribuible a la presencia de burbujas, lo que indica muy poca variación. Incluso, no se percibe una diferencia considerable entre series o entre muestras con el mismo porcentaje de fibra de carbono, ya que, por un lado, la fibra de carbono es aproximadamente 1,000 veces menos densa que el resto de los componentes, y por otro lado, la cantidad de fibra de carbono añadida en las diferentes muestras es muy pequeña, por lo que, hablando de densidad, se puede considerar despreciable la fibra de carbono reciclada añadida.

Velocidad lineal de trasmisión ultrasónica

Con el detector de flujo ultrasónico se obtuvieron los datos de la Tabla **7** (Anexo 4) donde se presenta la velocidad de trasmisión de cada muestra. La *Fig. 21* detalla el valor máximo, el valor mínimo y el valor promedio de la velocidad lineal de trasmisión dentro de cada muestra.



Fig. 21 Comparativo de velocidad de trasmisión ultrasónica (in/µseg).

Para tomar la lectura de la velocidad en el detector de flujo ultrasónico se registraba el espesor del punto de la muestra a medir. Por lo anterior, se hizo una comparación entre el espesor de la muestra y la lectura de la velocidad lineal de transmisión ultrasónica, pudiendo observar en la *Fig. 22* una correlación muy marcada entre ambos datos.



Fig. 22 Comparativo entre espesor de muestra y velocidad de trasmisión ultrasónica.

Como resultado de la *Fig. 22* se determina que existe algún factor adicional que provoca este comportamiento, pues la velocidad lineal de trasmisión ultrasónica en un material no debe depender del espesor de la muestra.

De acuerdo a los principios de operación y funcionamiento del detector de flujo ultrasónico, se basa en la transferencia de una señal a través de un medio sólido o un medio acuoso o un medio gaseoso, detectando los cambios de densidad, sin embargo, debido a, por un lado, la cantidad de burbujas que presentan las muestras, y por otro, a que es un material compuesto, las lecturas de velocidad lineal presentan una gran correlación con el espesor de la muestra, lo cual, en materiales homogéneos el espesor no es un factor a considerar.

Por la conformación propia del poliuretano, en el cuál se tiene dentro de una misma cadena molecular segmentos rígidos y segmentos flexibles según su grado de segmentación, aunado a la presencia de burbujas y a que no es uniforme la muestra debido a la presencia irregular de fibras de carbono, la velocidad lineal de trasmisión ultrasónica variará según el espesor de la muestra.

Observando la *Fig. 22* y considerando el principio de operación del detector de flujo ultrasónico, es que se consideró necesario hacer una revisión de las burbujas de las muestras, ya que dichas burbujas contienen aire (gas) que impide tener lecturas de la velocidad de trasmisión ultrasónica adecuadas [Azom, 2013]. El resultado de este proceso se puede ver en la *Fig. 42* a la *Fig. 48* en el Anexo 2.

Como ejemplo, se muestra a continuación una de las figuras de dicho anexo (*Fig. 23*). En la parte superior se ven las fotografías obtenidas con el comparador de sombras de la UTEZ, en la parte intermedia se observan imágenes obtenidas con el microscopio de la UTEZ con gran intensidad de luz para observar las burbujas, y en la parte inferior, imágenes obtenidas con el mismo microscopio de la UTEZ pero ahora con menor intensidad de luz para observar la superficie de la muestra.



Fig. 23 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.250% al microscopio y con el proyector de perfiles Series a, b y c.

Las muestras Blancas (Sin fibra de carbono) también presentas burbujas, porque también se mezclaron los componentes del poliuretano con el método de agitación con propela mecánica.

Después de revisar las imágenes, y aún cuando un análisis de cuantificación de burbujas queda fuera del alcance de este trabajo, sí se puede determinar la importancia que las burbujas representan para la medición de la densidad, así como en los resultados del detector de flujo ultrasónico. [Mukhopadhyay A, 1999].

La velocidad de propagación de una onda ultrasónica está en función del tipo de onda, las propiedades elásticas del material y el estado de estiramiento del material. [Gür, C. 2001].

Por todo lo anterior, se puede considerar que los valores de velocidad lineal de trasmisión ultrasónica determinada por el detector de flujo ultrasónico no permiten interpretar un resultado concluyente para aplicar –junto con la densidad- dichos valores en el cálculo del módulo de Young de las muestras.

Pruebas de tensión

Con una velocidad de 5 mm por min de avance a la tensión entre mordazas, utilizando la forma plana y considerando el material tipo "plastico" con control de alargamiento, se realizaron las pruebas en la máquina universal marca Shimadzu modelo AG-I 100kN instalada en los laboratorios de la Universidad Autónoma de Zacatecas, considerando cuatro probetas por cada una de las 16 muestras. Aunque la cantidad de cuatro ensayos realizados para cada muestra no se ajusta a la norma (que establece diez), si permite la comparación de resultados.

El software Trapezium 2.0 no reportó los datos de todas las muestras, debido a:

- Alguna de las mordazas estaba floja, ocasionando que se soltara la muestra antes de romperse.
- La muestra no alcanzó a romper y el equipo detectó ruptura, deteniendo la prueba.
- Alguna de las mordazas que sujetaba la muestra estaba demasiado apretada provocando que la ruptura fuera en la mordaza (*Fig. 24*).



Fig. 24 Mordaza demasiado apretada.

Por lo anterior, fue necesario descartar algunos datos, considerando únicamente aquellos cuyas lecturas esfuerzo/deformación fueran pertinentes (Tabla **10**– Anexo 7).

A continuación están las curvas Esfuerzo/Deformación de las muestras separadas por serie (De la *Fig. 25* a la *Fig. 30*). Inicialmente, se presenta la curva de cada probeta y posteriormente se agrupan todas las probetas de una misma muestra.



Fig. 25 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la Serie a individuales.



Fig. 26 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la Serie agrupadas por muestra.



Fig. 27 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la Serie b individuales.



Fig. 28 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la Serie b agrupados por muestra.



Fig. 29 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la Serie c individuales.



Fig. 30 Diagrama Esfuerzo/Deformación de las muestras de la Serie c agrupados por muestra.
Teniendo los diagramas de esfuerzo deformación, se procedió a determinar el módulo de Young de cada una de las muestras utilizando regresión lineal, obteniendo los resultados que se observan en la *Fig. 33*.



