

Estudio de las propiedades tribológicas y mecánicas de una resina de poliéster
insaturado con inclusión de nanofibrillas de celulosa reforzada con fibras de
banano

RICHARD KLAISS LUNA

DANIEL AVENDAÑO HERNÁNDEZ

UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA

ESCUELA DE INGENIERÍAS

FACULTAD INGENIERÍA MECÁNICA

MEDELLÍN

2015

Estudio de las propiedades tribológicas y mecánicas de una resina de poliéster
insaturado con inclusión de nanofibrillas de celulosa reforzada con fibra de
banano

RICHARD KLAISS LUNA

DANIEL AVENDAÑO HERNÁNDEZ

UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA

ESCUELA DE INGENIERÍAS

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

MEDELLÍN

2015

Estudio de las propiedades tribológicas y mecánicas de una resina de poliéster
insaturado con inclusión de nanofibrillas de celulosa reforzada con fibras de
banano

RICHARD KLAISS LUNA

DANIEL AVENDAÑO HERNÁNDEZ

Trabajo de grado para optar al título de ingeniero mecánico

Directora

Piedad F. Gañán Rojo

Ingeniera Química, Ph. D.

Asesor

Carlos Correa

Ingeniero Químico, Msc. Estudiante de Doctorado

UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA

ESCUELA DE INGENIERÍAS

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

MEDELLÍN

2015

Nota de aceptación

Presidente del jurado

Jurado

Jurado

Medellín, Mayo de 2015

DEDICATORIA

Dedico este gran logro a Dios, por darme siempre la paciencia para no rendirme y seguir adelante en mi carrera, a mi madre Piedad Luna quien me ha brindado el apoyo necesario para cada momento en mi vida y a mi hermana María Camila Klaiss por ser mi gran amiga y consejera.

También doy las gracias a todas las personas que ayudaron a que este proyecto saliera adelante y se pudiera culminar.

Richard Klaiss Luna

Gracias a Dios, a mi familia, a mi compañero de trabajo, y al profesorado de la UPB, por estar presentes y apoyar, cada uno a su manera, con la culminación de este proyecto.

Daniel Avendaño Hernández

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a la Universidad Pontificia Bolivariana y a la facultad de Ingeniería Mecánica sede Medellín por todo el conocimiento humanista y profesional brindado durante nuestro pregrado, que hoy finaliza con nuestro trabajo de grado. También damos las gracias a todas aquellas personas que aportaron para que esta investigación saliera adelante, entre ellas a Santiago Betancourt Parra que con sus consejos y asesorías nos ayudó a tener más claro el desarrollo de nuestro proyecto.

De la misma manera agradecemos a nuestra directora Piedad Gañán y a nuestro asesor Carlos Correa por orientarnos durante este trabajo de grado, teniendo siempre la mayor disposición para resolver nuestras dudas y apoyarnos con sus conocimientos.

CONTENIDO

OBJETIVOS	14
OBJETIVO GENERAL	14
OBJETIVOS ESPECÍFICOS	14
RESUMEN.....	15
INTRODUCCIÓN	17
CAPÍTULO 1.MARCO TEÓRICO	19
1.1 MATERIALES COMPUESTOS:.....	19
1.1.1 MATRIZ:	19
1.1.2 MATRIZ POLIMÉRICA.....	20
1.1.3 REFORZANTE.....	20
1.2 POLIÉSTER INSATURADO	21
1.3 FIBRAS NATURALES	22
1.4 NANOREFORZANTES	25
1.5 TRIBOLOGÍA EN COMPUESTOS.....	26
CAPÍTULO 2.MATERIALES Y MÉTODOS	28
2.1 MATERIAS PRIMAS.....	29
2.1.1 POLIÉSTER INSATURADO.....	29
2.1.2 FIBRAS DE BANANO	32
2.2 INSTRUMENTOS DE TRABAJO.....	33
2.3 ELABORACIÓN DE PROBETAS	37

2.3.1	LIMPIEZA INICIAL	37
2.3.2	MEZCLADO.....	37
2.3.2.1	MEZCLADO 1	37
2.3.2.2	MEZCLADO 2	38
2.3.3	PREPARACIÓN DEL MOLDE	38
2.3.4	AGREGADO DE LA MEZCLA 2 EN EL MOLDE	39
2.3.5	SELLADO DEL MOLDE	40
2.3.6	PRENSADO Y CALENTAMIENTO DEL MOLDE	40
2.4	DESIGNACIÓN A CADA MATERIAL.....	41
2.5	CORTE DE PROBETAS Y PINES PARA LAS PRUEBAS TRIBOLÓGICAS Y MECÁNICAS.....	42
2.5.1	CORTE Y PEGADO DE PINES	44
2.6	ENSAYO DSC	45
2.7	ENSAYO DE TRACCIÓN	46
2.8	ENSAYO DE FLEXIÓN	47
2.9	ENSAYO TRIBOLÓGICO.....	48
2.10	MICROGRAFÍAS	51
CAPÍTULO 3. ANÁLISIS DE RESULTADOS		52
3.1	ANÁLISIS DSC	52
3.2	ANÁLISIS PARA ENSAYOS DE TRACCIÓN.....	54
3.3	ANÁLISIS DE ENSAYOS A FLEXIÓN	58

3.4	ANÁLISIS TRIBOLÓGICO.....	63
3.5	ANÁLISIS DE LAS MICROGRAFÍAS.....	67
3.5.1	REALIZADAS A RESINAS	67
3.5.2	REALIZADAS A MATERIALES COMPUESTOS.....	68
CAPÍTULO 4.CONCLUSIONES		73
CAPÍTULO 5.....RECOMENDACIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS A FUTURO.....		76
CAPÍTULO 6.REFERENCIAS		78

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1: DIAGRAMA METODOLÓGICO.....	29
FIGURA 2: A LA IZQUIERDA RESINA CRYSTALAN CH859, A LA DERECHA CRYSTALAN CH859 CON NANOFIBRILLAS DE CELULOSA BACTERIANA. .	31
FIGURA 3: FIBRAS DE BANANO PROCESADA.....	33
FIGURA 4: MOLDE DE PROBETAS.	34
FIGURA 5: PRENSA TÉRMICA.	34
FIGURA 6: DESMOLDEANTE POLIMUL.	34
FIGURA 7: BÁSCULA PARA MEDICIÓN DE CANTIDAD.....	35
FIGURA 8: MÁQUINA PARA ENSAYO DSC.	35
FIGURA 9: TORNO PARA REFRENTAR Y ACHAFLANAR PINES.	35
FIGURA 10 : MÁQUINA PARA ENSAYOS DE TRACCIÓN Y FLEXIÓN.	35
FIGURA 11: MÁQUINA PARA CORTAR PROBETAS.	36
FIGURA 12: INSTRUMENTO NECESARIO PARA TOMAR IMÁGENES.	36
FIGURA13: MICROSCOPIO ÓPTICO PARA TOMAR IMÁGENES.....	36
FIGURA 14: MÁQUINA PARA ENSAYO PIN DISCO.	37
FIGURA 15: MOLDE PARA PRENSADO EN CALIENTE.	39
FIGURA 16: AGREGADO DEL MEZCLADO 2 EN EL MOLDE.....	40
FIGURA 17: MUESTRA PRINCIPAL “GALLETA”	41
FIGURA 18: VISTA SUPERIOR PROBETA 1 “GALLETA” ANTES DEL CORTE.....	43
FIGURA 19: MEDIDAS DE LAS PROBETAS PARA ENSAYOS.....	43
FIGURA 20: PROBETAS PARA ENSAYO DE FLEXIÓN DESPUÉS DEL CORTE.....	44
FIGURA 21: PROBETAS PARA ENSAYO DE TRACCIÓN DESPUÉS DEL CORTE.	44
FIGURA 22: PROBETAS PARA ENSAYOS TRIBOLÓGICOS DESPUÉS DEL CORTE. ...	45

FIGURA 23: PROBETA EN ENSAYO DE FLEXIÓN.	48
FIGURA 24: TRIBÓMETRO PARA PRUEBA PIN DISCO.	49
FIGURA 25: CALORIMETRÍA PARA MUESTRA SN.	52
FIGURA 26: CALORIMETRÍA PARA MUESTRA CN.	53
FIGURA 27: RESULTADOS DEL ESFUERZO MÁXIMO A TRACCIÓN PARA DIFERENTES MUESTRAS.	55
FIGURA 28: RESULTADOS DE LA DEFORMACIÓN MÁXIMA A TRACCIÓN PARA DIFERENTES MUESTRAS.	56
FIGURA 29: RESULTADOS DEL MÓDULO ELÁSTICO A TRACCIÓN PARA DIFERENTES MUESTRAS.	57
FIGURA 30: RESULTADOS DE LA ENERGÍA DE DEFORMACIÓN A TRACCIÓN PARA DIFERENTES MUESTRAS.	58
FIGURA 31: RESULTADOS DEL ESFUERZO MÁXIMO A FLEXIÓN PARA DIFERENTES MUESTRAS.	59
FIGURA 32: RESULTADOS DE LA DEFORMACIÓN MÁXIMA A FLEXIÓN PARA DIFERENTES MUESTRAS.	60
FIGURA 33: RESULTADOS DEL MÓDULO ELÁSTICO A FLEXIÓN PARA DIFERENTES MUESTRAS.	62
FIGURA 34: RESULTADOS DE LA ENERGÍA DE DEFORMACIÓN A FLEXIÓN PARA DIFERENTES MUESTRAS.	63
FIGURA 35: DESGASTE DE LOS MATERIALES.	64
FIGURA 36: COMPORTAMIENTO DEL COEFICIENTE DE FRICCIÓN CON RESPECTO AL TIEMPO PARA DIFERENTES MUESTRAS.	65
FIGURA 37: COEFICIENTE DE FRICCIÓN EN LAS MUESTRAS.	66
FIGURA 38: FOTOS TOMADAS A MUESTRAS DE SN.	67
FIGURA 39: FOTOS TOMADAS A MUESTRAS DE CN.	67

FIGURA 40: IMAGEN TOMADA A PROBETA DE SN.	68
FIGURA 41: IMAGEN TOMADA A PROBETA DE CN.....	69
FIGURA 42: IMAGEN TOMADA A PROBETA DE CN-10.	69
FIGURA 43: IMAGEN TOMADA A PROBETA DE CN-2.	70
FIGURA 44: IMAGEN TOMADA A PROBETA DE CN-30.	71

LISTA DE TABLAS

TABLA 1: PROPIEDADES DE LA RESINA CRYSTALAN CH859 POR FABRICANTE.	32
TABLA 2: INSTRUMENTOS PARA LA REALIZACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN.	34
TABLA 3 : NOMENCLATURA DESIGNADA PARA CADA MATERIAL	41
TABLA 4: PARÁMETROS PARA REALIZACIÓN DE LA PRUEBA PIN DISCO	50

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar el efecto que tiene la presencia de nanofibrillas de celulosa sobre el comportamiento mecánico, térmico y tribológico de materiales compuestos a base de poliéster insaturado reforzados con fibras naturales.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Establecer las condiciones de procesado para los materiales compuestos teniendo en consideración ensayos de caracterización térmica.
- Evaluar el efecto del porcentaje en peso del reforzante (fibras de banano) sobre el desempeño mecánico y tribológico de los composites desarrollados.
- Proponer posibles aplicaciones para ambos materiales de acuerdo a los resultados obtenidos en sus propiedades.

RESUMEN

En este trabajo de grado se elaboró un material compuesto a partir de una matriz de poliéster insaturado con inclusión de nanofibrillas de celulosa reforzado con fibras de banano, la principal variable dentro de la fabricación de los materiales compuestos fue el porcentaje de reforzante. La elaboración de las probetas se realizó por medio de compresión en caliente empleando un solo ciclo de curado.

Dentro de los ensayos de caracterización realizados se encuentran: análisis mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC) a la matriz antes del conformado para determinar la temperatura de curado, mientras que a los materiales compuestos se les realizaron ensayos de tracción y de flexión a tres puntos para evaluar las propiedades mecánicas. También se realizaron pruebas de pin disco para determinar el desgaste en el material y el coeficiente de fricción.

De acuerdo con los resultados obtenidos las variaciones en el desempeño mecánico están asociados tanto al aumento en la concentración del refuerzo como a la inclusión de las nanofibrillas de celulosa, dando por consecuencia un cambio significativo en el comportamiento del coeficiente de fricción y en el desgaste de los compuestos respecto a la matriz. Los resultados obtenidos de los ensayos mecánicos de tracción y flexión indican que la presencia de las fibras de banano no incrementaron el desempeño de los materiales compuestos respecto a la matriz tanto con inclusión con nanofibrillas de celulosa como sin ella, sugiriendo baja adhesión entre el reforzante y la matriz, la cual pudo ser evidenciada cuando al observar las micrografías de las superficies de fractura

de los composites se aprecia que las fibras de banano no se quiebran si no que salen completas del material. De acuerdo con lo anterior, es posible indicar que la presencia de las nanofibrillas de celulosa no pudo contribuir con el mejoramiento de la adhesión en la interfase fibra natural y matriz de poliéster insaturado.

Palabras claves: Coeficiente de fricción, nanofibrillas de celulosa, fibras de banano, DSC, propiedades mecánicas, desgaste.

INTRODUCCIÓN

En las últimas siete décadas aproximadamente, la preocupación de la humanidad por el medio ambiente ha consolidado el uso de nuevos materiales como una de tantas formas por combatir la contaminación[1]. Esto se evidencia en la historia con la implementación de materiales como tejidos orgánicos en un intento por poner a segundo plano el uso de materiales que no son reciclables o que su tiempo de degradación es muy extenso[1]. Gracias a este problema se ha promovido un particular interés por la investigación y financiación tanto a nivel empresarial como en grupos de investigación universitarios de generar materiales amigables con el ambiente [1].

Acorde a lo anterior las fibras naturales surgen como una alternativa viable, en particular como reforzante de materiales compuestos; no obstante, el estudio, fabricación y comercialización de dichos reforzantes tienen que competir con otros materiales (bajos costos, aumento en el rendimiento de polímeros técnicos, ventajas mecánicas de materiales compuestos con otras fibras, estandarización de materiales), lo que reduce la comercialización, fabricación y producción de materiales compuestos con fibras naturales [1].

Lo anterior sigue aún vigente en la actualidad y esto es posible de evidenciar comparando la industria actual con la de mediados y finales del siglo 20, pues se ve como la humanidad comprende que es la causal de una considerable transformación en las condiciones naturales para la vida y subsistencia en nuestro entorno debido a la contaminación[2]. Un ejemplo actual se evidencia en las plantas; la comercialización mundial de plantas está regida en primer

lugar por el negocio alimentario seguido de las plantas que se comercializan para la producción de fibras [3].

