

Desarrollo y caracterización a fractura de
polímeros reforzados

Nelly Alejandra
Cervantes Martínez

2022



Universidad Autónoma de Querétaro
Facultad de Ingeniería

Desarrollo y caracterización a fractura de
polímeros reforzados

TESIS

Que como parte de los requisitos para
obtener el grado de Ingeniero Físico

Presenta:

Nelly Alejandra Cervantes Martínez

Asesor:

Dr. Cristian Felipe Ramírez Gutiérrez

Asesor externo:

Dr. Edgar Adrián Franco Urquiza

Querétaro, Qro. a Mayo, 2022



Universidad Autónoma de Querétaro

Facultad de Ingeniería

Ingeniería Física

**Desarrollo y caracterización a fractura de
polímeros reforzados**

TESIS

Que como parte de los requisitos para obtener el grado de
Ingeniero Físico

Presenta:

Nelly Alejandra Cervantes Martínez

SINODALES

Dr. Cristian Felipe Ramírez Gutiérrez
Presidente

Dr. Edgar Adrián Franco Urquiza
Secretario

Dra. Sandra Milena Londoño Restrepo
Vocal

Dra. María Lucero Gómez Herrera
Suplente

Campus Aeropuerto
Querétaro, México
2022

Agradecimientos

Agradezco a CIDESI-CENTA por la oportunidad y los medios que han puesto a mi disposición para llevar a cabo este proyecto.

Agradezco al Dr. Edgar A. Franco Urquiza por su apoyo y paciencia.

Agradezco a mis profes de la carrera por compartirme parte de sus conocimientos y experiencias.

1. Resumen

El uso de partículas minerales y fibras de origen vegetal como agentes de refuerzo en matrices poliméricas es cada vez mayor ya que son una alternativa para el incremento de propiedades. Para aprovechar los beneficios que los polímeros reforzados ofrecen es vital estudiar su comportamiento; la evaluación mecánica y a fractura de un material son determinantes, en la mayoría de los casos, al definir las exigencias requeridas en un producto final, sin embargo, en muy pocos trabajos se estudia el comportamiento a fractura de este tipo de materiales dejando abierto un campo de oportunidades para el estudio de la mecánica a fractura de polímeros reforzados.

En este trabajo se realizó el análisis térmico, mecánico y a fractura de las poliolefinas HDPE, LDPE y PP reforzadas con las partículas minerales Metacaolín, basalto y fibra de henequén, correspondientemente, a diferentes concentraciones de carga, que van entre 2% y 10%, en un intento por revelar su efecto en el comportamiento del material. El estudio del comportamiento a fractura se realizó aplicando la técnica de Trabajo Esencial de Fractura (EWF) en probetas tipo DDENT, se estudio la influencia del tipo y porcentaje de carga en los parámetros de fractura.

Los resultados obtenidos permiten observar que la integración de las cargas en la matriz polimérica generó enlaces muy pobres afectando considerablemente las propiedades mecánicas de los materiales, sin embargo, se debe considerar el hecho de que no se utilizó ningún tipo de agente acoplante, así como la relación proceso-estructura-propiedades que se expone durante el desarrollo de este trabajo.

Índice de Figuras

1.	Representación esquemática de un monómero y un polímero.	17
2.	Ejemplos de monómeros en diferentes polímeros.	18
3.	Ejemplo de una polimerización por pasos.	19
4.	Representación gráfica de distribución de monómeros.	20
5.	Tipos de ramificaciones.	21
6.	Modelos de organización de cadenas poliméricas	22
7.	Representación de la temperatura de transición vítrea (Tg) y temperatura de fusión (Tm) en un termograma.	23
8.	Tabla periódica de los termoplásticos	25
9.	Monómero de Etileno y polímero de Polietileno	26
10.	Ramificaciones en diferentes tipos de PE.	27
11.	Monómero de Propileno y Polímero de Polipropileno	28
12.	Configuraciones estereoquímicas del PP.	29
13.	Representación esquemática de extrusión general.	30
14.	Esquema del proceso de moldeo por compresión.	31
15.	Esquema de tipos de refuerzos	32
16.	Estructura de un caolín.	34
17.	Posición de las bandas infrarrojas en absorbancia	35
18.	Curva tensión vs deformación	37
19.	Representación esquemática de los tres modos simples de apertura de una grieta.	37
20.	Geometrías de la zona plástica y la relación con el parámetro β	39
21.	Esquema del proceso para realizar la técnica EWF	40
22.	Esquema de una probeta DDENT	41
23.	Representación gráfica del proceso de prensado	45
24.	Esquema de los ciclos programados para el análisis de las muestras por DSC.	46
25.	Espectro FTIR de HDPE con metacaolín	47
26.	Espectro FTIR de LDPE con basalto	48
27.	Espectro FTIR de PP con henequén	49
28.	Gráficas DSC de las mezclas de HDPE y metacaolín.	54
29.	Gráficas DSC de las mezclas de LDPE y basalto.	55
30.	Gráficas DSC de las mezclas de PP y henequén.	56
31.	Gráfica Tensión-Deformación de HDPE metacaolín	59
32.	Gráfica Tensión-Deformación de LDPE basalto	60
33.	Gráfica Tensión-Deformación de PP henequén	62