Fig. 31 Módulo de Young por muestra (Promedio, máximo y mínimo de cada muestra)

Para la muestra ZAC_Blanco_a no aplica el módulo de Young debido a falta de relación lineal entre el esfuerzo aplicado y la deformación producida en el material.

El valor promedio del módulo de Young de cada muestra se presenta en la *Tabla 4* y en la *Fig. 32*.

Módulo de Young promedio (MPa)					
	Serie S				
Muestra	а	b	Serie c		
ZAC					
Blanco		81.25			
ZAC 0.050	113.80	157.68	123.20		
ZAC 0.125	159.61	206.02			
ZAC 0.250	69.52	189.38	131.77		
ZAC 0.375	140.17	176.42			
ZAC 0.500	128.41	223.13			
ZAC 0.750	240.06	362.03			

Tabla 4 Módulo de Young promedio.



Módulo de Young promedio (MPa)

Fig. 32 Módulo de Young promedio comparando entre series.

Como se puede observar en la figura, la Serie a representa menores valores esfuerzo/deformación, lo que indica que el incremento de 2 mL de la Serie a a 4 mL de la Serie b fue benéfica para las muestras.

De la Serie c se puede observar que también fue mejor 4 mL de desairante que los 2 mL de las Serie a, sin embargo, la fibra de carbono reciclada, aún cuando tiene el mismo nivel de desairante que las muestras de fibra de carbono nueva, son mejores, lo que implica que la fibra de carbono reciclada tiene mejor desempeño esfuerzo/deformación, además de tener un costo mucho menor.

Comparando las muestras con algún contenido de fibra de carbono contra las que no tienen (ZAC_Blanco), se observa que las "Blancas" tienen la más baja propiedad esfuerzo/deformación, incluso, para la Serie a el módulo de Young no se puede determinar.

Las que mejor esfuerzo/deformación presentan son las de 0.750%, tanto en la Serie a como en la Serie b, siendo la mejor de todas la que tiene mayor cantidad de fibra de carbono reciclada y también la mayor cantidad de desairante.

La muestra con mayor módulo de Young es la 14_ZAC_0.750_b con un promedio de 323.67 Mpa, es decir, la muestra con 4 mL de desairante y 0.750% de fibra de carbono reciclada.

La gráfica por Serie del modulo Young muestra un mejor comportamiento de la fibra de carbono reciclada que la fibra de carbono nueva, mientras que Paolo Feraboli [Feraboli, 2011] indica que la fibra de carbono reciclada en tela presenta unas propiedades muy próximas a las de la fibra de carbono en tela nueva.

Análisis de viscoelasticidad

Aplicando fuerza constante durante 10 min e incrementando la fuerza aplicada en cuatro ocasiones cada 10 min (Creep-recovery), utilizando el equipo RSA3 de CIMAV con la geometría de película delgada, se obtuvieron las siguientes gráficas:



Fig. 33 Serie a, con 2 mL de desairante y fibra reciclada.

En la *Fig. 33* se observa como la deformación fue disminuyendo conforme se incrementa el contenido de fibra de carbono reciclada. Sin embargo, la muestra ZAC_Blanco_a presenta una menor deformación que muestras con 0.050, 0.125 y 0.250% de fibra de carbono reciclada, debido a la mayor cantidad de burbujas de la muestra ZAC_Blanco_a.



Fig. 34 Serie b, es decir 4 mL de desairante y fibra reciclada.

La muestra sin fibra de carbono reciclada de la *Fig. 34* presenta la mayor deformación, mientras que las muestras con fibra de carbono reciclada son varias veces menor que la muestra sin fibra. La de mayor porcentaje de fibra de carbono reciclada representa la menor deformación de todas las muestras de la serie b, es decir, de aquellas que tienen 4 mL de desairante y fibra de carbono reciclada como reforzante mecánico.



Fig. 35 Serie c, es decir 4 mL de desairante y fibra nueva.

La *Fig. 35* de la Serie c, al igual que las Series a y b, a mayor cantidad de fibra de carbono, menor deformación de la muestra.

Comparando ahora, no por serie, sino por contenido de fibra de carbono, se obtienen las siguientes gráficas:



Fig. 36 Muestras con 0.050% y 0.250% de fibra de carbono series a, b y c.

Esta comparación que se observa en la *Fig. 36* permite analizar las tres series con 0.050% y 0.250% de fibra de carbono, en ambos porcentajes, la Serie a es la que presenta mayor deformación, siendo esta la única serie que tiene 2 mL de desairante, mientras que las que presentan menor deformación son aquellas con 4 mL de desairante.

Entre la Serie b y la Serie c, la de menor deformación es la Serie b, es decir, la que tiene fibra de carbono reciclada. Esto conlleva a determinar que, al utilizar fibra de carbono reciclada con 4 mL de desairante se obtiene una menor deformación de la muestra.

Utilizando "Barrido de deformación" en las graficas de E', E" y tan(δ), se obtienen los siguientes resultados:



Fig. 37 Serie a, 2 mL de desairante y fibra de carbono reciclada.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

La *Fig. 37* reitera los resultados de las gráficas de cedenciarecuperación donde la muestra sin refuerzo de fibra de carbono es la de mayor deformación a menor esfuerzo presenta, mientras que la muestra opuesta es la que tiene 0.750% de fibra de carbono reciclada al presentar mejores propiedades mecánicas.



Fig. 38 Serie b, 4 mL de desairante y fibra de carbono reciclada.

En la *Fig. 38* de la Serie b, nuevamente se observa que la muestra sin fibra de carbono presenta mayor deformación con menor fuerza aplicada, mientras la muestra con mayor fibra de carbono tiene mejores propiedades mecánicas al permitir una aplicación de fuerza mayor sin tener tanta deformación como la muestra sin fibra.



Fig. 39 Comparativo de E´.

El comparativo de la *Fig. 39* indica que no se presenta una pérdida en la región lineal. A mayor cantidad de fibra de carbono, se mejora el módulo de almacenamiento, lo que permite interpretar que, conforman un fluido viscoelástico, y al incrementar el porcentaje de fibra de carbono en el compuesto, la elasticidad se incrementa para llegar a presentar mejores propiedades mecánicas.