Sobre las bases de desarrollar nuevos materiales, el Grupo de Investigación sobre Nuevos Materiales (GINUMA) de la Universidad Pontificia Bolivariana muestra un fuerte interés en realizar análisis de propiedades mecánicas, térmicas y tribológicas a materiales compuestos reforzados con fibras naturales. De igual manera la empresa desarrolladora de productos químicos ANDERCOL S.A ha diseñado un compuesto más amigable con el medio ambiente el cual se compone de una matriz de resina de poliéster insaturado que proviene de fracciones pesadas del petróleo y utilizada para la producción de piezas de decoración, sistemas de transporte o componentes de carrocería. Dicha matriz también contiene nanofibrillas de celulosa que es un material compuesto de cadenas de moléculas de celulosa en forma tubular. El hecho de que la matriz posea un nano componente como aditivo incluido dentro de la matriz podría surgir como una alternativa para alterar el comportamiento de la interfase en el material compuesto mediante la modificación de la matriz.

La elaboración de materiales compuestos con fibras naturales presenta deficiencias relacionadas con la baja adhesión que se presenta entre el reforzante, con alta tendencia a captar humedad, y la resina de poliéster insaturado. En este trabajo se analiza el comportamiento que los sistemas reforzados tendrán cuando las nanofibrillas de celulosa son incorporadas a la matriz, y si estas pueden contribuir o no con la mejora de la adhesión.

CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO

A continuación se expondrán y explicarán los principales términos, definiciones y conceptos fundamentales referentes a materiales y estudios para la realización de este proyecto, buscando una uniformidad de conocimientos entre el lector y los realizadores del mismo.

1.1 MATERIALES COMPUESTOS:

Son aquellos que están conformados por dos o más materiales, gracias a esta combinación dan como resultado un material con propiedades mecánicas mayores a comparación de los que lo conforman [4].

Un compuesto está conformado por dos componentes principales los cuales son: matriz y refuerzo.

1.1.1 MATRIZ:

Es el elemento que contiene las cargas o el reforzante embebido, la cual presenta una fase continua en el compuesto. Estos pueden ser: metales, polímeros y los cerámicos. Cabe resaltar que a excepción de los cerámicos, no se suele utilizar materiales muy rígidos y con altas propiedades mecánicas como matriz [4]. Entre las funciones destacadas de la matriz se encuentra:

- Definir las propiedades físicas y químicas[4].
- Proteger y brindar cohesión. La matriz es la responsable de aspectos importantes como la confortabilidad y el acabado superficial, así como también de la forma geométrica final del material[4].

1.1.2 MATRIZ POLIMÉRICA

La mayoría de compuestos poliméricos tienen matrices termoestables. Resinas termoestables que son viscosas que gracias a una reacción de endurecimiento generan una red molecular formada por enlaces cruzados entre cadenas [5], dando como resultado un sólido que puede ser reprocesado[5].

Se hacen compuestos con matrices poliméricas gracias a que se puede aprovechar ciertas características que tienen los polímeros como: la resistencia a la oxidación, la poca conductividad eléctrica, el bajo peso, la ductilidad y el bajo costo en el mercado[6].

En este trabajo, tal como se menciona en apartados anteriores, la matriz seleccionada corresponde a un tipo de poliéster insaturado.

1.1.3 REFORZANTE

El reforzante es la fase discontinua (o dispersa) que se agrega a la matriz (para el caso de este estudio PCM “matriz polimérica continua”) con el propósito de adicionar al compuesto alguna propiedad que la matriz no posee. En general, el refuerzo se utiliza con la intención de adicionar e incrementar propiedades como la rigidez y la resistencia mecánica, aunque también se refuerzan materiales con la intención de mejorar el comportamiento térmico y la resistencia a la abrasión [4].

El refuerzo puede ser implementado de diversas formas como fibras partículas u hojuelas, dichas formas geométricas afectan el comportamiento mecánico del compuesto[7]. Entre más

homogéneo sea el refuerzo, mejor será la distribución espacial, y mejor será la relación longitud/diámetro del mismo, aumentando las propiedades adquiere el PCM.

1.2 POLIÉSTER INSATURADO

Son polímeros de tipo termoestables o termorígidos, esto implica que cambian su estructura química de forma irreversible por acción del calor, la luz o el uso de agentes químicos[8].

Se obtienen por la reacción de glicoles con ácidos o anhídridos insaturados, dando como resultado cadenas lineales y/o ramificadas, las cuales presentan insaturaciones alifáticas que son susceptibles de un posterior entrecruzamiento[8].

El poliéster insaturado es un tipo de polímero muy versátil [9], gracias a esto podemos elegir cual es la manera más apropiada para desarrollar un sistema de acuerdo a la necesidad que se tenga.

Las resinas y poliéster insaturado se refuerzan con:

- Cargas reforzantes [9]: Son microesferas de vidrio, puesto que gracias a su geometría, evitan la concentración de esfuerzos esparciendo regularmente los mismos en el volumen del material[9]. Existen casos particulares que requieren de micro esferas como reforzantes (micro esferas huecas de carbono y huecas orgánicas), las cuales tienen mejores propiedades mecánicas pero son más costosas [9].

- Cargas no reforzantes[9]: Las más utilizadas son de origen mineral (extractos de rocas o minerales). Las cargas con mayor uso comercial son: ignífugas (hidrato de aluminio, óxido de antimonio, boratos de zinc, productos orgánicos variados), y cargas conductoras tanto de electricidad como calor (Polvos metálicos, micro esferas metalizadas, negro de humo, filamentos metálicos muy finos, etc.). En síntesis, comercialmente el poliéster insaturado es necesario para la elaboración de materiales compuestos, puesto que dicho polímero es una resina viscosa (espesa) que para que tenga un uso práctico requiere reforzantes como la fibra de vidrio o rellenos (cargas).

1.3 FIBRAS NATURALES

En las últimas décadas la tendencia por la implementación de las fibras naturales como reforzante en compuestos con matrices poliméricas ha venido aumentando, a la par con el interés actual por preservar el medio ambiente[10]. Dicha tendencia y preocupación por nuestro medio promueve la intencionalidad por reemplazar o sustituir en gran medida las fibras sintéticas como la de vidrio. En 2009 se produjeron aproximadamente 30 millones de toneladas de fibras naturales alrededor del mundo y sus aplicaciones adicionales son: la cordelería, vestido, tapicería, entre otros [10]. Recientemente son utilizadas en el campo de materiales compuestos de matriz polimérica para la elaboración de partes interiores de automóviles [10].

Las fibras son estructuras unidimensionales, largas y delgadas[11]. Se doblan con facilidad y su propósito principal es la creación de tejidos.

Las fibras naturales se dividen en:

- Fibras animales: Como lana, mohair y seda. Son proteínas complejas y resistentes a la mayoría de los ácidos orgánicos. También resisten, en unas condiciones determinadas, la acción de ciertos ácidos minerales como el ácido sulfúrico (H_2SO_4) [11].
- Fibras vegetales: Como algodón fino, yute, que son polímeros de celulosa. Se encuentran conformadas principalmente por celulosa, que las hace, a diferencia de las proteínas de las fibras de origen animal, son resistentes a los álcalis[11].
- Fibras inorgánicas: Como el asbesto y amianto. La fibra de vidrio es el único origen inorgánico (mineral) que se utiliza a gran escala en los tejidos corrientes[11].

FIBRAS DE BANANO

Para la agricultura colombiana el cultivo de banano representa un fuerte en nuestra economía, con un contundente 88 % del total de exportación de fruta fresca del país en la última década[12]. Para el cultivo de banano en el país se ocupan cerca de 400.000 hectáreas[12]. Al mirar estas proporciones de producción es evidente la gran cantidad de residuos vegetales, entre los cuales se encuentra el raquis[12].

El grupo GINUMA con pleno conocimiento sobre lo anterior ha venido trabajando con estas fibras, y una de sus labores es extraerlas, lo que se explicará a continuación:

La materia prima de donde se extraen las fibras es el raquis o pinzote de banano provenientes del Urabá (Colombia) y distribuidores en la ciudad de Medellín[12].

Uno de los aspectos que son fundamentales en el desarrollo de materiales compuestos con fibras naturales, y esto incluye los elaborados con las fibras de banano, se relaciona con los problemas de adhesión que existen entre ellas, debido a su alta tendencia a la captación de humedad (y que se asocia con su carácter hidrofílico y polar) y las matrices poliméricas, que como el poliéster insaturado con menor carácter polar. Dentro de las alternativas que existen para resolver este problema se encuentra la inclusión de otros sistemas fuera de la matriz y el reforzante. En el presente trabajo se explora la inclusión de nanoreforzantes.

1.4 NANOREFORZANTES

Los nanoreforzantes no son más que elementos que mejoran las propiedades mecánicas del compuesto, concepto similar a reforzantes convencionales, la salvedad radica en su escala, y aunque gracias a la misma, resulta bastante difícil la manipulación de dichos reforzantes[13]. El nivel nano permite una manipulación única de los materiales, hasta el punto de lograr un nivel muy superior de exactitud cuándo se requiera de un nuevo material con propiedades únicas y bastante precisas[13].

Existen múltiples tipos de nanoreforzantes como son nanoláminas de arcilla o nanotubos de carbono. En este trabajo se han seleccionado nanofibrillas de celulosa, pues debido a su carácter hidrofóbico puedan ofrecer alternativas para mejorar la adhesión de los composites, tal como se mencionó antes.

NANOCELULOSA Ó NANOFIBRILLAS DE CELULOSA

La nanocelulosa son cadenas moleculares de celulosa con forma tubular alargada, cuya particularidad es una marcada relación de aspecto longitud-diámetro[13]. Debido a lo cual se pueden conocer como nanofibrillas de celulosa. La tendencia o magnitud típica del diámetro es de 10 a 20 nm y la de su longitud es de 10 veces o más la de su diámetro, esta propiedad geométrica de la molécula la hace muy sensible a diferentes campos de aplicación al tratarse de un polímero[13].

La nanofibrillas de celulosa se extrae básicamente de cualquier fibra de celulosa como por ejemplo la pulpa de celulosa y puede presentarse de

dos maneras, cristalina o aleatoria[13]. En este caso se emplean de origen bacteriano, pues gracias a su versatilidad y facilidad de obtención se generan ampliamente en los laboratorios de la UPB.

Al igual que el uso de refuerzos con nanocargas en poliésteres insaturados, el uso de nanofibrillas se da exclusivamente en ambientes adecuados para la investigación, es decir, estos procesos están en una etapa de estudio perfeccionamiento.

En general y como se mencionó anteriormente el poliéster insaturado ofrece medias propiedades mecánicas y para darle consistencia estructural se combina con fibras o cargas. El aporte de las nanofibrillas de celulosa u otras nanoestructuras radica en el área superficial o la relación superficie –volumen, la cual resulta ser bastante ventajosa, ya que gracias a esto, es posible obtener propiedades como flexibilidad, tenacidad y resistencia a la tracción, imposibles de obtener usando materiales convencionales[14].

1.5 TRIBOLOGÍA EN COMPUESTOS

Durante ya varios años se ha venido investigando la tribología en materiales compuestos reforzados con fibras, tal como es el caso de los trabajos de Yousif y EL-Tayeb[15]. También en este trabajo se llevaron a cabo pruebas con materiales compuestos de poliéster insaturado con fibra de vidrio utilizando un tribómetro tipo bloque-anillo, con tres diferentes orientaciones de la fibra (paralelo, anti-paralelo, normal)[15].

La conclusión arrojada en este artículo utilizando como herramienta la microscopia electrónica de barrido (SEM), muestra que el rendimiento

del poliéster insaturado con fines tribológicos depende de la orientación de las fibras de vidrio donde el mejor resultado lo arrojaron las probetas con fibra de vidrio organizadas espacialmente de forma paralela[15]. Los fines tribológicos del poliéster insaturado y según la investigación anterior depende netamente del reforzante.

Estas investigaciones con fibras sintéticas abrieron una gran pregunta, y es si las fibras naturales también tiene las mismas capacidad tribológica que las sintéticas, ya que estos materiales compuestos tendrían un costo de fabricación mucho menor a comparación de los sintéticos, además de esto su adquisición también es mucho más fácil.

De los primeros investigadores con fibras naturales [15] demostraron que éstas disminuyen el desgaste gracias a que estaban en la misma dirección que la de deslizamiento[15].

Pese a los trabajo realizados hasta ahora en el tema [15], [16] todavía el uso de materiales compuestos con matrices termoestables reforzadas con fibras naturales es poco explorado, y menos aun cuando la matriz cuenta con inclusión de nanoestructuras que se presumen afectan la interfase. Por ello dentro de lo que se pretende con este trabajo, está el identificar aspectos tribológicos al agregar las fibras de banano en poliéster insaturado con nanofibrillas de celulosa.

CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS

En esta parte del trabajo se describen y definen las materias primas, sus procesos de fabricación, los equipos en los que se hicieron los ensayos durante el desarrollo de nuestra investigación, cada ensayo realizado y métodos utilizados.

Se fabricó un material compuesto que tiene como matriz una resina de poliéster insaturado con inclusión de nanofibrillas de celulosa. El compuesto fue realizado empleando como reforzante fibras de banano suministradas por la empresa Banacol. Su tamaño corresponde a 0,5 mm. Los porcentajes en peso de refuerzo empleados corresponden a: 0, 10, 20, 30 %. Todo esto fue realizado para evaluar el efecto que sobre las propiedades mecánicas, térmicas y tribológicas tienen la presencia tanto de las fibras de banano y como la inclusión de la nanofibrillas de celulosa en el material.

De acuerdo a lo anterior en la figura 1 se muestra la metodología utilizada para el desarrollo experimental de este trabajo.

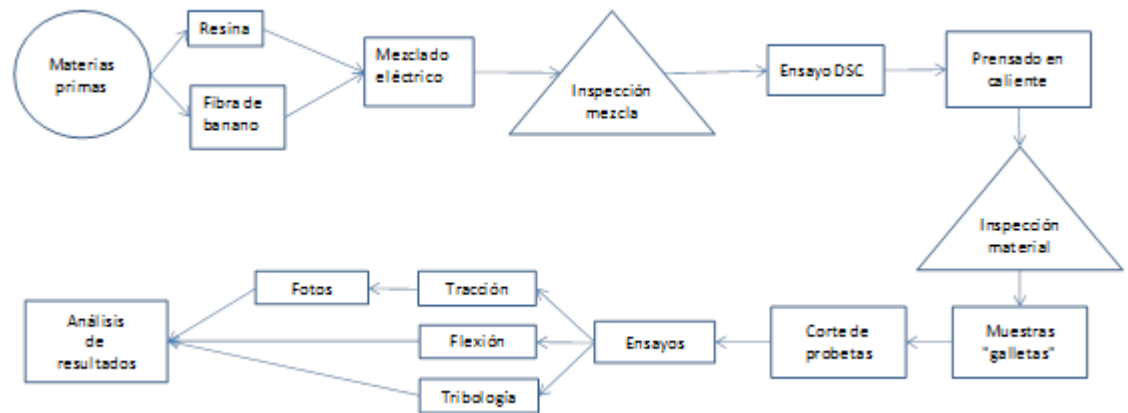


Figura 1: Diagrama metodológico.