34.	Graficas Carga vs Desplazamiento	64
35.	Aplicación del criterio de Hill	65
36.	Micrografías HDPE	66
37.	Micrografías HDPE con Metacaolín 2 %	66
38.	Micrografías HDPE con Metacaolín 5 %	66
39.	Micrografías HDPE con Metacaolín 8 %	67
40.	Micrografías HDPE con Metacaolín 10 %	67
41.	Graficas Carga vs Desplazamiento	67
42.	Aplicación del criterio de Hill	68
43.	Micrografías LDPE	69
44.	Micrografías LDPE con Basalto 3 %	69
45.	Micrografías LDPE con Basalto 6 %	69
46.	Micrografías LDPE con Basalto al 9 %	69
47.	Fotografías de superficie de fractura de probetas de HDPE - Metacaolín . .	70
48.	Fotografías de superficie de fractura en probetas de LDPE - Basalto al 9 % .	71
49.	Fotografías de superficie de fractura de probetas de PP con Henequén 8 %	72

Índice de Tablas

1.	Publicaciones en las que se emplea la técnica EWF para la caracterización a fractura de PE y PP.	16
2.	Concentraciones de materiales compuestos.	44
3.	Bandas características en espectro FTIR de HDPE y Metacaolín	48
4.	Bandas características en espectro FTIR de LDPE y Basalto	49
5.	Bandas características en espectro FTIR de PP y Henequén	50
6.	Resultados MFI.	51
7.	Resultados TGA de mezclas HDPE y metacaolín.	52
8.	Resultados TGA de las mezclas LDPE y basalto.	53
9.	Resultados de TGA de las mezclas de PP y henequén.	53
10.	Resultados de DSC de las mezclas de HDPE y metacaolín.	54
11.	Resultados DSC de cristalinidad de las mezclas de LDPE y basalto.	55
12.	Resultados DSC de las mezclas de PP y henequén.	55
13.	Dureza promedio HDPE - Metacaolín	57
14.	Dureza promedio LDPE - Basalto	58
15.	Dureza promedio PP - Henequén	58
16.	Propiedades mecánicas de HDPE reforzado con metacaolín.	59
17.	Propiedades mecánicas de LDPE reforzado con basalto.	60
18.	Propiedades mecánicas de PP reforzado con henequén.	61

19.	Resistencia promedio HDPE - Metacaolín	63
20.	Resistencia promedio LDPE - Basalto	63
21.	Resistencia promedio PP - Henequén	63
22.	Parámetros de fractura	65
23.	Resistencia promedio HDPE - Metacaolín	70
24.	Resistencia promedio LDPE - Basalto	71
25.	Resistencia promedio PP - Henequén	72

Lista de acrónimos

ATSM	Asociación Americana de Ensayo de Materiales
DDENT	Doble entalla agudizada en tensión
DSC	Calorimetría diferencial de barrido
EPFM	Mecánica de fractura elastoplástica
ESIS	Sociedad Europea para la Integridad Estructural
EFW	Trabajo Escencial de Fractura
FTIR	Espectrometría Infrarroja por Transformada de Fourier
HDPE	Polietileno de alta densidad
LDPE	Polietileno de baja densidad
LEFM	Mecánica de fractura elástica lineal
LLDPE	Polietileno lineal de baja densidad
MFI	Índice de Fluidez
PC	Policarbonato
PE	Polietileno
PET	Tereftalato de polietileno
PMMA	Polimetilmetacrilato
PP	Polipropileno
PS	Poliestireno
PVC	Policloruro de vinilo
PYFM	Mecánica de fractura post cedencia
STEM	Microscopía electrónica de barrido
Tg	Temperatura de transición vítrea

TGA	Análisis Termogravimétrico
Tm	Temperatura de fusión
UHMWPE	Polietileno de ultra alto peso molecular
VLDPE	Polietileno de muy baja densidad