Para afirmar los resultados recientemente discutidos, se presentan imágenes obtenidas con el Scanning Electron Microscope (SEM) JOEL JLM 5800 SEM instalado en los laboratorios del CIMAV en Chihuahua, Chih. Las imágenes obtenidas de las muestras, corresponde a la superficie de la cara de la muestra que quedó expuesta una vez que fue tronada por la máquina universal en los laboratorios de la UAZ.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

Las imágenes de la *Fig. 40* muestran la distribución no uniforme de la fibra de carbono, aún cuando se realizó el mezclado con propela mecánica.



(a)





(c)

(d)

Fig. 40 (a) Muestra 04_ZAC_0.250%_a. (b) Muestra 11_ZAC_0.250%_b. (c) y (d) Muestra 16_ZAC_0.250%_c.

Gracias a las imágenes de las muestras obtenidas en el SEM, se observó la interface que la fibra de carbono tiene con la matriz.



Fig. 41 Muestra superior 04_ZAC_0.250%_a, Muestra intermedia 11_ZAC_0.250%_b y Muestra inferior 16_ZAC_0.250%_c.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

En la *Fig. 41* las muestras superior e intermedia son de fibra de carbono reciclada y la muestra inferior es fibra de carbono nueva. La fibra de carbono nueva presenta una interfase más débil que la fibra de carbono reciclada.

En un estudio de rugosidad en la superficie de la fibra de carbono [Champion, 2012] se demuestra que a mayor densidad de la fibra, se presenta un acabado superficial menos rugoso, esto considerando que para incrementar la densidad, es necesario incrementar el tiempo en el horno durante la carbonización y grafitización de la fibra.

Además de la rugosidad que de origen presenta la fibra de carbono, también es de considerar el deterioro que la superficie de la fibra de carbono reciclada recibe al ser manipulada para extraerla de la matriz.

Lo anterior implica que si se incrementa la calidad de la fibra de carbono se incrementan las propiedades mecánicas pero se reduce su adherencia a la matriz, por lo que, las fibras recicladas al ser manipuladas para extraerlas de la matriz anterior presentan una mejor propiedad mecánica en el compuesto al incrementar su rugosidad, y por ende, mejorar la interfase con la matriz.

CAPÍTULO IV CONCLUSIONES

La densidad de la fibra de carbono es casi mil veces menor que la del poliuretano, aunado a la muy poca fibra de carbono depositada en la muestra, permite considerar que la variación de la densidad de las diferentes muestras es despreciable.

El equipo detector de flujo ultrasónico opera con materiales que tengan una menor cantidad de poros que los que tienen las muestras, así como la irregularidad de las fibras, por lo tanto, los datos de velocidad lineal de trasmisión ultrasónica no resultaron adecuados para la determinación del módulo de Young.

La aplicación de fibra de carbono reciclada como reforzante mecánico en el poliuretano incrementa el módulo de Young hasta en un 100% que aquellas muestras que no tienen fibra de carbono.

Al incrementar la cantidad de desairante en las muestras, el módulo de Young también se incrementa. El incremento de desairante de 2 mL a 4 mL de la Serie a versus la Serie b beneficia el incremento del módulo de Young.

La fibra de carbono reciclada presenta mejor módulo de Young que la fibra de carbono nueva al ser utilizada como reforzante mecánico en poliuretano, ya que la fibra de carbono reciclada presenta una mejor interfase con el poliuretano.

Todas las muestras con algún porcentaje de fibra de carbono como reforzante presentan mejor módulo de Young que las muestras sin fibra de carbono.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

 $tan\delta$ se mantiene por debajo de 1, sosteniendo una variación mínima a lo largo de la prueba, por lo que la muestra prácticamente mantiene sus propiedades viscoelásticas durante la aplicación de la fuerza.

Se utilizó un método de agitación mecánica con propela para la integración de los componentes. Dicho método provocó burbujas indeseables en las muestras.

CAPÍTULO V RECOMENDACIONES

Mejorar el proceso de mezclado de fibra de carbono para procurar una distribución uniforme al disminuir la presencia de burbujas variando el tipo de propela, la velocidad de propela, incluso vacio durante el mezclado.

El incremento de desairante mostró una mejora considerable en el módulo de Young. Se aplicaron 2 mL y 4 mL, se puede modificar esta cantidad respetando las recomendaciones del fabricante.

Utilizar moldes con la forma de la probeta para la máquina universal, o hacer cortadores adecuados para garantizar una medida uniforme en la garganta de la probeta.

Realizar un estudio analítico sobre la presencia de burbujas en las muestras.

Aún cuando es fibra de carbono reciclada, al mecanizar la aplicación del compuesto en la tablilla para el curado, se puede procurar la direccionalidad de la fibra y hacer pruebas para compuestos anisotrópicos.

Considerar la utilización de un sistema de vacío durante la preparación de las muestras para procurar la disminución de burbujas.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

La variación de cantidad de desairante reportó beneficios para las muestras. Se pueden utilizar otros tipos de desairante existentes en el mercado.

BIBLIOGRAFÍA

- Aaltio, I., et. al., 2008 "Temperature dependence of the damping properties of Ni-Mn-Ga alloys", Materials Science and Engineering: A, v. 481-482, pp. 314-317.
- Antonovsky, A., 1984. "La aplicación de color a las imágenes SEM de una mayor definición". Micron y Microscopica, Acta 15.
- Askeland, D., 1998" Ciencia e ingeniería de los Materiales", (3era. edición).
- Azom, 2013. "Ultrasonic Flaw Detection; Theory, Practice and Applications" [En línea] Dirección URL: <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=8021> [Consulta 13Diciembre2013].
- Bacon, R., 1960. "Growth, Structure and Properties of Graphite Whiskers". Journal of Applied Physics, Vol. 31, No. 2. p 283-290.
- Bayer, O. et. al., 1937. DE-PS 728.981. (Germ. Pat.) "A process for the production of polyurethanes and polyureas".
- Belytschko, T., et al. 2002. "Atomistic Simulations of Nanotube Fracture"
- BIPM 2008. VIM 3: "Vocabulario Internacional de Metrología". España, Centro Español de Metrología. JCGM 200:2008.
- Black, S., 2013. "Carbon fiber market: Gathering momentum". Compositesworld. [En Linea] Dirección <u>URL:</u> <<u>http://www.compositesworld.com/articles/carbon-fiber-market-</u> <u>gathering-monumentum</u>> [Consulta 8diciembre2013].
- Bradley, C., 1999. "The space elevator development program" C. Dekker, Physics
- Buechner, P.M., et. al., 1999 "Viscoelastic behavior of superplastic 37 wt% Pb 63 wt% Sn over a wide range of frequency and time", Scripta Materialia, v. 41, n. 5, pp. 561-567.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