2.1 MATERIAS PRIMAS

2.1.1 POLIÉSTER INSATURADO

Tal como se mencionó antes, se utilizó el poliéster insaturado modificada con nanofibrillas de celulosa que fue fabricada exclusivamente para este trabajo y fue amablemente suministrada por la empresa ANDERCOL S.A. La muestra es no comercial y se aproxima a la referencia “*CRYSTALAN 859 CH*” de este fabricante. En la figura 2 se presenta una imagen del producto en donde se observa la diferencia de color y su viscosidad que hay entre la resina comercial y la resina con la inclusión de nanofibrillas. En la tabla 1 se presenta la información de la resina suministrada por el fabricante.

En sí, el poliéster insaturado es una resina viscosa que pasa al estado sólido permanente tras el curado. Dicha transición de estado es posible cuando es mezclado con un promotor y

reaccionado con un catalizador. Para el proceso de curado en este proyecto fue necesario utilizar únicamente el peróxido metil etil cetona (MEK) como catalizador y la temperatura como promotor, siendo ambos los conformantes del sistema catalítico.

En nuestro caso el fabricante comentado anteriormente le hizo una inclusión de nanofibrillas de celulosa de origen bacteriana al poliéster insaturado, dichas nanofibrillas son suministradas al fabricante por la Universidad Pontificia Bolivariana.

La celulosa bacteriana (BC) es un producto de metabolismo primario de algunos microorganismos [17], como por ejemplo las bacterias provenientes de los géneros *Acetobacter*, *Rhizobium*, *Agrobacterium*, y *Sarcina*[17].

En el caso de esta investigación la resina tiene inclusión de BC producidas por bacterias del genero *Gluconacetobacter* que emplean como sustrato cáscaras de piña y jugo de la caña de azúcar [18].

Para poder generar la nanocelulosa se hace una adición de 10% de volumen de inóculo a los residuos de piña y caña de azúcar, luego son incubados estáticamente a 28 °C durante 13 días, al pasar dicho tiempo se recogen las películas generadas y se lavan con agua y se homogenizan en un mezclador tipo *waring blender* durante 5 min [18]. Después de obtener el material estas son tratadas en una solución de KOH 5% en peso durante 14 h, al pasar estas horas las muestras se llevan a un pH 7 [18]. Una vez las nanofibrillas se encuentran libres de residuos se llevan al

waring blender para homogenizarlas. Las muestras en suspensión se suministraron a la empresa ANDERCOL S.A para la elaboración de la resina.

Todo este proceso es desarrollado por el grupo de investigación GINUMA de la Universidad Pontificia Bolivariana.



Figura 2: A la izquierda resina CRYSTALAN CH859, a la derecha CRYSTALAN CH859 con nanofibrillas de celulosa bacteriana.

Tabla 1: *Propiedades de la resina CRYSTALAN CH859 por fabricante.*

Propiedad	Unidad	MIN	Valor MAX	Método
Apariencia	Transparente amarilloso			ASTM D2090
Viscosidad Brookfield	cP a 25°C	500	700	ASTM D2196
Sólidos	% nvm	63	65	ASTM D1259
Acidez	mg KOH/g		34	ASTM D1639
Tiempo de gel	min a 25°C	10	12	ASTM D2471
Tiempo de máxima exotermia	min a 25°C	17	25	ASTM D2471
Temperatura de máxima exotermia	°C	140	155	ASTM D2471
Estabilidad	meses		6	

2.1.2 FIBRAS DE BANANO

La empresa encargada de suministrar las fibras de banano procedentes del raquis de la planta fue BANACOL, esta empresa está ubicada en Urabá (Antioquia) y cuenta con oficinas en la ciudad de Medellín. En los laboratorios de la UPB, las muestras fueron sometidas a un proceso de molienda para homogenizar el tamaño. Posteriormente se realizó un secado a una temperatura aproximada de 105 °C durante 4 h y por último se pasan por cuchillas y mallas de 2 mm. Este proceso se basa en otros desarrollados con anterioridad por otros autores[19]. En la figura 3 podemos observar el resultado de todo este proceso.

Las fibras de banano, tal como se comentó en apartados anteriores, tienen ventajas técnicas, económicas y ambientales

que incluyen: bajo costo, baja abrasión, medias propiedades mecánicas y térmicas, alta disponibilidad de acceso, alta renovabilidad y la biodegradabilidad, bajo consumo de energía y la generación de dióxido de carbono neutral[19].



Figura 3: Fibras de banano procesada.

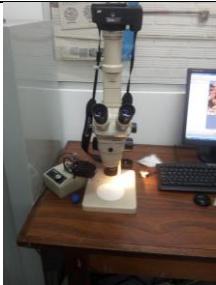
2.2 INSTRUMENTOS DE TRABAJO

En la tabla 2 y en las figuras de 4 a 14 se presentan todos los instrumentos y sustancias adicionales utilizadas en esta investigación, estos instrumentos son propiedad de la Universidad Pontificia Bolivariana y están ubicados en el bloque 8.

Tabla 2: Instrumentos para la realización de la investigación.

Molde	Herramienta que le da forma a la probeta durante el proceso de curado. Molde hecho por la Universidad Pontificia Bolivariana.	 Figura 4: Molde de probetas.
Prensa térmica	Herramienta que comprime y calienta el molde a una presión y temperatura determinada. Marca Carver laboratory press, referencia 6898-5.	 Figura 5: Prensa térmica.
Polimul	Implementado sobre el molde como agente desmoldeante. Marca Coerresinas.	 Figura 6: Desmoldeante polimul.

Báscula electrónica	Herramienta utilizada para el cálculo de las cantidades de material necesarias. Marca <i>AE adam</i> , referencia AQT 1500.	 Figura 7: Báscula para medición de cantidad.
Calorimetría diferencial de barrido, Dsc	Máquina que permite monitorear el curado de las resina. Marca <i>TA Instruments</i> , referencia DSCQ2000.	 Figura 8: Máquina para ensayo DSC.
Torno	Máquina útil para refrentar y achaflanar los pines de acero. Marca <i>EMCO</i> , modelo super 11.	 Figura 9: Torno para refrentar y achaflanar pines.
Maquina universal de ensayos	Máquina de ensayo universal, para realizar las pruebas de tracción y flexión. Marca <i>Instron</i> referencia 5582.	 Figura 10 : Máquina para ensayos de tracción y flexión.

Ruteadora	Máquina útil para cortar las probetas de las galletas. Marca <i>Ruijie</i> , referencia RJ-1325 AZ.	 Figura 11: Máquina para cortar probetas.
Estéreo microscopio	Instrumento necesario para tomar las imágenes a probetas ensayadas a una escala mayor de observación. Marca <i>Canon Eos rebel</i> , referencia T5i.	 Figura 12: Instrumento necesario para tomar imágenes.
Microscopio óptico.	Instrumento necesario para tomar las imágenes a muestras a una escala mayor. Marca <i>Olympus</i> , referencia GX41.	 Figura13: Microscopio óptico para tomar imágenes.

Tribómetro	Instrumento necesario para desarrollar pruebas tribológicas. Fabricado por Ingeniería equipos y suministros.	 Figura 14: Máquina para ensayo pin disco.
------------	--	---

2.3 ELABORACIÓN DE PROBETAS

A continuación se enumeran las acciones desde la elaboración de las probetas hasta justo antes de la realización de los ensayos. Previo a esto es necesario considerar lo siguiente:

2.3.1 LIMPIEZA INICIAL

Antes de comenzar, se debe realizar una inspección y limpieza a los siguientes implementos, utensilios, y máquinas: Prensa térmica, recipiente (limpieza exhaustiva), moldes (limpieza exhaustiva), balanza densimétrica, cuchara, aspas del batidor eléctrico y recipientes que contendrán los elementos de la mezcla.

2.3.2 MEZCLADO

2.3.2.1 MEZCLADO 1

Se vierten 65 g de resina sobre el recipiente, el cual se encuentra sobre la balanza electrónica, que previamente fue modificada para descartar la masa del recipiente. A continuación se adiciona 1.5% de

la masa del poliéster en Mek y se procede al mezclado por aproximadamente 2 min.

2.3.2.2 MEZCLADO 2

A la mezcla 1 se agrega la concentración de fibras de banano.

Se utiliza el batidor eléctrico para mezclar la mezcla 1 con la fibra de banano por un tiempo aproximado de 5 minutos, bajo el criterio de observación visual, donde al observar el color en las fibras de banano (tono más oscuro puesto que esta humedecido con la resina) se puede concluir que la mezcla 2 está lista para su uso.

2.3.3 PREPARACIÓN DEL MOLDE

El molde consta de 3 partes como se ilustra en la figura 15.

- Macho: Se agrega una generosa capa de polimul en el área superficial que conforma el molde y posteriormente es necesario agregar 3 capas de teflón en la superficie perpendicular al área superficial.
- Hembra: Se agrega una generosa capa de polimul sobre toda su área.

A continuación se sobrepone la hembra sobre uno de los machos y se hace presión hasta que encajen perfectamente.

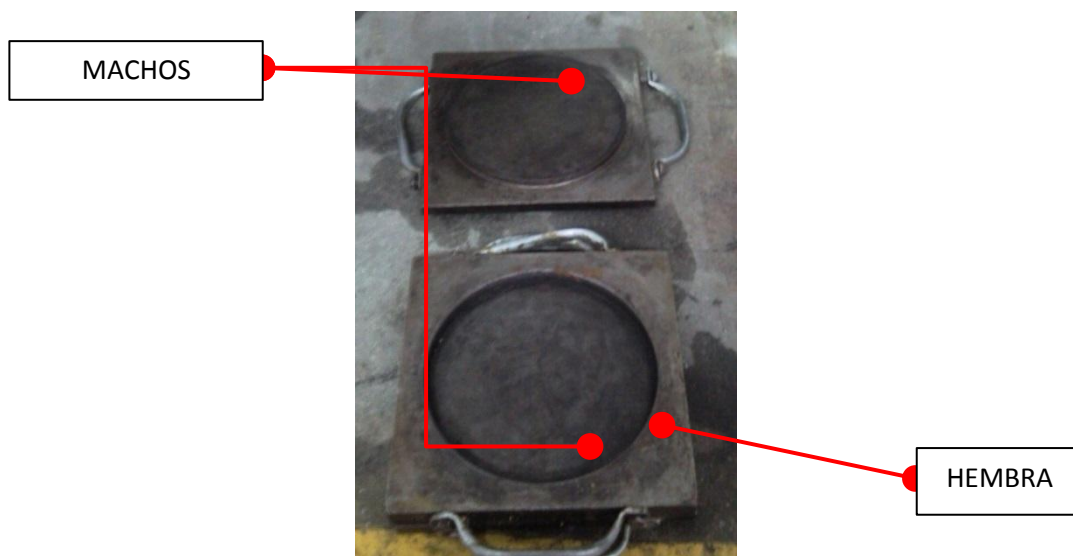


Figura 15: Molde para prensado en caliente.

2.3.4 AGREGADO DE LA MEZCLA 2 EN EL MOLDE

Se depositan pequeñas cantidades de la mezcla 2 partiendo de los extremos hasta llegar al centro del molde. A continuación uniformemente se distribuye la mezcla 2 desde los extremos hasta el centro, siendo este un proceso casi artesanal puesto que la correcta dispersión de la mezcla sobre el molde depende de la destreza de quien realiza la acción. En la figura 16 se presentan detalles de la muestra.



Figura 16: Agregado del mezclado 2 en el molde.

2.3.5 SELLADO DEL MOLDE

Una vez la mezcla 2 está esparcida en el molde se procede a colocar el otro macho y sellar, para ello se utilizan prensas tipo C en cada extremo del molde (macho-hembra-macho) y se ajustan lenta y homogéneamente hasta que el molde quede totalmente cerrado.

2.3.6 PRENSADO Y CALENTAMIENTO DEL MOLDE

Se ubica el molde sobre la prensa, previamente calentada a una temperatura de aproximadamente 100 °C. Se calibra con un nivel de gota el conjunto prensa-molde evitando desniveles. A continuación se comprime la prensa hasta los 1000 psi y se deja el sistema en ese estado por 1 h. En la figura 17 se aprecia un detalle del composite final, y que en algunas partes del presente texto se conoce como galleta.



Figura 17: Muestra principal “galleta”.

2.4 DESIGNACIÓN A CADA MATERIAL

Cada material se designó con un nombre respectivo, ver tabla 3

Tabla 3 : Nomenclatura designada para cada material

Abreviatura	Descripción de la muestra
SN	Resina C859 sin inclusión de nano fibras y sin refuerzo
CN ó CN-0	Resina C859 con inclusión de nano fibras y sin refuerzo
CN-10	Resina C859 con inclusión de nano fibras y con un 10 % de refuerzo
CN-20	Resina C859 con inclusión de nano fibras y con un 20 % de refuerzo

CN-30	Resina C859 con inclusión de nano fibras y con un 30 % de refuerzo
-------	--

2.5 CORTE DE PROBETAS Y PINES PARA LAS PRUEBAS TRIBOLÓGICAS Y MECÁNICAS

Las probetas principales “galletas”, fueron sometidas a corte utilizando una ruteadora (ver figura 18), con el fin de conseguir las muestras para tracción, flexión y tribológico cuyas dimensiones las podemos ver en la figura 19. Todo este proceso se hace con la ayuda de un técnico especializado en el manejo de la máquina.

En las figuras 20, 21 y 22 podemos ver como quedaron las probetas después de realizar dicho corte y como quedan listas para realizar sus respectivas pruebas.

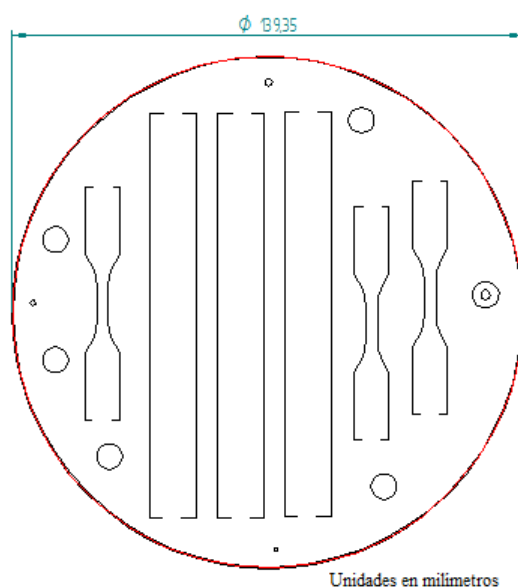


Figura 18: Vista superior probeta 1 “galleta” antes del corte.