Contenido

1. Resumen	5
2. Introducción	13
2.1. Definición del problema	13
2.2. Justificación	13
2.3. Objetivo	14
2.4. Hipótesis	14
2.5. Estado del arte	14
3. Marco Teórico	17
3.1. Polímeros	17
3.2. Polimerización	18
3.3. Clasificación de los polímeros	20
3.3.1. Tipo de distribución de monómeros	20
3.3.2. Forma de cadena polimérica	20
3.3.3. Acomodamiento de las cadenas	21
3.3.4. Comportamiento térmico	23
3.3.5. Clasificación de termoplásticos por desempeño	23
3.4. Polímeros de Etileno	26
3.4.1. Tipos de PE	26
3.5. Polímeros de Polipropileno	28
3.5.1. Tipos de PP	28
3.6. Procesos de transformación	30
3.6.1. Proceso de extrusión	30
3.6.2. Moldeo por compresión	31
3.7. Polímeros reforzados	32
3.7.1. Refuerzo en forma de partícula	33
3.7.2. Refuerzo de fibra corta	34
3.8. Técnicas de caracterización	35
4. Materiales, métodos y técnicas experimentales	42
4.1. Materiales y métodos experimentales	42
4.2. Técnicas experimentales	44
4.2.1. Caracterización de composición	44
4.2.2. Caracterización térmica	45
4.2.3. Caracterización mecánica y a fractura	46

5. Resultados	47
5.1. Caracterización de composición	47
5.1.1. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)	47
5.2. Caracterización térmica	51
5.2.1. Índice de Fluidez (MFI)	51
5.2.2. Análisis termogravimétrico (TGA)	52
5.2.3. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	54
5.3. Caracterización mecánica	57
5.3.1. Dureza	57
5.3.2. Tensión	58
5.3.3. Impacto Izod	61
5.4. Caracterización a fractura	64
5.4.1. Trabajo Esencial de Fractura (EWF)	64
5.4.2. Impacto Izod	70
6. Conclusiones	73
7. Trabajos a futuro	73
8. Anexos	78

2. Introducción

Esta Tesis se divide en 5 capítulos, en el primer capítulo se hace la presentación de la Tesis. En el capítulo 2 se describen los fundamentos teóricos relativos a materiales usados como sus propiedades y a los de transformación. En el capítulo 3 se especifican los materiales usados, las técnicas experimentales usadas durante el desarrollo de la Tesis. En el capítulo 4 se muestran los resultados obtenidos de las pruebas y finalmente en el capítulo 5 se exponen las conclusiones de este trabajo.

2.1. Definición del problema

Las poliolefinas son los materiales poliméricos de mayor atracción hacia diversos sectores industriales, debido a su bajo costo y fácil procesamiento. Muchos de estos materiales se utilizan en componentes sometidos a diversas condiciones ambientales y cargas mecánicas. Uno de los sectores de mayor consumo de estas materias primas es el sector automotriz, donde utilizan estos materiales para componentes semiestructurales de interiores.

Una alternativa para incrementar las propiedades mecánicas de estos materiales es utilizar cargas inorgánicas como las arcillas minerales, sin embargo, a pesar de que está comprobado en la literatura que los refuerzos minerales mejoran varias propiedades de las poliolefinas, muy pocos trabajos se han dedicado a evaluar el comportamiento a fractura. En este trabajo se realizará el análisis térmico y mecánico de poliolefinas tales como PP, HDPE y LDPE, reforzadas con partículas minerales como el metacaolín y el basalto, y se ha añadido evaluar fibra de henequén, en un intento por revelar su efecto en el comportamiento mecánico a través de la técnica del trabajo esencial de fractura (EWF), la cual es aplicable para materiales dúctiles.

2.2. Justificación

Las características resultantes de una pieza o componente se derivan de diversos factores, entre los que se destaca el diseño y sus propiedades mecánicas. En el caso de los polímeros reforzados, estas características también están condicionadas principalmente por el procesado, el cual puede inducir en la estructura del material y son las que determinan las propiedades finales de un producto.

Por lo anterior, es necesario desarrollar el conocimiento necesario para entender las afectaciones del procesado y los materiales involucrados en el comportamiento en ser-

vicio de una determinada pieza o componente. Para poder establecer unos vínculos de relación entre proceso, estructura y propiedades, es necesario contar con métodos de caracterización que sean representativos del material.

La evaluación del comportamiento mecánico y a fractura es determinante, en la mayoría de los casos, al momento de definir un diseño que sea compatible con las exigencias del producto final. La mecánica de la fractura post-cedencia (PYFM) se aplica en la caracterización a fractura de polímeros termoplásticos dúctiles filmes, utilizando la técnica del trabajo esencial de fractura, más conocida por sus siglas en inglés EWF (Essential Work of Fracture). Aunque la técnica EWF fue desarrollada inicialmente para materiales metálicos, en las últimas décadas ha sido aplicada con éxito en distintos materiales de naturaleza polimérica.