- Carberry, W., 2008. "Airplane Recycling Efforts Benefit Boeing Operators". Boeing AERO Magazine QRT 4.08, pp 6–13.
- Champion, A. et al. 2012. "Acabado superficial en fibras de carbón mediante análisis de Hurst". Revista iberoamericana de polímeros, Vol 13(4) pp 151-157.
- Daniel, G., 2005. Matériaux composites, (5ta.ed.) pp.19-34.
- Demczyk,B., et. Al.,2014. "Direct mechanical measurement of the tensile strength and elastic modulus of multiwalled carbon nanotubes"[En línea]. Terpconnect. Dirección: URL: <[http://terpconnect.umd.edu/~cumings/PDF%20Publications/16. MSE%20A334demczyk.pdf Direct mechanical measurement of the tensile strength and elastic modulus of multiwalled carbon nanotubes]>[Consulta 18Febrero2014]
- Dresselhaus, G., et. Al., 2001 "Carbon Nanotubes, Top- ics in applied physics," 80, 1-9. Springer Verlag Berlin Heidelberg
- Feraboli, P. et al, 2011. "Recyclability and reutilization of carbon fiber fabric/epoxy composites". Journal of Composite Materials, pp 1-15.
- Goodfellowusa. "Catalogo". [En línea]. Dirección URL: <https://www.goodfellowusa.com/catalog/GFUS4I.php?ewd_token =INOubTLcN8CodeUkXDydOOUdLr8ahP&n=PI4yZky4wTfgVi3UfGZT Cohh6OLbWx> [Consulta 15Noviembre2013].
- Grigat, E.; 1994. "Principles of polyurethane chemistry and special applications-Polyurethane Handbook". Ed. Günter Oertel, pp. 11.
- Groover, M., 1997. "Fundamentos de manufactura moderna", Ed. Prentice-Hall Hispanoamericana, México (1997).
- Gür, C., 2001. "Non-destructive microstructural characterization of aluminium matrix composite by ultrasonic techniques." Elsevier. Vol 47, pp. 227-233.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

Harper, L., 2006. "Discontinuous Carbon Fibre Composites for Automotive Applications". The University of Nottingham. Harperintl. "Sistemas de Fibra de Carbono". [En Línea] Harper internacional. Direccion URL: <http://harperintl.es/technolody/carbon-fiberlines.html> [Consulta 8Diciembre2013].

Hepburn, C., 1992. "Polyurethane Elastomers". Elsevier.

IMPI. 1996. "Enciclopedia del plástico".

Instrucciones de manejo balanza analítica XP/XS Excelence marca Mettler Toledo. 2008.

Jordano, J.,2005. "Resinas epóxicas" Inpra Latina. I,17

Llano, C., 2013. "Fibra de carbono, presente y futuro de un material revolucionario". Metalactual [En Línea]. Dirección URL: <:http://www.metalactual.com/revista/11/materialescarbono,pdf> [Consulta 8Diciembre2013].

Manso, J., 2013. "Aprovechamiento integral de los composites fuera de uso". [En línea]. Interempresas. Reciclaje y gestión de residuos. Dirección URL: <http://www.interempresas.net/Reciclaje/Articulos/105966-Aprovechamiento-integral-de-los-composites-fuera-de-uso.html> [Consultada 15Octubre2013].

- McMullan, D., 1988. "Von Ardenne and the scanning electron microscope". Proc Roy Microsc Soc 23 : 283–288.
- Menard, K.P., 1999. "Dynamic Mechanical Analysis. A practical Introduction", 1 ed., CRC Press.
- Menéndez, J., 2012. "El carbón en la vida cotidiana. De la pintura rupestre al ascenso espacial". pp. 100.
- Meyer, L.O., et. al., 2007. "Optimisation of a pyrolysis process for recycling of CFRP's." In: ICCM-16, Japan Society for Composite Materials, Kyoto, Japan.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

- Min-Feng, 2000. "Strength and Breaking Mechanism of Multiwalled Carbon Nanotubes Under Tensile Load"
- Miner-Cem, G. d. t,. 2004. "Manual MU-DI-005 de Proyectores de perfiles". Madrid, Ministerio de Industria y Energía. Subdirección General de Seguridad y Calidad Industrial.
- Mukhopadhyay A, 1999. "Ultrasonic velocity-porosity relation: An analisys based on a minimum contacted area model." Journal of material science letter, vol. 18, pp. 1759-1760.

Rodney, S. et al 2014. "Mechanical properties of carbon nanotubes: theoretical predictions and experimental measurements" [En línea]. Dirección URL:<http://bimat.princeton.edu/assets/pdf/nu_03_ruoff4.pdf Mechanical properties of carbon nanotubes: theoretical predictions and experimental measurements>[Consulta 17Febrero2014].

- Schuur, M., et. al., 2006. "Polyurethane elastomers with amide chain extenders of uniform length." Polymer 47.
- Shackelford, J. 1998 "Introducción a la Ciencia de los Materiales para Ingenieros" (4ta. Edición).
- Smith, W. F., 2006. "Fundamentos de la Ciencia e ingeniería de Materiales". McGraw-Hill.

Smith, W. F., 2006. "Ciencia e Ingeniería de los Materiales". Thomson.

Suzuki, E., 2002. "Alta resolución de la microscopía electrónica de barrido de células inmuno-etiquetadas por el uso de revestimiento de plasma delgada de osmio". Diario de Microscopía 208.