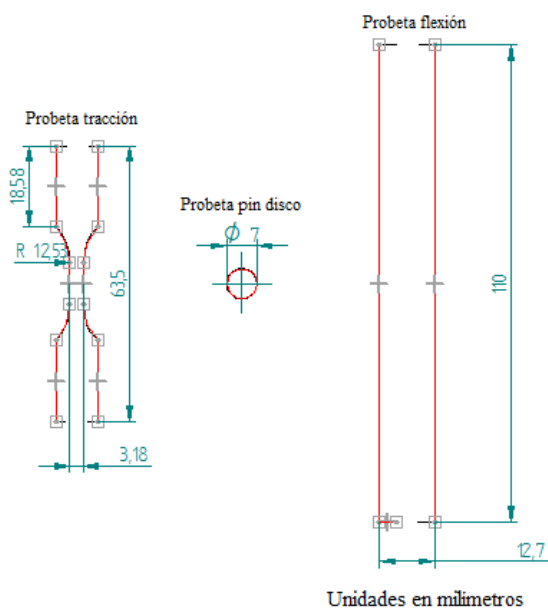


Figura 19: Medidas de las probetas para ensayos.



Figura 20: Probetas para ensayo de flexión después del corte.



Figura 21: Probetas para ensayo de tracción después del corte.

2.5.1 CORTE Y PEGADO DE PINES

Se cortan pines de acero 1020 con aproximadamente 2 cm de largo y aproximadamente 7 mm de diámetro, tras ser cortados en la máquina cortadora, el siguiente paso es refrentarlos en el torno (ver figura 9), los cuales posteriormente se les hace un chaflán en la misma máquina. Una vez obtenidos los pines metálicos y las

probetas 4, ambas se unen con un pegamento (pega loca), para cada material se sacó aproximadamente 10 probetas, con 7 pines metálicos, para hacer las pruebas tribológicas. Detalles de las muestras se aprecian en la figura 22.



Figura 22: *Probetas para ensayos tribológicos después del corte.*

2.6 ENSAYO DSC

La calorimetría diferencial de barrido (DSC, en inglés *Differential Scanning Calorimetry*) permite el estudio y el análisis de la variación entálpica producto de procesos térmicos, por ejemplo determinación de calores específicos, puntos de ebullición y fusión, pureza de compuestos cristalinos, entalpías de reacción y determinación de otras transiciones de primer y segundo orden[20].

La temperatura de trabajo de un polímero varía entre $-195,80\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $600,00^{\circ}\text{C}$, razón por la cual es la técnica usada en los polímeros puesto que todas las transiciones térmicas de los polímeros están en este intervalo[20].

Existen dos tipos para obtener un DSC[20]:

- DSC de potencia compensada. la muestra y el material de referencia se calientan mediante calentadores separados aunque sus temperaturas se mantienen iguales mientras las temperaturas se aumentan (o disminuyen) linealmente.
- DSC de flujo de calor. Se mide la diferencia de cantidad de calor de la muestra y de la referencia cuando la temperatura de la muestra se aumenta (o disminuye).

La muestra se toma justo después de realizada la mezcla, a continuación se pesó dentro de la probeta específica de la máquina y se procede con el ensayo, para el cual se necesita personal que tenga conocimientos sobre el manejo de la máquina. La prueba se realizó bajo atmósfera de nitrógeno y con una velocidad de calentamiento de 10 °C /min, las muestras tuvieron un peso aproximado de 10 mg. Para el desarrollo del ensayo se emplearon cápsulas cerradas.

2.7 ENSAYO DE TRACCIÓN

Es un método estandarizado mediante la norma ASTM D638- 10, el cual permite realizar pruebas con el fin de obtener información acerca de las propiedades mecánicas de los materiales sometidos a tracción como el módulo elástico, la deformación por tracción, y el esfuerzo de tracción. La norma explica en su totalidad los requerimientos para la realización de la prueba. Con base en dichos requerimientos, la geometría de la probeta fue recreada virtualmente en *solid edge st7*, con el fin de realizar el corte de las probetas con la máquina ruteadora.

El ensayo fue realizado a una temperatura ambiente (25 °C), con una celda de carga de 30 kN y a una velocidad de ensayo de 1mm/min; se

realizaron 5 ensayos por cada muestra en donde la medida promedio de cada probeta era de 63 mm de largo por 6 mm de ancho.

Para la realización de los ensayos se utilizó la máquina *INSTRON*, la cual es propiedad de la Universidad Pontificia Bolivariana, ubicada en el bloque 8.

2.8 ENSAYO DE FLEXIÓN

Este método de ensayo arroja o determina propiedades de flexión como resistencia a la fluencia y módulo de fluencia, para plásticos reforzados en forma de barras rectangulares moldeadas o cortadas de hojas[21]. Este tipo de ensayo es aplicable tanto en materiales rígidos como semirrígidos[21].

Para realizar este método se midieron las dimensiones de cada probeta (5 por cada material) dando por resultado un promedio de ancho 12,72 mm y de espesor 3,41 mm.

Luego se encontró la velocidad de ensayo 14,8 mm/m basándonos en la norma ASTM D790- 10 (procedimiento B), con estos datos programamos la máquina *INSTRON*, la cual es propiedad de la Universidad Pontificia Bolivariana, ubicada en el bloque 8.

La máquina nos arrojó resultados de las propiedades mecánicas como: módulo elástico, esfuerzo por flexión, deformación por flexión y energía de deformación. Las cuales son importantes para nuestra investigación. En la figura 23 se presenta un detalle del ensayo.



Figura 23: Probeta en ensayo de flexión.

2.9 ENSAYO TRIBOLÓGICO

Para caracterizar las propiedades tribológicas como el desgaste específico y el coeficiente de fricción se hizo la prueba pin disco, la cual busca el desgaste de un material en contacto con otro, gracias a un movimiento relativo entre ambos[22].

Esta prueba requiere dos especímenes:

- Pasador de punta redonda: se coloca perpendicular, por lo general a un disco circular plano[22].
- Una pelota: se utiliza a menudo como la muestra de los pines. La máquina de prueba hace girar alrededor del centro del disco la muestra del disco o la muestra de pasador, para cualquier caso la trayectoria de deslizamiento es un círculo en la superficie del disco [22].

Esta prueba consiste en poner a girar un disco a una velocidad dada durante un periodo de tiempo establecido. La muestra del material que está en un pin es sujeta por el tribómetro, la cual se pone en contacto con el disco giratorio a una distancia determinada del centro del sistema. Esta fricción que se da entre los dos cuerpos genera una fuerza tangencial que es medida por una celda de carga, la cual es la encargada de enviar los datos a un programa de computador, el cual almacena los datos. En la figura 24 se presenta un detalle del equipo empleado.

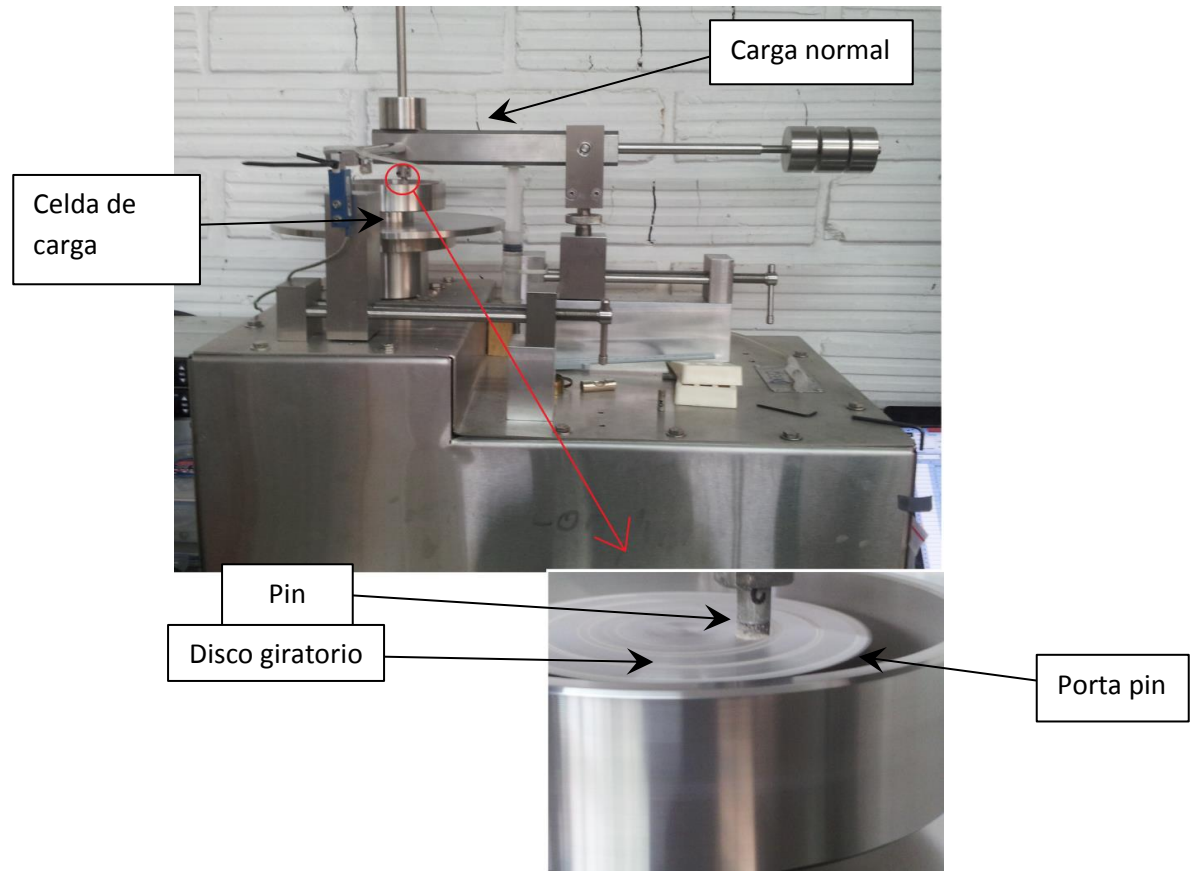


Figura 24: Tribómetro para prueba pin disco.

La realización de la prueba se hizo bajo la norma ASTM G99-05. En el ensayo se utilizó un disco giratorio de acero 1040 con una carga normal de 0,5 kg (4,905 N), la velocidad se varió de acuerdo a la distancia entre el pin y el centro del sistema (ver tabla 4).

Cada ensayo tuvo una duración de 15 min y un recorrido de 3000 m.

Tabla 4: *Parámetros para realización de la prueba pin disco*

RADIO [mm]	Velocidad [rpm]	Frecuencia [HZ]
33	964,5754	16,0763
25	1273,2395	21,2207
16	1989,4368	33,1573

Esta prueba nos arrojó el desgaste y el la fuerza de fricción, con estos datos y la fórmula 1 y fórmula 2 se encontraron el desgaste específico y el coeficiente de fricción.

$$\text{Desgaste específico} = \frac{\text{desgaste} * \text{carga normal}}{\text{recorrido}} \quad \text{Fórmula 1}$$

$$\text{Coeficiente de fricción} = \frac{\text{fuerza de fricción}}{\text{fuerza normal}} \quad \text{Fórmula 2}$$

2.10 MICROGRAFÍAS

Analizar la potencial formación de aglomerados a escala micrométrica de las nanofibrillas de celulosa al interior del poliéster insaturado, se realizaron imágenes microscópicas de las dos resinas utilizando un microscopio marca *Olympus* (ver figura 14) con un aumento de 40x. De igual forma se tomaron imágenes para mirar si existe aglomeración de fibras de banano en los diferentes compuestos desarrollados y obtener indicios sobre la adhesión entre el reforzante y la matriz. Estas imágenes se tomaron con una cámara profesional marca *CANON* (ver figura 12) con un aumento variable.

CAPÍTULO 3. ANÁLISIS DE RESULTADOS

En este capítulo se muestran los resultados obtenidos en las pruebas realizadas, estas se hicieron para cumplir con los objetivos de esta investigación. Las pruebas determinaron propiedades térmicas, mecánicas y tribológicas, y finalmente, se realizaron imágenes por microscópicas para mirar estructuralmente los materiales desarrollados.

3.1 ANÁLISIS DSC

La figura 25 muestra el comportamiento del flujo de calor con la variación de la temperatura del poliéster insaturado sin la presencia de nanofibrillas de celulosa.

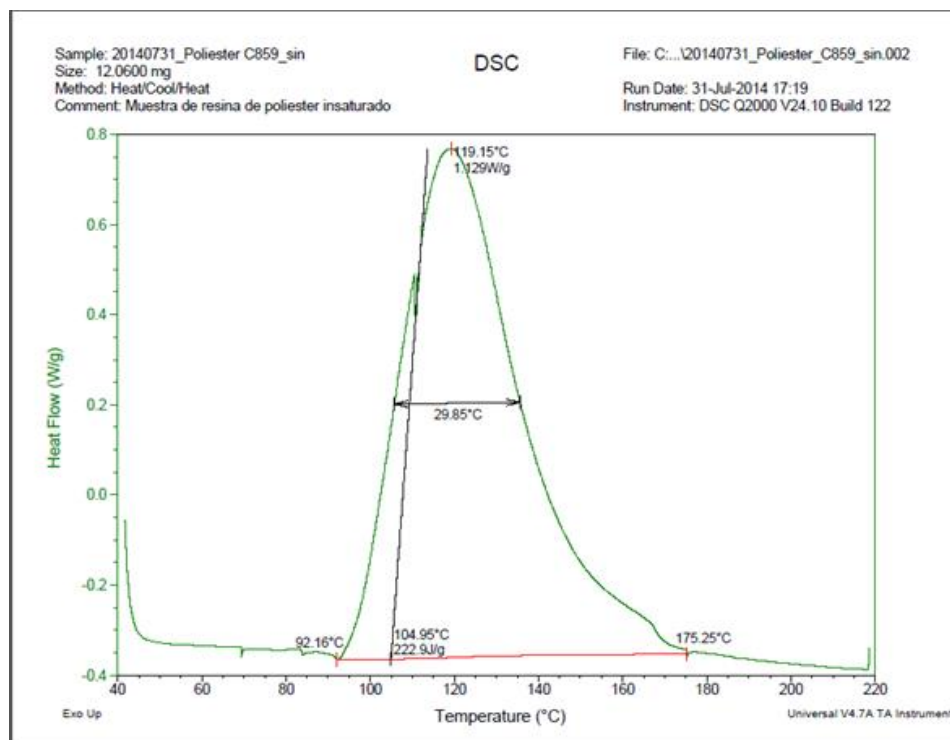


Figura 25: Calorimetría para muestra SN.

El proceso de curado ocurre entre los 92,16 °C y los 175,25 °C. El punto de máxima exotermia ocurre a 119,15 °C, donde se evidencia un aumento del flujo calórico de 222,9 J/g.

A partir de los 175,25 °C no se aprecian más cambios térmicos, indicando que las reacciones que dan lugar al endurecimiento a través del proceso de curado han concluido en mayor proporción.

La figura 26 muestra el comportamiento entálpico para el poliéster insaturado reforzado con nanofibrillas de celulosa como el pico exotérmico del material, que ocurre a 122,67 °C.