En la actualidad existe un protocolo propuesto por la Sociedad Europea para la Integridad Estructural (ESIS, por sus siglas en inglés) para este tipo de ensayos, que se realizan generalmente en configuración DDENT (doble entalla agudizada en tensión). Aun así, es necesario estudiar la influencia de diferentes variables sobre el comportamiento a fractura, tales como el contenido de carga, la estructura cristalina o la morfología inducida durante el procesado. A pesar de sus ventajas, como su elevada sensibilidad y fácil aplicabilidad (comparada con otras técnicas) el EWF es poco utilizada y conocida en México, lo que deja abierto un campo de oportunidades para el estudio de la mecánica de fractura de polímeros reforzados.

2.3. Objetivo

Preparar polímeros reforzados y evaluar sus propiedades térmicas y mecánicas, así como el comportamiento a fractura a través de la técnica del trabajo esencial de fractura.

2.4. Hipótesis

Mediante la técnica de trabajo esencial de fractura se podrá evaluar el comportamiento a fractura de las poliolefinas sin importar de tipo o porcentaje de refuerzo usado.

2.5. Estado del arte

En 1913, Inglis estudió la rotura en unas placas sometidas a tracción las cuales tenían un defecto en forma de elipse [Inglis, 1913] dando lugar a los inicios de la mecánica de fractura. Siete años más tarde, en 1920, Griffith continuó con este trabajo [Griffith, 1920]

donde se relacionó por primera vez el la tensión aplicada con el tamaño de un defecto al aplicar un análisis de tensiones en los defectos en forma de elipse que tensionó hasta formar una grieta, demostrando que la resistencia real a la tensión en materiales frágiles era significativamente menor a la que se predecía teóricamente debido a la presencia de roturas microscópicas en la masa del material.

En los años 50 se realizó una modificación en el modelo de Grffith cuando Irwin extendió esta teoría a materiales que presentaban cierta deformación plástica en los extremos de la grieta, a materiales más dúctiles a través del concepto **tasa de liberación de energía** [Irwin, 1949]. Posteriormente, Irwin utilizó la aproximación de Westergaard [Westergaard, 1939] para mostrar que las tensiones y desplazamientos cerca de la punta de la grieta pueden presentarse mediante una simple constante, que actualmente se conoce como **factor de intensidad de tensiones** (K).

Una vez que los fundamentos de la Mecánica de Fractura Elástico Lineal (LEFM) se encontraban establecidos, se desarrollaron estudios para corregir esta plastificación cerca de la punta de la grieta. En 1961 Wells [Wells, 1961] propuso el desplazamiento de las caras de la grieta como un criterio de diseño alternativo cuando se producía una importante plastificación del frente de grieta, observación que permitió desarrollar un parámetro que actualmente es conocido como el desplazamiento de la apertura del frente de grieta. Por otro lado, en 1968, Rice definió el concepto de la integral de contorno J [Rice, 1968]; una extensión de la tasa de liberación de energía a materiales aún más dúctiles, bajo la consideración de que la deformación plástica presentada era una deformación elástica no-lineal. Desarrollando con este concepto la Mecánica de Fractura Elastoplástica (EPFM).

En el mismo año, Broberg [Broberg, 1968] desarrollo la teoría de la Mecánica de Fractura Post-Cedencia (PYFM), donde la fractura de un material comienza a desarrollarse una vez que cendencia previas. Pero no fue hasta los años 70, donde Cottorell y Reddel [Cotterell and Reddel, 1977] y, posteriormente, Mai y Cotterell [Mai and Pilko, 1979, Mai and Cotterell, 1980] aplicaron las teorías de Broberg en el desarrollo de la técnica del **Trabajo Esencial de Fractura (EWF)**. Técnica que se aplicó inicialmente en láminas delgadas metálicas pero a mediados de los 80's se extendió a polímeros dúctiles [Mai and Cotterell, 1986]. En la tabla 1 se muestran algunas de las publicaciones que hacen referencias a la técnica EWF en HDPE, LDPE y PP.

Tabla 1: Publicaciones en las que se emplea la técnica EWF para la caracterización a fractura de PE y PP.