Suciu, P., 2013 "The dirty secret of carbon fiber" . [En línea]. Redorbit. Dirección URL: http://www.redorbit.com/news/science/1112493049/the-dirtysecret-of-carbon-fiber/ [Consulta 19Noviembre2013].

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

- Tippens, P., 1991 "Física, conceptos y aplicaciones",(Sexta edición) pp.290-299
- Turi, E., 1997. "Thermal Characterization of Polymeric Materials", 2 ed., v. 1.
- UAM. "Microscopio metalografico".[En línea]. Docencia UAM.URL<http://www.uam.es/docencia/labvfmat/labvfmat/Anexo/ microscopio_metalografico.htm> [Consulta 16Enero2014].
- Wiesmann,G., 2013. "Suben precios de la fibra de carbono, material del futuro". [En línea] El universal. Dirección: URL: http://www.eluniversal.com.mx/finanzas/59305.html> [Consulta 9Diciembre2013].
- Woods, G., 1990. "The ICI Polyurethanes Book. John Wiley and Sons".
- Wurtz, A., 1848. "Recherches sur les ethers cyaniques et leurs derives".C. R. Hebd. Seances. Acad. Sci. 27: pp. 241.
- Xiaosong, H., 2009. "Fabrication and properties of carbon fibers". Chemical Sciences & Materials Systems Laboratory, General Motors Research & Development Center, pp. 2369.
- Zeleny, R., 2000. "Metrología Dimensional". México, Mc Graw Hill Interamericana Editores S.A.

ANEXOS

Anexo 1. Tabla de porcentajes de Desmophen A365, Desairante BKY320, Desmodur N67, fibra de carbono reciclada y fibra de carbono nueva.

		Hidroxilo	Aditivo	HDI	Fibra	de carboi	no
Id	MUESTRA	Dermophen A365	Desairante BKY320	Dermodur N75	% de Fibra	Fibra reciclada	Fibra nueva
		(g)	(ml)	(g)		(g)	(g)
1	ZAC_Blanco_a	20	2	6.8	0.000		
2	ZAC_0.050%_a	20	2	6.8	0.050	0.013	
3	ZAC_0.125%_a	20	2	6.8	0.125	0.034	
4	ZAC_0.250%_a	20	2	6.8	0.250	0.067	
5	ZAC_0.375%_a	20	2	6.8	0.375	0.101	
6	ZAC_0.500%_a	20	2	6.8	0.500	0.134	
7	ZAC_0.750%_a	20	2	6.8	0.750	0.201	
8	ZAC_Blanco_b	20	4	6.8	0.000		
9	ZAC_0.050%_b	20	4	6.8	0.050	0.013	
10	ZAC_0.125%_b	20	4	6.8	0.125	0.034	
11	ZAC_0.250%_b	20	4	6.8	0.250	0.067	
12	ZAC_0.375%_b	20	4	6.8	0.375	0.101	
13	ZAC_0.500%_b	20	4	6.8	0.500	0.134	
14	ZAC_0.750%_b	20	4	6.8	0.750	0.201	
15	ZAC_0.050%_c	20	4	6.8	0.050		0.013
16	ZAC_0.250%_c	20	4	6.8	0.250		0.067

Tabla 5 Porcentaje de Desmophen A365, desairante BYK320, desmodur N75 y fibra de carbono reciclada y nueva.

Anexo 2. Imágenes de burbujas en las muestras.



Fig. 42 Muestras sin fibra de carbono al microscopio y con el proyector de perfiles Serie a y b.



Fig. 43 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.050% al microscopio y con el proyector de perfles Series a, b y c.



Fig. 44 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.125% al microscopio y con el proyector de perfiles Series a y b.



Fig. 45 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.250% al microscopio y con el proyector de perfiles Series a, b y c.



Fig. 46 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.375% al microscopio y con el proyector de perfiles Series a y b.



Fig. 47 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.500% al microscopio y con el proyector de perfiles Series a y b.



Fig. 48 Muestras con fibra de carbono reciclada al 0.750 al microscopio y con el proyector de perfiles Series a y b.

та	MUECTDA	Seco	Húmedo	Densidad
10	MUESTRA	(g)	(g)	(g/cm ³)
1	ZAC_Blanco_a	0.3585	0.0332	1.0992
2	ZAC_0.050%_a	0.2330	0.0205	1.0937
3	ZAC_0.125%_a	0.1753	0.0181	1.1123
4	ZAC_0.250%_a	0.1911	0.0197	1.1121
5	ZAC_0.375%_a	0.1481	0.0148	1.1082
6	ZAC_0.500%_a	0.1317	0.0131	1.1076
7	ZAC_0.750%_a	0.1097	0.0114	1.1131
8	ZAC_Blanco_b	0.1375	0.0134	1.1051
9	ZAC_0.050%_b	0.1088	0.0109	1.1085
10	ZAC_0.125%_b	0.1380	0.0125	1.0968
11	ZAC_0.250%_b	0.1281	0.0125	1.1053
12	ZAC_0.375%_b	0.1230	0.0113	1.0983
13	ZAC_0.500%_b	0.1794	0.0148	1.0871
14	ZAC_0.750%_b	0.1607	0.0162	1.1093
15	ZAC_0.050%_c	0.1701	0.0159	1.1003
16	ZAC_0.250%_c	0.2147	0.0184	1.0909

Anexo 3. Lecturas en seco y húmedo para medir la densidad.

Tabla 6 Lecturas en seco y húmedo de las muestras.

		VELOCIDAD (in/µseg)				
Id	MUESTRA	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	
1	ZAC_Blanco_a	0.0778	0.0756	0.0787	0.0778	
2	ZAC_0.050%_a	0.0430	0.0380	0.0450	0.0490	
3	ZAC_0.125%_a	0.0405	0.0453	0.0428	0.0433	
4	ZAC_0.250%_a	0.0392	0.0345	0.0461	0.0411	
5	ZAC_0.375%_a	0.0271	0.0360	0.0388	0.0345	
6	ZAC_0.500%_a	0.0353	0.0264	0.0423	0.0414	
7	ZAC_0.750%_a	0.0336	0.0358	0.0406	0.0364	
8	ZAC_Blanco_b	0.0306	0.0257	0.0398	0.0393	
9	ZAC_0.050%_b	0.0266	0.0250	0.0345	0.0335	
10	ZAC_0.125%_b	0.0277	0.0355	0.0399	0.0425	
11	ZAC_0.250%_b	0.0330	0.0307	0.0300	0.0356	
12	ZAC_0.375%_b	0.0266	0.0313	0.0276	0.0309	
13	ZAC_0.500%_b	0.0370	0.0330	0.0368	0.0354	
14	ZAC_0.750%_b	0.0299	0.0319	0.0297	0.0296	
15	ZAC_0.050%_c	0.0339	0.0325	0.0342	0.0395	
16	ZAC_0.250%_c	0.0326	0.0312	0.0322	0.0331	

Anexo 4. Lecturas de velocidad lineal de trasmisión ultrasónica.