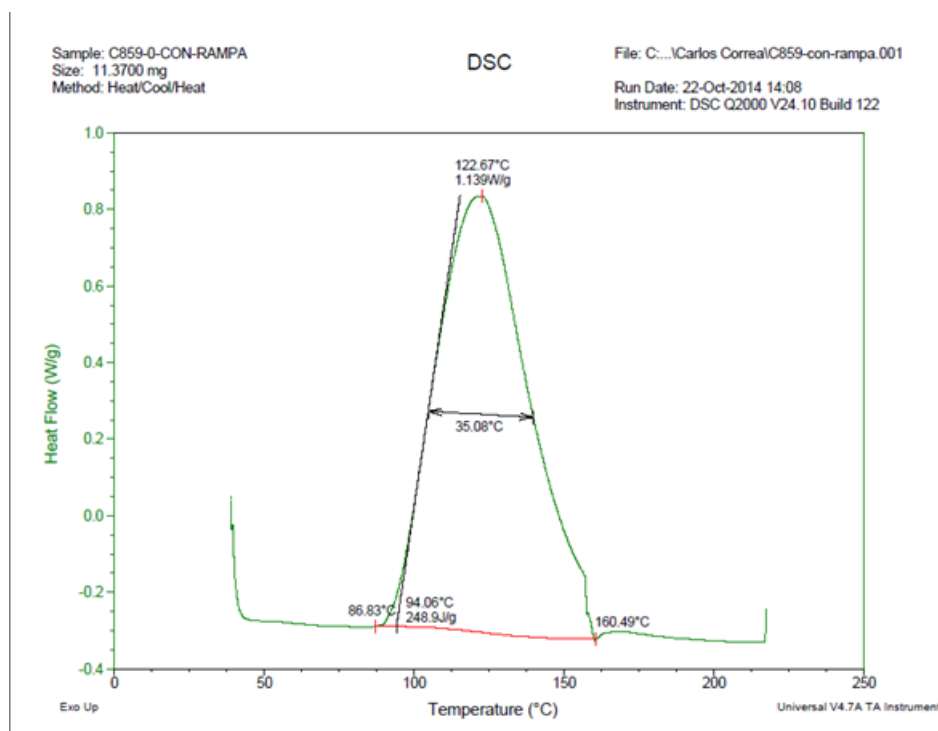


Figura 26: Calorimetría para muestra CN.

Entre los 94,06 °C y 160,49°C se da a lugar el proceso de curado, y se aprecia un aumento a 248.9 J/g en el flujo de calor.

A partir de los 160°C aproximadamente se hace notable la ausencia de cambios significativos en el flujo de calor de la muestra, indicando la finalización del proceso de curado.

De acuerdo con los anteriores resultados, se puede indicar que no existen al parecer cambios significativos en el desarrollo del curado de la resina debido a la presencia de las nanofibrillas de celulosa. Adicional a lo anterior, y considerando tanto los rangos de temperatura en los cuales tiene lugar el curado como las temperaturas o picos exotérmicos se ha comprobado que la temperatura de 100 °C es un valor apropiado para la fabricación de las probetas empleando ambos tipos de resinas.

3.2 ANÁLISIS PARA ENSAYOS DE TRACCIÓN

La figura 27 muestra los resultados de los ensayos de tracción para las diferentes muestras. De acuerdo con estos resultados, se aprecia un incremento leve cuando se le incluye las nanofibrillas de celulosa a la resina, pero cuando esta matriz es reforzada con las fibras de banano tiene un considerable decrecimiento entre CN y CN-20, seguido de una aparente nivelación en el esfuerzo máximo por tracción cuando se compara CN-20 y CN-30.

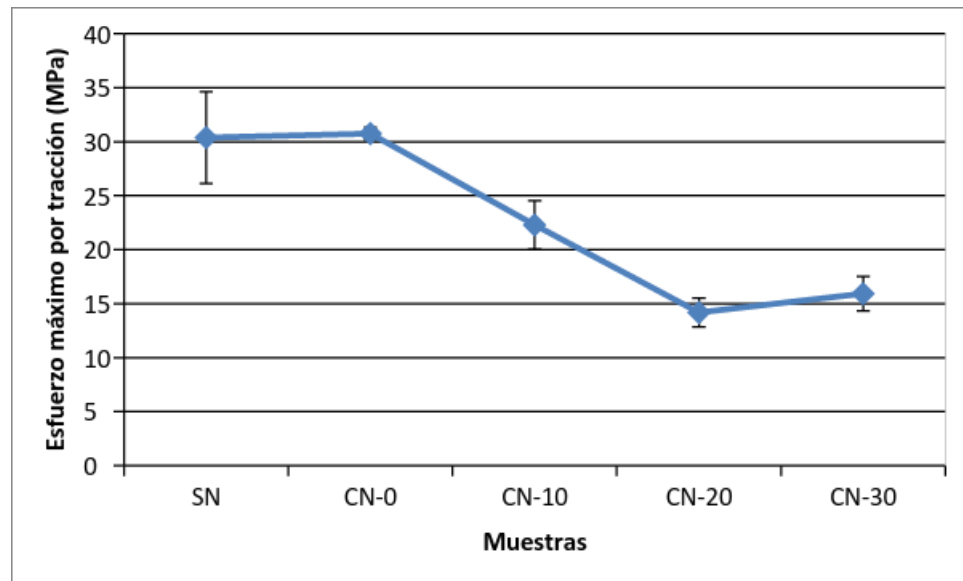


Figura 27: Resultados del esfuerzo máximo a tracción para diferentes muestras.

Con este comportamiento las nanofibrillas de celulosa no influyen significativamente en el esfuerzo máximo por tracción en el poliéster insaturado y con el aumento porcentual de las fibras de banano, baja significativamente el esfuerzo máximo por tracción con respecto a CN-0 y SN, algo importante en esta figura es que existe una relación matemática entre CN-10 y CN-20 puesto que presentan la misma pendiente decreciente ($y = -8,2825x + 38,972$).

La figura 28 muestra la variación en la deformación máxima por tracción respecto al porcentaje en peso de fibras de banano como reforzante, en ella vemos que reforzar el poliéster insaturado con nanofibrillas de celulosa bacteriana favorece la deformación máxima por tracción con un incremento aproximado de 2% respecto a SN. Caso

contrario ocurre con el incremento en porcentaje de fibras de banano, puesto que provoca una disminución en la deformación máxima por tracción de alrededor de 2% respecto a CN-0. Entre CN-10 y CN-30 se da un leve incremento porcentual.

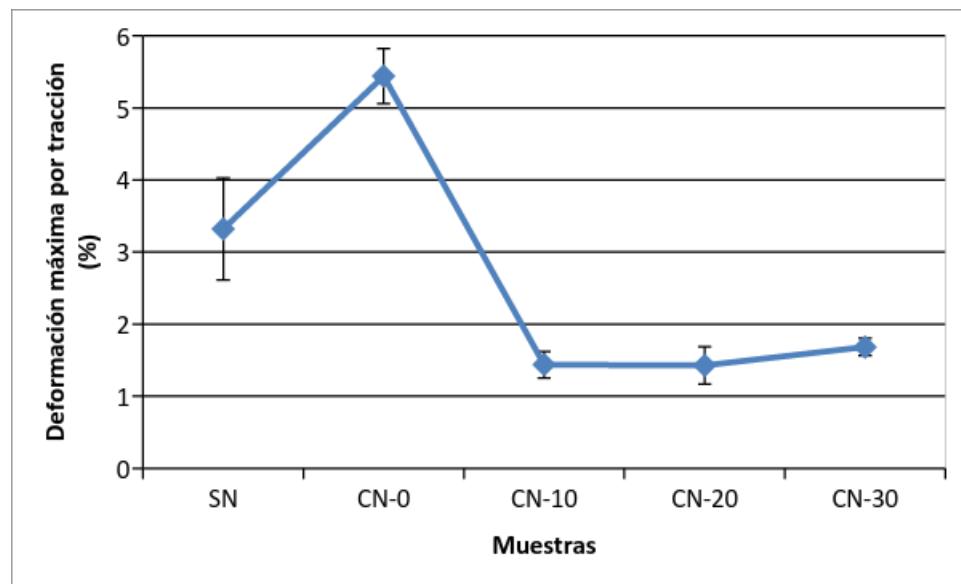


Figura 28: Resultados de la deformación máxima a tracción para diferentes muestras.

La figura 29 muestra una disminución del módulo elástico cuando el poliéster insaturado se refuerza con nanofibrillas de celulosa. Los picos y valle evidentes en la gráfica con el aumento porcentual de fibras de banano en el compuesto no parecen mostrar tendencia alguna, lo cual implica que sea incorrecto ejercer juicio alguno sobre la incidencia de las fibras de banano en cuanto al módulo elástico por tracción. Las nanofibrillas de celulosa influyen significativamente en el decremento

del módulo elástico en comparación al módulo elástico de SN. A medida que aumenta el porcentaje de fibras de banano, descartando estacionalidad puesto que dicho aumento porcentual no está sujeto a ninguna condición especial, hace imposible evidenciar alguna tendencia, por lo que reforzar con fibras de banano el compuesto CN-0 no arroja información concluyente en cuanto al módulo elástico.

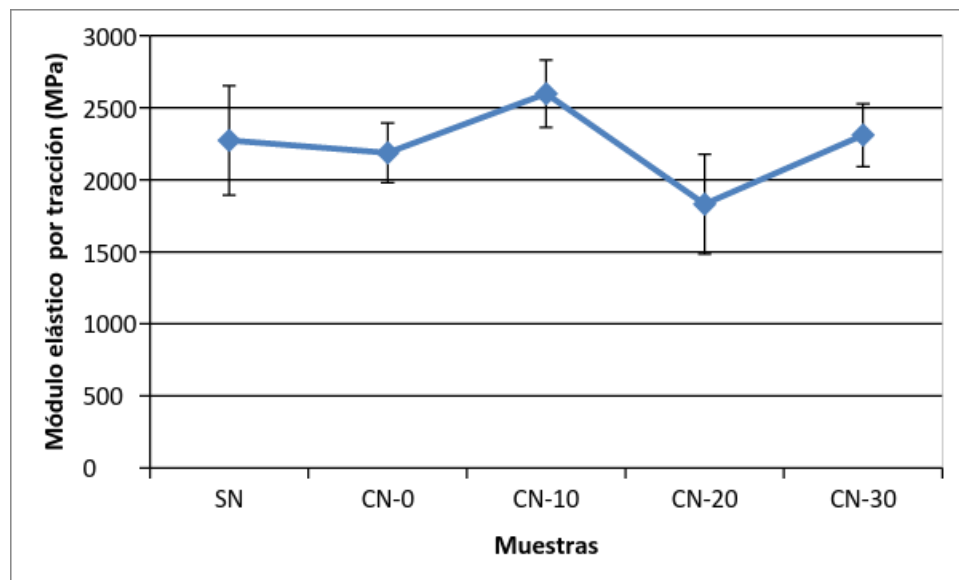


Figura 29: Resultados del módulo elástico a tracción para diferentes muestras.

La figura 30 vemos la energía de deformación de cada muestra, esto nos dice si la muestra es más tenaz o no y se calcula con la integral que hay debajo de la curva esfuerzo vs deformación. Se puede ver que la figura 30 comienza con una pendiente positiva y con una variación en la energía de deformación de 40 J aproximadamente, al comenzar a

reforzar con las fibras de banano la energía de deformación empieza a caer hasta llegar aproximadamente a 140 J, cuando se refuerza con el máximo porcentaje (30%), esta energía vuelve a recuperarse hasta llegar casi a un mismo valor que la muestra SN. La variación energética que muestra la figura 30 (desde SN hasta CN-30) es mínima, por lo que el aumento porcentual de las fibras de banano no influye significativamente en la energía de deformación del poliéster insaturado.

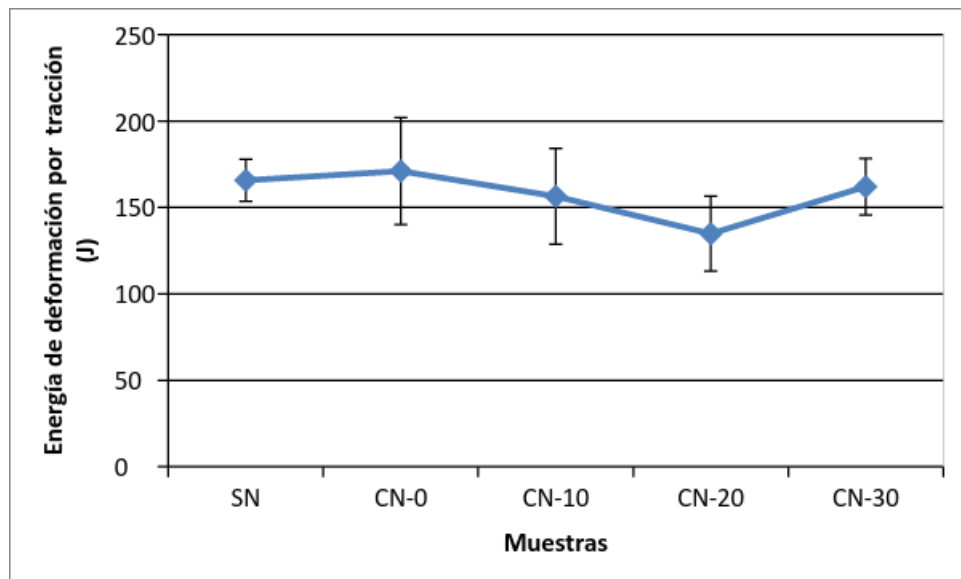


Figura 30: Resultados de la energía de deformación a tracción para diferentes muestras.

3.3 ANÁLISIS DE ENSAYOS A FLEXIÓN

La figura 31 muestra la variación del esfuerzo máximo por flexión respecto a cada material, en ella observamos un incremento significativo cuando el poliéster insaturado se refuerza con nanofibrillas de celulosa. Por otro lado, a medida que aumenta la concentración de fibras de

banano en el compuesto se hace evidente un significativo decremento en el esfuerzo máximo por flexión, hasta llega a un punto de estabilización de alrededor de 41 MPa, cuya diferencia entre CN-20 y CN-30 con CN es de aproximadamente 30 MPa, mientras que con SN es de 6 MPa aproximadamente. La nanocelulosa resulta ser un agente reforzante, el cual aumenta significativamente la deformación máxima por flexión en el poliéster insaturado.

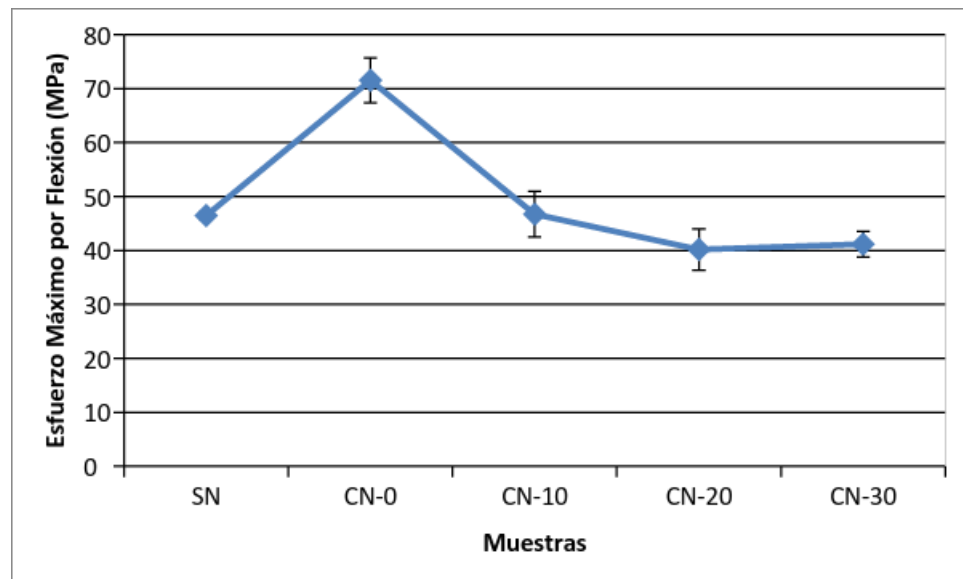


Figura 31: Resultados del esfuerzo máximo a flexión para diferentes muestras.

A partir de CN-10 se hace evidente una estabilización en la variación del esfuerzo máximo por flexión con el incremento en el porcentaje de fibras de banano, cuya tendencia muestra una pendiente que tiende a 0.

En la figura 32 vemos como se tiene un aumento en el esfuerzo máximo por flexión a medida que empieza aparecer la nanofibrillas de celulosa y a aumentar el porcentaje de reforzante, si comparamos con la figura 31 es lógico gracias a que a medida de que el esfuerzo sea mayor, la deformación tiende a ser menor ya que al ver la gráfica de esfuerzo vs deformación a mayor pendiente es mayor el esfuerzo y menor la deformación. Con lo anterior se concluye que el material con menor pendiente es CN-30 y el de mayor será el CN-0.

La desviación que se tuvo en esta gráfica fue buena a pesar de que se nota que la del CN-20 esta alta, aunque se verifica que está por debajo del límite permitido.

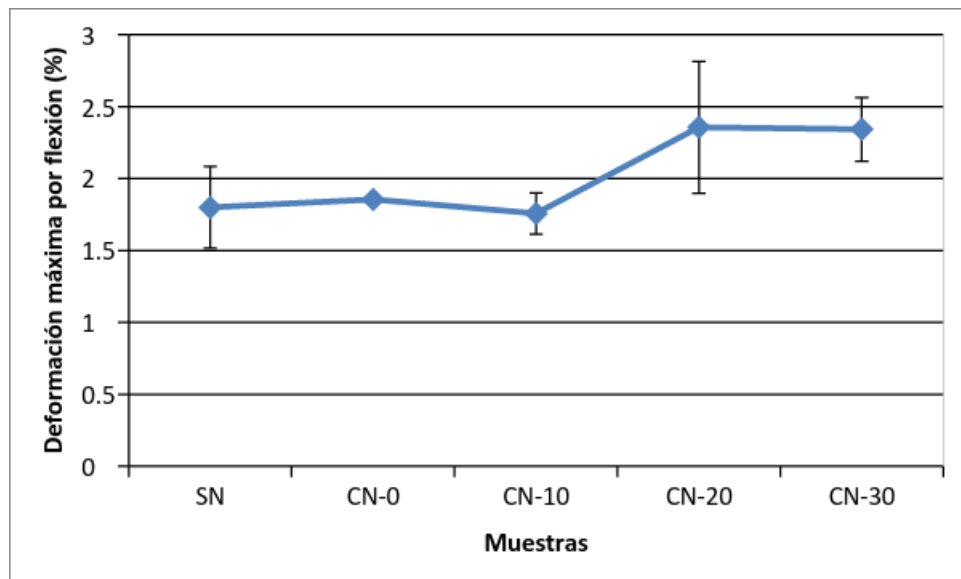


Figura 32: Resultados de la deformación máxima a flexión para diferentes muestras.

Lo que vemos en la figura 33 es el módulo elástico que nos arrojó la prueba, vemos como la inclusión de la nanofibrillas hace caer el módulo elástico alrededor del 11% con respecto a SN. Al reforzar con las fibras de banano, como se aprecia en la muestra CN-10, se recupera un poco pero no tanto para ser superior al original de la resina. Este módulo cae alrededor de un 70% cuando se sigue aumentando el porcentaje de refuerzo, lo que nos quiere decir que a la hora de la elaboración del compuesto puede haber problemas de adhesión, ya que es normal que los refuerzos aumenten el módulo elástico de la matriz y en este caso no sucedió.

La desviación que se tuvo en esta prueba estuvo dentro de lo permitido (menor o igual al 20%), aunque si están algunas altas siempre están por debajo de lo máximo permitido para unas pruebas experimentales.

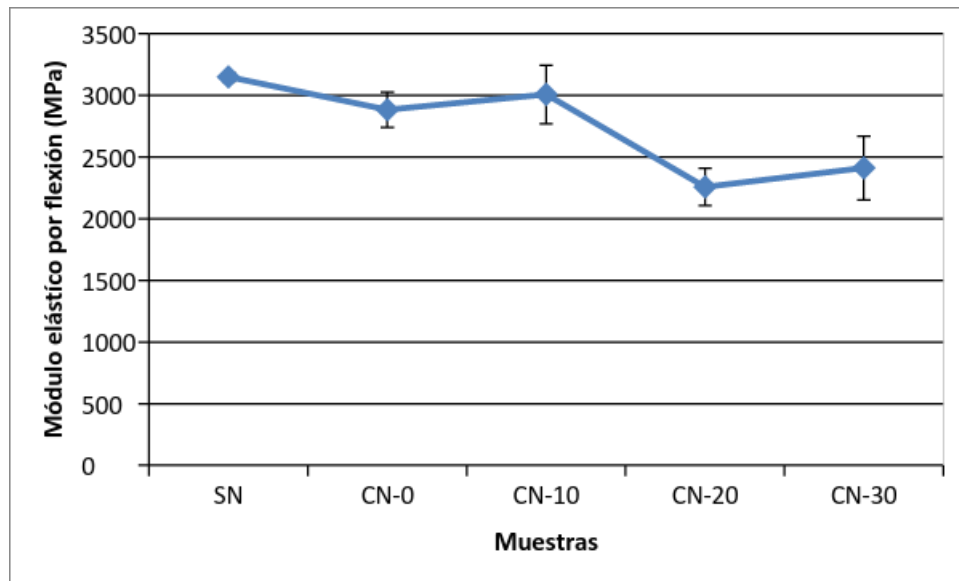


Figura 33: Resultados del módulo elástico a flexión para diferentes muestras.

En la figura 34 vemos la energía de deformación de cada muestra, esto nos dice si la muestra es más tenaz o no y se calcula con la integral que hay debajo de la curva esfuerzo vs deformación, lo que vemos en la figura 34 es que el material más tenaz es CN-30, esta gráfica se puede comparar con la figura 32 y la figura 33 ya que podemos ver la coherencia que hay entre los primeros datos y estos.

Ya que a menor pendiente y mayor deformación, hay mayor área debajo de la curva, lo que nos concluye que el material es más tenaz.

La desviación que se tuvo es alta y está limitada a lo máximo permitido, pero es aceptable gracias a la coherencia de los datos.

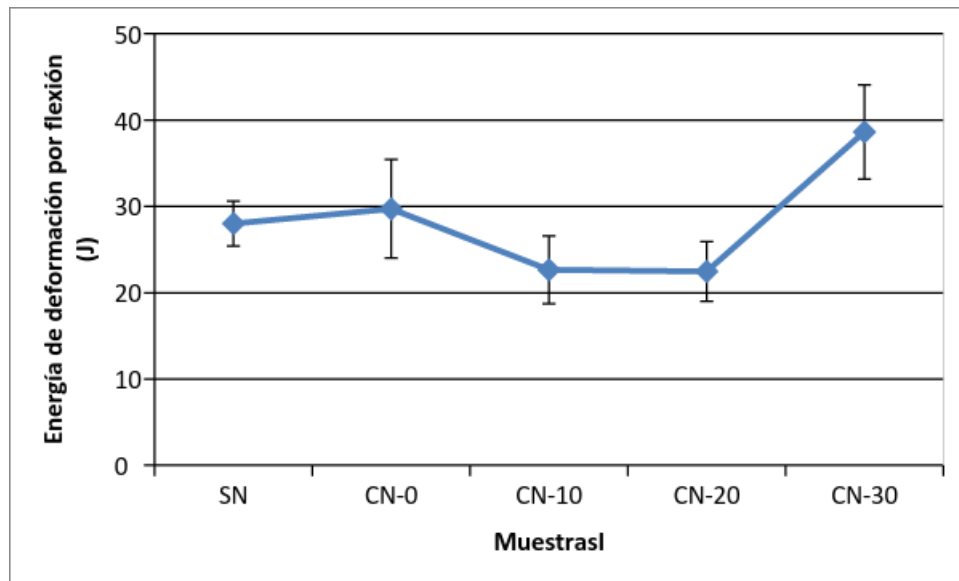


Figura 34: Resultados de la energía de deformación a flexión para diferentes muestras.

3.4 ANÁLISIS TRIBOLÓGICO

Como podemos ver en la figura 35 se muestra el desgaste que se tuvo en los diferentes materiales después de haber realizado la prueba pin disco. En la figura 35 se muestra que al incluir la nanofibrillas de celulosa a la resina sin reforzar el desgaste fue alrededor de un 14% menor a la original, lo que nos habla muy bien de las nanofibrillas de celulosa.

Al empezar a reforzar el material vemos como el desgaste empieza a aumentar tanto que sube alrededor de un 2% respecto al poliéster original, lo que quiere decir que las fibras poco contribuyen a mejorar el desgaste en la resina. Incluso se aprecia que el comportamiento mejora con la sola presencia de las nanofibrillas de celulosa.

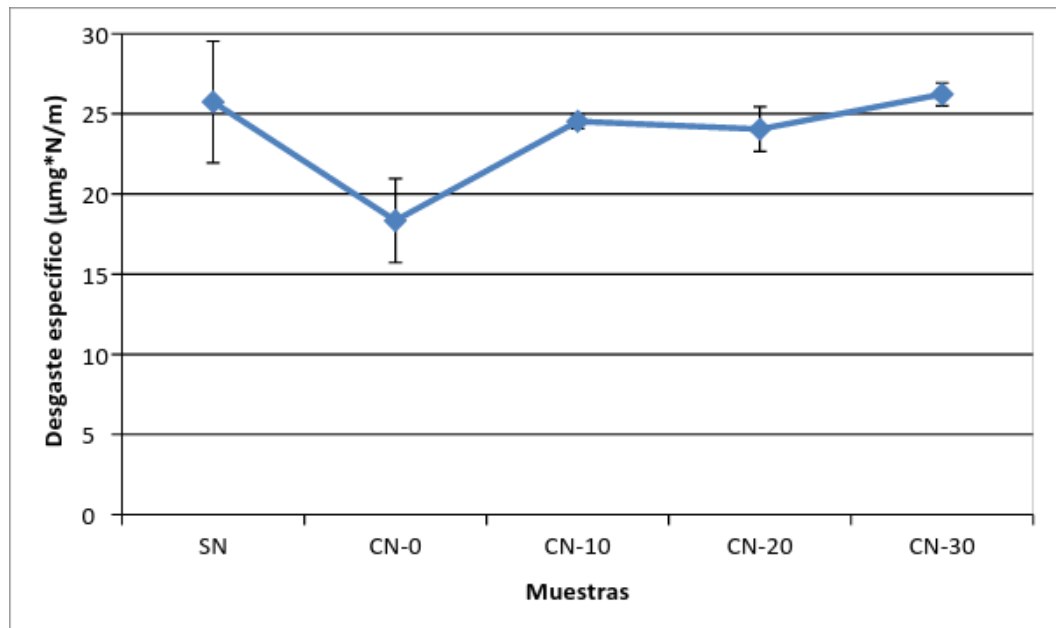


Figura 35: Desgaste de los materiales.

La figura 36 nos muestra el comportamiento del coeficiente de fricción en el tiempo para cada material. En ella vemos como la resina sola (SN) tiene un comportamiento variable entre 0,80 y 0,92 aproximadamente, después cuando hacemos la inclusión de las nanofibrillas de celulosa (CN) el valor se reduce y varía entre 0,55 a 0,62. Cuando empezamos a reforzar el material con las fibras de banano (CN-10, CN-20, CN-30), el coeficiente tiende a mejorar un poco, pues ya como vemos tiene una variación entre 0,58 a 0,70 aproximadamente, lo que nos quiere decir que las fibras contribuyen a recuperar un poco ese coeficiente.

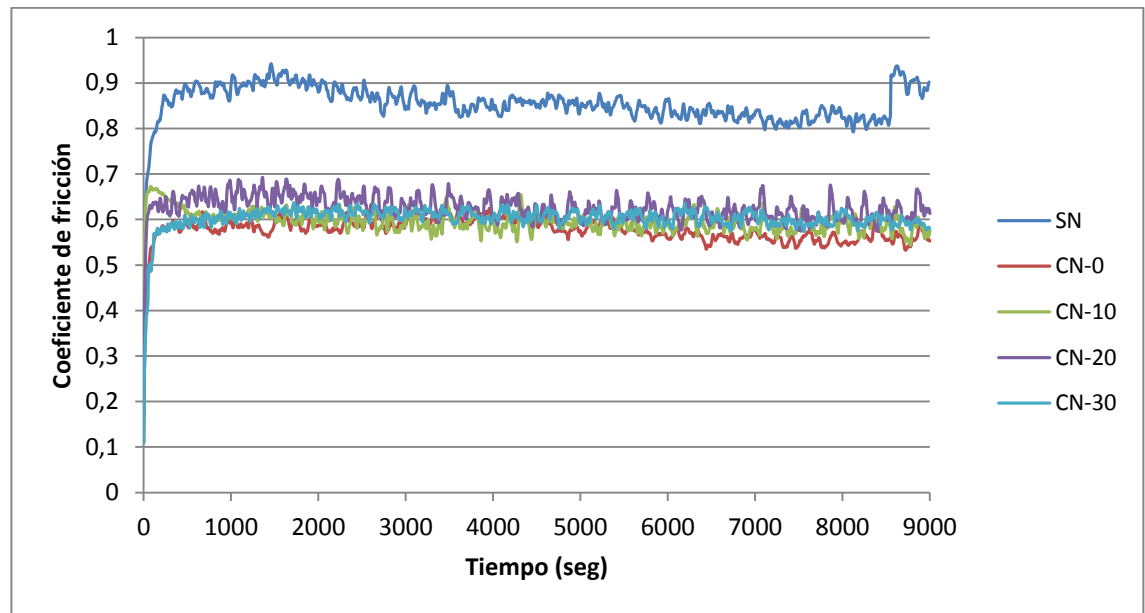


Figura 36: Comportamiento del coeficiente de fricción con respecto al tiempo para diferentes muestras.