Tabla 7 Lecturas de velocidad de trasmisión ultrasónica en las muestras.

			ESPESOR (in)					
Id	MUESTRA	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4			
1	ZAC_Blanco_a	0.0350	0.0380	0.0600	0.0670			
2	ZAC_0.050%_a	0.0180	0.0220	0.0280	0.0300			
3	ZAC_0.125%_a	0.0200	0.0190	0.0230	0.0220			
4	ZAC_0.250%_a	0.0210	0.0170	0.0320	0.0280			
5	ZAC_0.375%_a	0.0130	0.0160	0.0220	0.0190			
6	ZAC_0.500%_a	0.0170	0.0130	0.0290	0.0250			
7	ZAC_0.750%_a	0.0160	0.0210	0.0220	0.0180			
8	ZAC_Blanco_b	0.0150	0.0120	0.0220	0.0230			
9	ZAC_0.050%_b	0.0120	0.0110	0.0190	0.0180			
10	ZAC_0.125%_b	0.0130	0.0150	0.0270	0.0260			
11	ZAC_0.250%_b	0.0140	0.0130	0.0130	0.0160			
12	ZAC_0.375%_b	0.0120	0.0140	0.0130	0.0140			
13	ZAC_0.500%_b	0.0210	0.0160	0.0210	0.0160			
14	ZAC_0.750%_b	0.0140	0.0150	0.0140	0.0130			
15	ZAC_0.050%_c	0.0150	0.0150	0.0170	0.0180			
16	ZAC_0.250%_c	0.0170	0.0160	0.0160	0.0160			

Anexo 5 Medición del espesor de las muestras para realizar la medición de la velocidad lineal de trasmisión ultrasónica.

Tabla 8 Medición de espesor de las muestras en los puntos donde se realizaron mediciones de velocidad de trasmisión ultrasónica.

			Espesor	Anchura	Longitud
Id	Muestra	Probeta	(mm)	(mm)	(mm)
1	ZAC Blanco a	1	1.2	19.8	35
1	ZAC Blanco a	2	1.4	19.4	35
1	ZAC Blanco a	3	1.7	19.5	35
1	ZAC Blanco a	4	2	20	35
2	ZAC 0.050% a	1	0.5	19.6	35
2	ZAC 0.050% a	2	0.6	19.3	35
2	ZAC 0.050% a	3	0.5	19.9	35
2	ZAC 0.050% a	4	0.5	19.3	35
3	ZAC 0.125% a	1	0.5	20	35
3	ZAC 0.125% a	2	0.5	19.6	35
3	ZAC 0.125% a	3	0.5	19.7	35
3	ZAC 0.125% a	4	0.4	18.8	35
4	ZAC 0.250% a	1	0.8	18.9	35
4	ZAC 0.250% a	2	0.7	19.6	35
4	ZAC 0.250% a	3	0.7	19.4	35
4	ZAC 0.250% a	4	0.7	19.6	35
5	ZAC 0.375% a	1	0.5	19	35
5	ZAC 0.375% a	2	0.5	20.3	35
5	ZAC 0.375% a	3	0.6	20	35
5	ZAC 0.375% a	4	0.6	19.5	35
6	ZAC 0.500% a	1	0.6	19.2	35
6	ZAC 0.500% a	2	0.6	19.6	35
6	ZAC 0.500% a	3	0.7	19.2	35
6	ZAC 0.500% a	4	0.6	19.7	35
7	ZAC 0.750% a	1	0.5	20	35
7	ZAC 0.750% a	2	0.7	19.9	35
7	ZAC 0.750% a	3	0.6	19.3	35
7	ZAC 0.750% a	4	0.5	19.2	35
8	ZAC Blanco b	1	0.5	19	35
8	ZAC Blanco b	2	0.7	19	35
8	ZAC Blanco b	3	0.5	19.2	35
8	ZAC Blanco b	4	0.6	19.6	35
9	ZAC 0.050% b	1	0.5	20.1	35
9	ZAC 0.050% b	2	0.5	20.5	35
9	ZAC 0.050% b	3	0.5	20.7	35
9	ZAC 0.050% b	4	0.5	20	35

Anexo 6 Datos proporcionados al Software Trapezium 2 para la máquina universal.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C.

			Espesor	Anchura	Longitud
Id	Muestra	Probeta	(mm)	(mm)	(mm)
10	ZAC 0.125% b	1	0.5	19.9	35
10	ZAC 0.125% b	2	0.5	19.5	35
10	ZAC 0.125% b	3	0.5	19.6	35
10	ZAC 0.125% b	4	0.5	19.2	35
11	ZAC 0.250% b	1	0.5	17.8	35
11	ZAC 0.250% b	2	0.5	18.2	35
11	ZAC 0.250% b	3	0.5	18.8	35
11	ZAC 0.250% b	4	0.5	19.4	35
12	ZAC 0.375% b	1	0.5	19.3	35
12	ZAC 0.375% b	2	0.5	18.6	35
12	ZAC 0.375% b	3	0.5	19.1	35
12	ZAC 0.375% b	4	0.5	19.4	35
13	ZAC 0.500% b	1	0.7	19.6	35
13	ZAC 0.500% b	2	0.5	19.1	35
13	ZAC 0.500% b	3	0.6	18.8	35
13	ZAC 0.500% b	4	0.5	19.2	35
14	ZAC 0.750% b	1	0.5	19.8	35
14	ZAC 0.750% b	2	0.5	19.9	35
14	ZAC 0.750% b	3	0.5	19.3	35
14	ZAC 0.750% b	4	0.5	20	35
15	ZAC 0.050% c	1	0.5	19.7	35
15	ZAC 0.050% c	2	0.5	18	35
15	ZAC 0.050% c	3	0.5	19.7	35
15	ZAC 0.050% c	4	0.5	18	35
16	ZAC 0.250% c	1	0.5	19.6	35
16	ZAC 0.250% c	2	0.5	19.7	35
16	ZAC 0.250% c	3	0.5	19.1	35
16	ZAC 0.250% c	4	0.5	19.9	35

Tabla 9 Datos registrados en el Software Trapezium 2.

Anexo 7. Observaciones a probetas no incluidas en el cálculo del módulo de Young.

Id	Muestra	Probeta	Observaciones
1	ZAC Blanco a	1	Ruptura en mordaza
1	ZAC Blanco a	4	Mordaza floja
5	ZAC 0.375% a	2	Ruptura incompleta
9	ZAC 0.050% b	1	Mordaza floja
9	ZAC 0.050% b	3	Fuera de rango
10	ZAC 0.125% b	1	Fuera de rango
14	ZAC 0.750% b	1	Fuera de rango
14	ZAC 0.750% b	3	Mordaza floja
14	ZAC 0.750% b	4	Mordaza floja
16	ZAC 0.250% c	1	Ruptura en mordaza

Tabla 10 Observaciones a probetas no consideradas en los resultados.

Anexo 8. Ficha técnica del desairante BYK-320



BYK-320

Data Sheet Issue 12/2012

BYK-320

Silicone-containing surface additive for solvent-borne coating systems with a slight reduction of surface tension and slight increase of surface slip. Good leveling with defoaming properties; also recommended for ambient curing plastic systems.

Product Data

Composition Solution of a polyether-modified polymethylalkylsiloxane

Typical Properties

The values indicated in this data sheet describe typical properties and do not constitute specification limits.

 Density (68 %):
 7.18 lbs/US gal

 Non-volatile matter (60 min., 221 %):
 52 %

 Solvents:
 White spirit/Me

 Flash point:
 100 %

52 % White spirit/Methoxypropylacetate 9/1

Food Contact Legal Status

For the current food contact legal status, please contact our product safety department or visit www.byk.com for further information.

Applications

Coatings Industry

Special Features and Benefits

The additive provides a slight reduction of the surface tension of coating systems and is a leveling additive with defoarning properties, particularly for non-polar to medium polar systems. Its defoarning effect intensifies with increasing polarity. BYK-320 prevents problems with ghosting and telegraphing. To prevent these defects, the additive must be used in the coating layer that is to be recoated.

Recommended Use

The additive is particularly recommended for solvent-borne coatings; however, it can also be used in aqueous systems.

Recommended Levels

0.05-0.6% additive (as supplied) based upon total formulation.

The above recommended levels can be used for orientation. Optimal levels are determined through a series of laboratory tests.

A member of C ALTANA
BYK-320

Data Sheet Issue 12/2012

Incorporation and Processing Instructions

The additive can be incorporated during any stage of the production process, including post-addition.

Special Note

Unlike so-called silicone oils, this additive is very user friendly. Nevertheless, before use it should be determined in a series of tests whether foam is stabilized in certain systems. Similarly, the recoatability and cratering should be checked.

Ambient-curing Plastic Systems

Special Features and Benefits

The additive provides a slight reduction of the surface tension and is a leveling additive with defoarning properties, particularly for non-polar to medium-polar systems. Its defoaming effect intensifies with increasing polarity.

Recommended Use

The additive is recommended for all ambient curing resin systems such as unsaturated polyester resins and epoxy resins.

Recommended Levels

0.05-0.6% additive (as supplied) based upon total formulation.

The above recommended levels can be used for orientation. Optimal levels are determined through a series of laboratory tests.

Incorporation and Processing Instructions

The additive can be incorporated during any stage of the production process, including post-addition.

BYK USA Inc. 524 South Cherry Street P.O. Box 5670 Wallingford, CT 06452 USA Tel 202 265-2086 Fex 202 284-9158

cs.uas@byk.com www.byk.com/additives

ANT-TERRA® INVESTMENT®, INVESTREAMENT®, INVESTIGATION, INVESTIG, INVESTIG, INVESTIG, INVESTIGAT®, INVESTIGAT, ARRONNE, DEFERVIN®, DEFERVIN®, LACINGER, INVESTIGAT, ARRONNE, ARRONNE, DEFERVIN®, LACINGER, INVESTIGAT, ARRONNE, ARRON

This have replaces all previous versions - Printed in the USA

Anexo 9. Ficha técnica del Desmophen A 365 BA/X.



Desmophen[®] A 365 BA/X

Туре	Hydroxyl-bearing	Hydroxyl-bearing polyacrylate approx. 65 % in butyl acetate/xylene, 3:1		
Form supplied	approx. 65 % in I			
Uses	As a co-reactant, usually with Desmodur [®] N 75 and N 3390, in the formulation of two-component poylurethane coatings with excellent gloss retention, lightfastness and chalking resistance.			
Specification Property	Value	Unit of measurement	Method	
Hazen color value	≤ 100		DIN EN 1557	

Hazen color value	≤ 100		DIN EN 1557
Acid value	7.5 ± 2.5	mg KOH/g	DIN EN ISO 2114
Viscosity at 23 °C	3000 ± 500	mPa∘s	DIN EN ISO 3219/A.3
Non-volatile content (1 g resin/1 h at 125 °C, convection oven)	65±1	%	DIN EN ISO 3251
Hydroxyl content	2.9 ± 0.4	%	DIN 53 240/2
Water content	≤ 0.1	%	DIN 51 777/1

Other data* Property	Value	Unit of measurement	Method
Equivalent weight	approx. 585		
Density at 20 °C	approx. 1.04	g/ml	DIN EN ISO 2811-2
Flash point	approx. 30	°C	DIN EN ISO 1523

*These values provide general information and are not part of the product specification.

page 1 of 2 Edition 2008-01-01 Replaces edition dated 2004-08-28



Anexo 10. Ficha técnica del



Product Information

DESMODUR® N 75 BA/X

Aliphatic Polyisocyanate

Description

Desmodur N 75 BA/X is an aliphatic polyisocyanate resin based on hexamethylene diisocyanate (HDI) and dissolved in n-butyl acetate and xylene (1:1).