Las oscilaciones que se dan son normales pues ya que se utiliza una celda de carga y esta puede capturar ruidos, vibraciones, etc.; pero ya cuando se dan picos altos es para preguntarnos qué ha pasado allí. Un ejemplo es el caso del CN-20 donde se observan picos altos, estos picos se dan por que a la hora de hacer la prueba el material más duro en este caso el disco giratorio va arando el material más blando que en nuestro caso es el material CN-20, esto genera un tercer cuerpo o más bien llamado dibris, cuando este tercer cuerpo llega a salir del área entre el disco giratorio y el pin genera una fuerza mayor; en otras palabras estos picos altos se da por un fenómeno en la tribología llamado *Stick-Slip* y ocurre cuando el coeficiente de fricción estática entre dos superficies es mayor que el coeficiente de fricción cinemática[23].

Hay algo interesante en la figura 36 y es que a medida de que el porcentaje de reforzante fue aumentando el comportamiento del coeficiente se volvía más lineal, esto lo podemos ver comparando las gráficas del CN-0 con CN-30 en donde vemos que el último materia con el mayor refuerzo tiene el coeficiente de fricción más lineal que se tuvo en todas las pruebas.

La figura 37 nos muestra como baja el coeficiente de fricción en CN con respecto a SN, esto puede ser gracias a que la inclusión de nanofibrillas de celulosa ayude a mermar dicho coeficiente. Con la inclusión de las fibras de banano la variación en el coeficiente de fricción es tan pequeña que se puede decir que dicha fibras no afectan el coeficiente de fricción en el material compuesto.

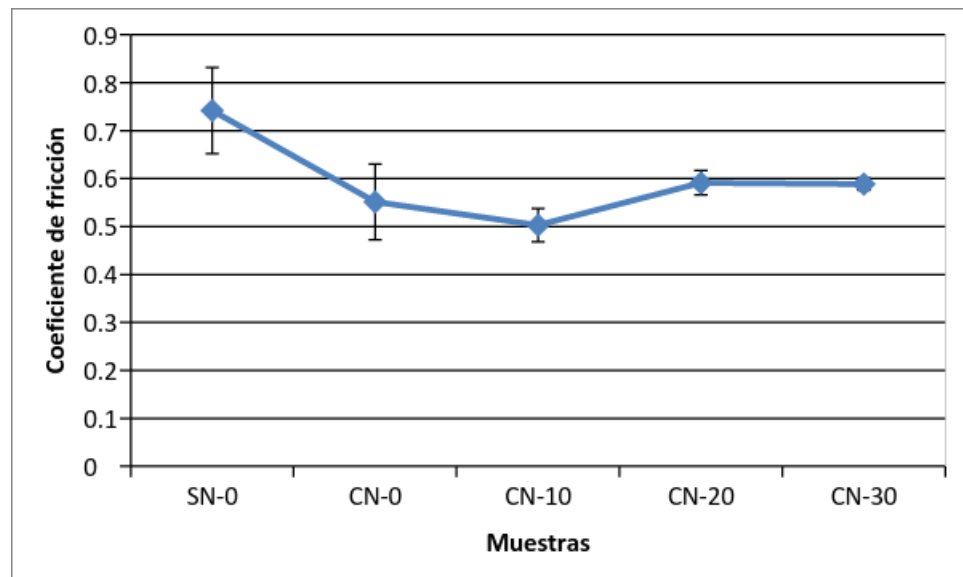


Figura 37: Coeficiente de fricción en las muestras.

3.5 ANÁLISIS DE LAS MICROGRAFÍAS

3.5.1 REALIZADAS A RESINAS

Para determinar si la resina tenía aglomeración de nanocelulosa se tomaron unas imágenes microscópicas para descartar dicho problema. Estas fueron tomadas de muestra de ambas resinas (SN, CN) y con un aumento de 40x, en las figuras 38 y 39 podemos ver dichos resultados.

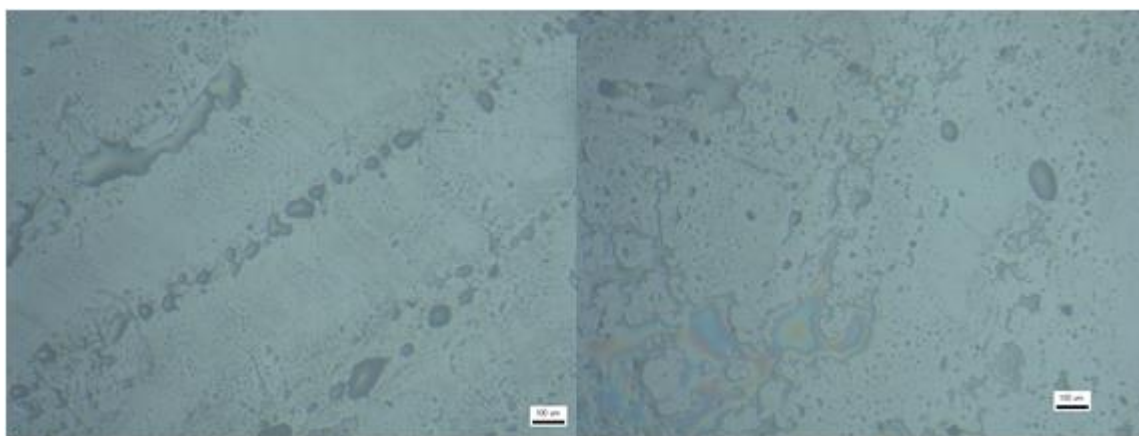


Figura 38: Fotos tomadas a muestras de SN.

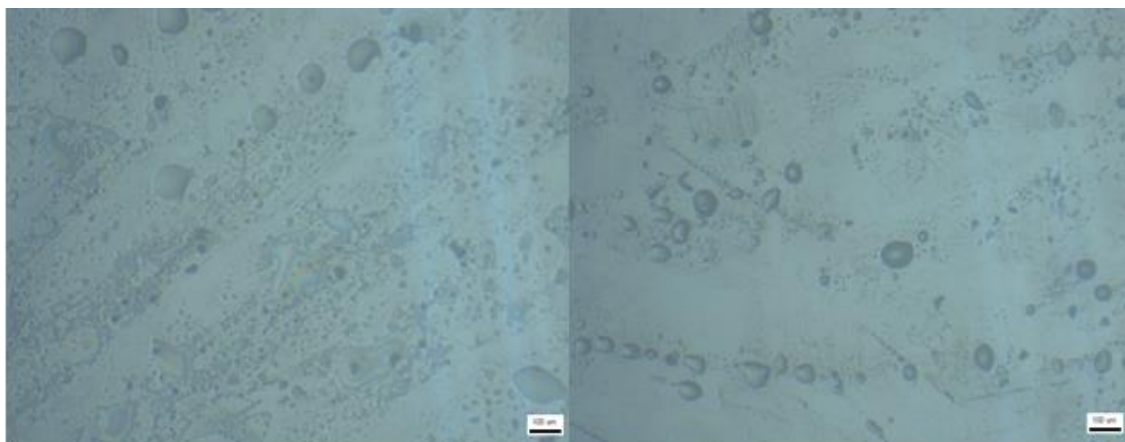


Figura 39: Fotos tomadas a muestras de CN.

Al comparar las figuras 38 y 39 no se divisaron diferencias entre ellas, mucho menos se aprecian aglomeraciones de nanofibrillas de celulosa en la muestra CN, lo que nos quiere decir que la nanofibrillas de celulosa tienen una buena dispersión en el poliéster insaturado a escala microscópica.

3.5.2 REALIZADAS A MATERIALES COMPUESTOS

Después de ver los resultados de todas las propiedades mecánicas, se definió tomar unas imágenes microscópicas en la cual se pueda ver la zona de fractura de cada material, éstas se hicieron con las probetas del ensayo de tracción y con escalas variables, a continuación mostraremos los diferentes resultados (ver figura 40 a 44).

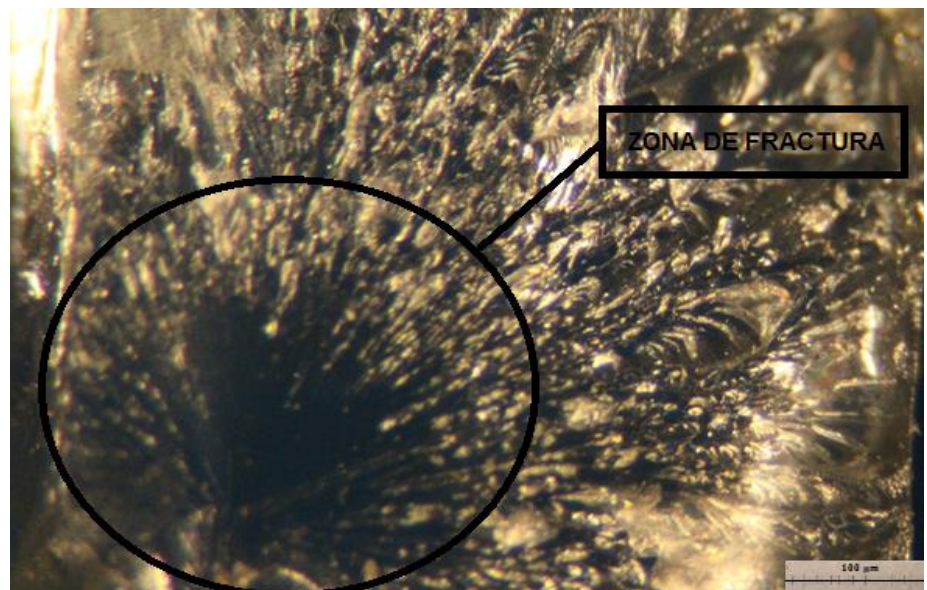


Figura 40: Imagen tomada a probeta de SN.

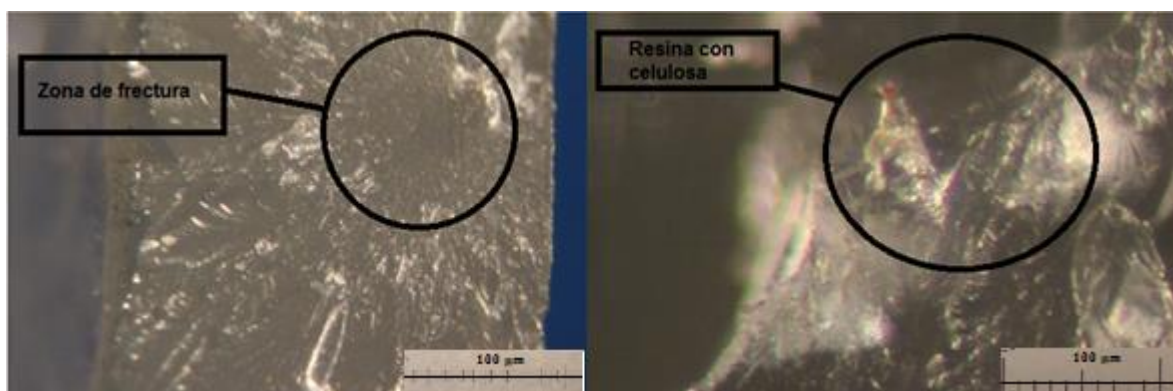


Figura 41: Imagen tomada a probeta de CN.

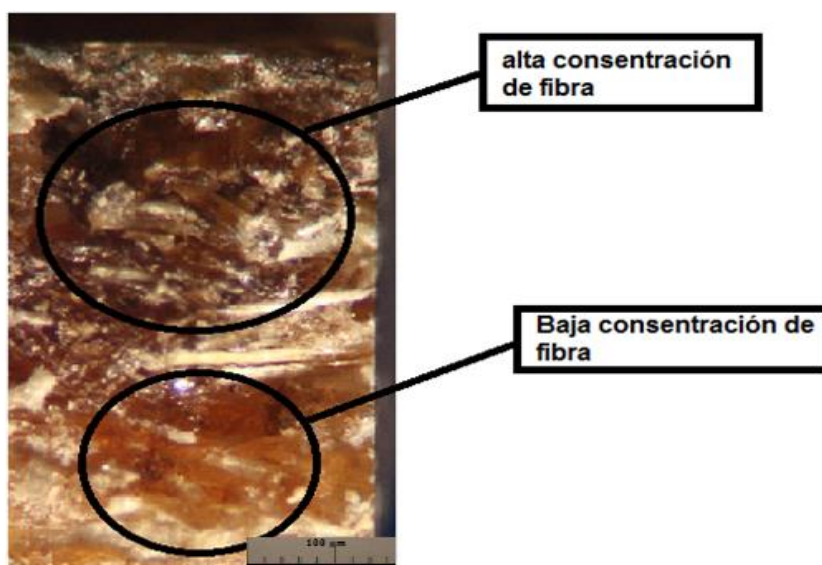


Figura 42: Imagen tomada a probeta de CN-10.

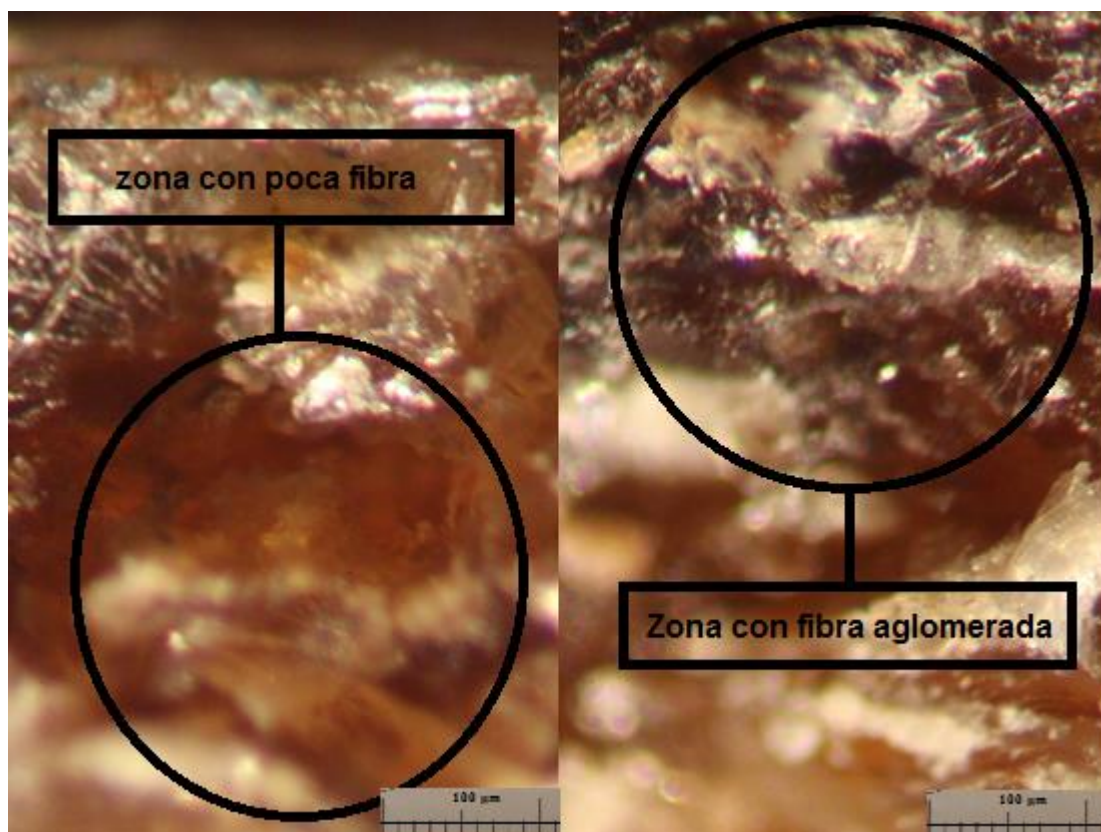


Figura 43: Imagen tomada a probeta de CN-2.