Application Desmodur N 75 BA/X aliphatic polyisocyanate is recommended for use in two-component clear and pigmented interior and exterior finishes. Coatings based on Desmodur N 75 BA/X exhibit excellent gloss retention and weather resistance when formulated with appropriate hydroxyl-functional coreactants. These coatings also have very good resistance to solvents, chemicals, and abrasion.

Desmodur N 75 BA/X polyisocyanate is typically used with either polyester or acrylic hydroxylfunctional coreactants. Combinations with acrylic resins are usually fast drying with short dust free times and have relatively low polyisocyanate demand. Using highly functional polyester coreactants with Desmodur N 75 BA/X polyisocyanate results in coatings with improved chemical and abrasion resistance, with a higher level of polyisocyanate required, and drying at a slower rate.

To accelerate the drying and ensure adequate performance properties of systems containing Desmodur N 75 BA/X, dibutyltin dilaurate should be added to the formulation at the level of 0.005-0.01% based on resin solids. Other catalysts which can be used effectively are Desmorapid PP (up to 0.5%) or, 8% zinc octoate (up to 0.2%), each based on total resin solids of the system. Adding a catalyst reduces the pot life of the formulation and should be evaluated thoroughly.

Desmodur N 75 BA/X polyisocyanate is suitable for the formulation of moisture-curing one-component coatings. Up to 1% dibutyltin dilaurate based on resin solids is required whenever Desmodur N 75 BA/X is used alone in a moisture-curing coating.

As with any product, use of Desmodur N 75 BA/X polyisocyanate in a given application must be tested (including but not limited to field testing) in advance by the user to determine suitability.

Product Specifications

Property	Value	
NCO content, %	16.5±0.3	
Viscosity @ 25*C, mPa*s	150±60	
Solids, %	75±1	
Color, Hazen	60 maximum	
Monomeric HDI, %	0.5 maximum	

Typical Properties*

Property	Value	
Appearance	Clear, slightly yellow liquid	
Equivalent wt., avg.	255	
(as supplied)		
Specific gravity @ 25°C, g/cm ³	1.06	
Weight per gallon, Ib. @ 25°C .	8.85	
Flash point (Setaflash)	91*F (33*C)	
Viscosity @ 23°C, mPars	160	

* These items are provided as general information only. They are approximate values and are not part of the product specifications.

Page 1 of 2 - Document contains important information and must be read in its entirety.

Solubility

Desmodur N 75 BA/X polyisocyanate can be diluted with ethyl acetate, butyl acetate, PM acetate, toluene, xylene and most ketones. It is insoluble in aliphatic hydrocarbons. Since Desmodur N 75 BA/X is sensitive to moisture, polyurethane grade solvents with moisture content less that 500 ppm (0.05%) should be used

When diluting Desmodur N 75 BA/X, the solids content should not be lower than 35%; otherwise turbidity and precipitation may occur.

Alcohols and amines should not be used, as they react with Desmodur N 75 BA/X polyisocyanate.

Compatibility

Desmodur N 75 BA/X is compatible with a variety of other Desmodur polyisocyanates such as Desmodur N 3200, N 3390 BA/SN, Z 4470, HL, and IL, as well as the various Desmodur CB aromatic polyisocyanates. Generally, good compatibility is observed with most polyesters, hydroxyl-functional acrylics and polyethers.

Storage Desmodur N 75 BA/X polyisocyanate should be stored in tightly sealed containers and protected from heat, moisture, and foreign materials. Processability of this product can be adversely affected by contamination. Recommended storage temperatures are -30° to 122°F (-34° to 50°C). Desmodur N 75 BA/X has a storage life of approximately six months from date of receipt when stored in closed original containers at 77°F (25°C).

Health and Safety Information

Appropriate literature has been assembled which provides information pertaining to the health and safety concerns that must be observed when handling Desmodur N 75 BA/X polyisocyanate. For materials mentioned that are not Bayer products, appropriate industrial hygiene and other safety precautions recommended by their manufacturer should be followed. Before working with any product mentioned in this publication, you must read and become familiar with available information concerning its hazards, proper use, and handling. This cannot be overemphasized. Information is available in several forms such as material safety data sheets and product labels. For further information contact your Bayer MaterialScience representative or the Product Safety and Regulatory Affairs Department in Pittsburgh, Pa.

This product contains reactive HDI polyisocyanate/ prepolymer and/or monomeric HDI and should only be handled using appropriate protective measures. Please review this product's Material Safety Data Sheet for a summary of such protective measures. These products are suitable only for and should only be sold for use by industrial or trade (commercial) professionals. These products are not suitable for Do-It-Yourself applications.

Note: The information contained in this bulletin is current as of June 10. Please contact Bayer MaterialScience to determine whether this publication has been revised.

Bayer MaterialScience LLC

100 Bayer Road · Pittsburgh, PA 15205-9741 · Phone: 1-800-662-2927 · www.BayerMaterialScienceNAFTA.com

The manner in which you use and the purpose to which you put and utilize our products, technical assistance and information (whether verbal, written or by way of production evaluations), including any suggested formulations and recommendations are beyond our control. Therefore, it is imperative that you test our products, technical assistance and information to determine to your own satisfaction whether they are suitable for your intended uses and applications. This application-specific analysis must at least include testing to determine suitability from a technical as well as health, safety, and environmental standpoint. Such testing has not necessarily been done by us. Unless we otherwise agree in writing, all products are sold strictly pursuant to the terms of our standard conditions of all eAll information and technical assistance is given without warranty or guarantee and is subject to change without notice. It is expressly understood and agreed that you assume and hereby expressly release us from all liability, in tort, contract or otherwise, incurred in connection with the use of our products, technical assistance, and information. Any statement or recommendation not contained herein is unauthorized and shall not bind us. Nothing herein shall be construed as a recommendation to use any product in conflict with patents covering any material or its use. No license is implied or in fact granted under the claims of any patent.

20088 6/10

Page 2 of 2 - Document contains important information and must be read in its entirety.