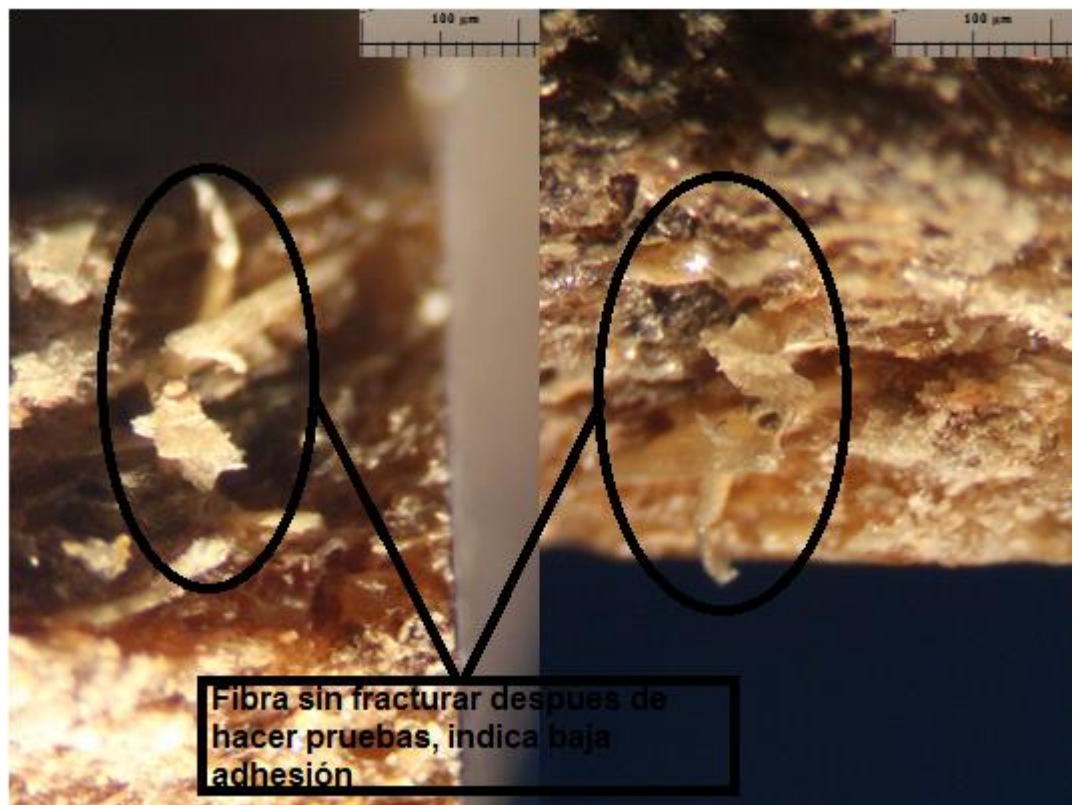


Figura 44: Imagen tomada a probeta de CN-30.

Al ver las figuras 40, 41, 42, 43 y 44 se puede observar que en SN y CN se ve muy bien la zona de concentración de esfuerzos y por donde el material falla, al comenzar a reforzar el material con las fibras de banano se puede observar como hay aglomeración en ciertas partes, además también se ven agujeros y mástiles que son la evidencia que entre estos dos materiales no hay muy buena afinidad, lo que da por consecuencia una baja adhesión entre los materiales.

Estas imágenes son muy importantes ya que demuestran el por qué las pruebas mecánicas tracción y flexión demostraron una

disminución en las propiedades mecánicas a medida de que el material aumentaba el porcentaje de refuerzo. Por ende se puede decir que las nanofibrillas de celulosa no promueven o benefician la adhesión entre reforzantes naturales como las fibras de banano y el poliéster insaturado.

CAPÍTULO 4. CONCLUSIONES

- Los ensayos de tracción, flexión y tribológicos hicieron posible realizar un análisis que permitió evaluar el efecto del porcentaje en peso del reforzante (fibras de banano) sobre el comportamiento de los materiales compuestos elaborados con resinas de poliéster insaturado con inclusión de nanofibrillas de celulosa.
- La calorimetría diferencial de barrido arrojó datos como la variación entálpica de la muestra durante su curado realizado en un ensayo dinámico. Con uno de esta herramienta fue posible seleccionar la temperatura para el procesado de los materiales compuestos.
- El proceso de elaboración y corte de las probetas, fue sistemático, lo cual reduce la presencia de errores en los resultados. Es de tener en cuenta que las mediciones y el error humano son factores a considerar en el análisis de resultados, y por esta razón se usó como herramienta básica la estadística, con el fin de ajustar los resultados buscando disminuir la desviación estándar al 20% o menos.
- El material compuesto estudiado en este trabajo, resulta ser muy viable para aplicaciones con necesidades tribológicas, esto es gracias a que no existe una variación significativa (casi nula) en el coeficiente de fricción entre CN con CN-10 CN-20- y CN30. Lo anterior es posible atribuirlo a la baja adhesión corroborada con la microscopia, ya que al existir

desprendimiento de la fibra de banano, al momento de la fricción solo actúan el poliéster insaturado con inclusión de nanofibrillas de celulosa (CN).

- Acorde a los resultados obtenidos en las pruebas se concluye, en cuanto a las propiedades mecánicas, que al aumentar el porcentaje de fibras de banano la deformación aumenta y disminuyen propiedades como el módulo de elasticidad y la resistencia. Esto sugiere una baja adhesión presente entre la matriz y el reforzante.
- El común denominador que se puede observar de las imágenes de microscopía óptica en la superficie de ruptura, es la presencia de “huecos” y “mástiles”, producto de un evidente desprendimiento ocurrido durante el ensayo. Este fenómeno durante los ensayos, se debe posiblemente a la baja adhesión, lo que sugiere que cada elemento del compuesto no tiene buena afinidad con los demás elementos, y posiblemente exista algún grado de agregación a nivel inferior al micrométrico.
- Dar una respuesta exacta para lo que sería bueno la utilización de este material en la industria no sería muy certera gracias a las evidencias de baja adhesión que se presenta en el material. Pero si se puede decir que la nanocelulosa permite que los composites desarrollados tengan muy bajo desgaste lo que sería bueno utilizar este material en zonas de contacto con alto desgaste, como por ejemplo las partes frontales

(punteras) de los buses de la línea 1 y línea 2 del metro, ya que estos tienden a desgastarse mucho gracias al contacto que tienen continuamente con las esquinas de sus respectivas estaciones.

- La baja adhesión ha hecho que todas las muestras con inclusión de nanofibrillas de celulosa no tengan una gran variación en el coeficiente de fricción, pues ya que estas muestras están a un nivel medio de dicho coeficiente. Basado en lo anterior, se puede decir que este compuesto puede ser utilizado aumentando su coeficiente de fricción mediante aditivos, en aplicaciones que requieran fricción, como por ejemplo los *clutch* de carros. También pueden ser utilizados aumentando su autolubricación mediante aditivos, en aplicaciones que no requieran fricción como por ejemplo rodamientos.

CAPÍTULO 5. RECOMENDACIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS A FUTURO

- Se recomienda hacer una investigación tratando la fibra de banano con procesos físico-químicos para mejorar la compatibilidad con la matriz, actividad que en este trabajo no se le hizo, afectando posiblemente la adhesión al interior del material.
- Para tener un buen desempeño en el ambiente tribológico se recomienda una investigación en este mismo compuesto pero tratando de poner las fibras unidireccionalmente, tal como lo realizan otros autores [15], que han encontrado que las fibras naturales se comportan muy bien en el ambiente tribológico cuando están en la misma dirección a la fuerza de fricción.
- Gracias a los resultados obtenidos en las pruebas vemos como los dos últimos porcentajes de refuerzo tendieron a estabilizarse por ello sería bueno hacer esta misma investigación con unos porcentajes de refuerzo mayores al 30%, así podemos aclararnos en si esta estabilización se sigue dando o solo fue resultados de nuestra investigación.
- Las fibras naturales siguen en constante investigación ya que es algo nuevo y novedoso, pero según los resultados obtenidos recomendamos hacer un compuesto entre este poliéster insaturado y un reforzante con el que tenga una mayor afinidad como es el caso de las fibras de vidrio,

ya que las nanofibrillas de celulosa pueden incrementar esta afinidad entre los dos materiales y lograr mayor propiedades mecánicas y tribológicas.

- Es posible que haya ocurrido aglomeración durante el curado en el caso de las nanofibrillas de celulosa y que esto sea la causa de la baja adhesión, esto es posible ser evidenciado utilizando microscopía como la atómica, y sugiere realizar un proyecto de doctorado para analizar el porqué de esta situación.

CAPÍTULO 6. REFERENCIAS

- [1] A. K. Bledzki, “Composites reinforced with cellulose based fibres,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 24, no. 2, pp. 221–274, 1999.
- [2] U. Nirmal, N. Jamil, B. F. Yousif, D. Rilling, and P. V Brevern, “The potential of using treated betelnut fibres as reinforcement for tribo-bio polymeric composites subjected to dry/wet cantact conditions,” pp. 1–12, 2010.
- [3] N. Cruz, A. M. Goicoechea, L. Hermosilla, and N. Ruiz, “fibras naturales,” *Fibras naturales y artificiales*, 2010. [Online]. Available: <http://www.sc.ehu.es/iawfemaf/archivos/materia/industrial/libro11c.pdf>.
- [4] F. Stupenengo, “Materiales y materias primas,” 10th ed., 2011, pp. 1–121.
- [5] V. H. Guerrero, P. Pontón, A. Tamayo, H. Villacís, F. Delgado, and S. Galeas, “Materiales compuestos de matriz poliéster reforzados con fibras naturales y sintéticas,” pp. 12–22, 2012.
- [6] J. L. Hernández and J. García, “materiales compuestos,” *Compuestos de matriz polimérica*, 2010. [Online]. Available: <http://www.cyd.conacyt.gob.mx/240/Articulos/MaterialesCompuestos/MaterialesCompuestos2.html>.
- [7] “Reforzantes de los materiales compuestos. Enumeración. Características.” 2010. [Online]. Available: <http://cienciamateriales.argentina-foro.com/t13-134-reforzantes-de-los-materiales-compuestos-enumeracion-caracteristicas>.
- [8] “introduccion y objetivos del poliester insaturado,” 2010. [Online]. Available: <http://www.tdx.cat/bitstream/handle/10803/6686/05Txrj5de14.pdf?sequence=5>.
- [9] “Wikipedia,” *Resinas de poliéster no saturado*, 2014. [Online]. Available:

http://es.wikipedia.org/wiki/Pl%C3%A1sticos_reforzados_con_fibras#Resinas_de_poli.C3.A9ster_no_saturado.

- [10] P. Pontón and V. H. Guerrero, “Obtención de Materiales Compuestos de Matriz Poliéster reforzados con Fibra de Abacá mediante Estratificación manual,” *Rev. Tecnológica ESPOL*, vol. 23, pp. 47–54, 2010.
- [11] “Definiciónabc,” *Fibra Naturales*, 2014. [Online]. Available: <http://www.definicionabc.com/general/fibra.php>.
- [12] A. Restrepo, R. Zuluaga, C. Castro, P. Gañan, N. Correa, and J. Vélez, “Nano-composites reforzados con microfibrillas de celulosa aisladas de paredes celulares del raquis de banano,” *Sci. Tech.*, vol. 36, pp. 689–694, 2007.
- [13] “Wikipedia,” *Nanocelulosa*, 2014. [Online]. Available: <http://es.wikipedia.org/wiki/Nanocelulosa>.
- [14] “nanofibra.” [Online]. Available: <http://es.wikipedia.org/wiki/Nanofibra>.
- [15] B. F. Yousif and N. S. M. El-Tayeb, “Tribological Evaluations of Polyester Composites Considering Three Orientations of CSM Glass Fibres Using BOR Machine,” *Appl Compos Mater*, vol. 14, pp. 105–116, Jun. 2007.
- [16] C. E. Correa, S. Betancourt, A. Vázquez, and P. Gañan, “Wear resistance and friction behavior of thermoset matrix reinforced with Musaceae fiber bundles,” *Tribol. Int.*, vol. 87, pp. 57–64, Jul. 2015.
- [17] A. Retegi, N. Gabilondo, C. Peña, R. Zuluaga, C. Castro, P. Gañán, K. De La Caba, and I. Mondragon, “Bacterial cellulose films with controlled microstructure–mechanical property relationships,” *Cellulose*, vol. 17, pp. 661–669, 2010.
- [18] C. Castro, R. Zuluaga, J.-L. Putaux, G. Caro, I. Mondragon, and P. Gañán, “Structural characterization of bacterial cellulose produced by *Gluconacetobacter swingsii* sp. from Colombian agroindustrial wastes,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 84, no. 1, pp. 96–102, Feb. 2011.

- [19] P. Gañán, R. Zuluaga, A. Restrepo, J. Labidi, and I. Mondragon, "Plantain fibre bundles isolated from Colombian agro-industrial residues.," *Bioresour. Technol.*, vol. 99, no. 3, pp. 486–491, Feb. 2008.
- [20] "Prácticas Análisis Térmico por DSC," 2014. [Online]. Available: http://ocw.uc3m.es/ciencia-e-oin/caracterizacion-de-materiales/practicas-2/Practicas_de_DSC.pdf.
- [21] "Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials 1," *ASTM Int.*, pp. 1–11, 2014.
- [22] "Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus 1," *ASTM Int.*, pp. 1–5, 2014.
- [23] C. CHUA, K. LIM, *Principales and applications of tribology*, Second edi. Ohio, USA, 2003, pp. 1–993.