Polimero	Referencias
PE (HDPE y LDPE)	[Saleemi, 1990], [Ferrer-Balas, 1997], [Casellas, 1999], [H.J. Kwon, 2006], [Alejandro May-Pat, 2013], [M. Nottez, 2015]
PP	[Karger-Kocsis, 1996], [Pegoretti, 1997], [Riekkel, 1999], [Gamez-Perez, 2006], [Bárbara Righetti Souzaa, 2017], [Dzul, 2015]

3. Marco Teórico

3.1. Polímeros

En 1922, el químico alemán Hermann Staudinger presentó un documento titulado “Über Polymerisation” en el que expuso reacciones que denominó polimerización, en las que se forman moléculas de pesos moleculares muy altos debido a la unión de un gran número de moléculas pequeñas, acuñando así el término Macromolécula y sentando las bases de la Polimerización; razón por la cual en 1953 recibió el premio nobel de química y es considerado como el padre de la Química Molecular y Ciencia de los Polímeros [Mülhaupt et al., 1999].

Los polímeros, del griego: *πολυ* (poly) muchos o varios y *μερο* (mero) segmento o unidad de repetición, son enormes cadenas construidas por la repetición de pequeñas unidades químicas denominadas monómeros (Figura 1), y abarcan una gran variedad de materiales que van desde constituyentes en los organismos vivos como las proteínas, la celulosa y el Ácido desoxirribonucleico (ADN) hasta materiales sintéticos como los plásticos, fibras y hules.



Figura 1: Representación esquemática de un monómero y un polímero.

Las características que diferencian unos polímeros de otros son el tipo de monómero, el número de monómeros, la clase de conexión entre los monómeros y la distribución de los mismos sobre la cadena polimérica, cómo se ramifican sus cadenas y cómo son elaborados. Por ejemplo, en la Figura 2 se muestra que la cadena principal de estos tres polímeros plásticos es el carbón sin embargo el monómero es quién proporciona las propiedades características [Reynoso, 2018].

Los polímeros se pueden obtener a través de diferentes fuentes de materia prima, sin embargo, la mayoría tiene como componente principal un derivado del gas natural y petróleo crudo. Este último es la fuente de materia prima más importante, ya que, a partir de su destilación se obtiene la Nafta la cual se somete a un proceso químico

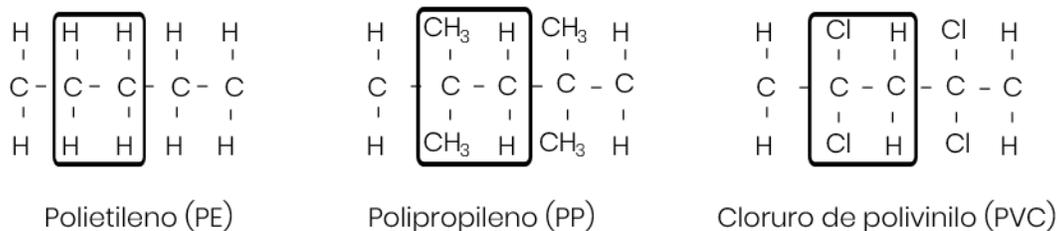


Figura 2: Ejemplos de monómeros en diferentes polímeros.

llamado craqueo o cracking en el que se rompen sus moléculas para producir compuestos simples como los monómeros.

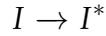
3.2. Polimerización

La polimerización es un proceso de síntesis en el que los monómeros se combinan químicamente para crear redes de moléculas muy grandes, los polímeros. De acuerdo con el químico Carothers, existen dos tipos de polimerizaciones dependiendo de las reacciones involucradas en la síntesis: polimerización por condensación y polimerización por adición.

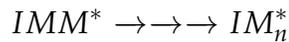
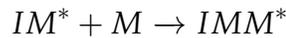
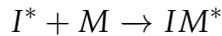
En la polimerización por adición los monómeros se incorporan de tal forma que se genera únicamente el polímero, es decir, no se producen subproductos y por lo tanto el peso molecular del polímero es la suma de los pesos moleculares de los monómeros. Algunos polímeros que se sintetizan por adición son: Polietileno (PE), Polipropileno (PP), Cloruro de Polivinilo (PVC) y Poliestireno (PS).

Por el contrario, el peso molecular del polímero resultante de una polimerización por condensación es menor que la suma de los pesos moleculares de los monómeros al inicio de la síntesis ya que se generan subproductos, como pequeñas cantidades de agua o cloruro de hidrogeno; las resinas epóxicas, poliamidas, policarbonatos y silicones son algunos ejemplos de polímeros que se sintetizan por condensación. Sin embargo, un esquema más completo y aún más simplificado es clasificando a los procesos de polimerización como polimerización de crecimiento en cadena y polimerización de crecimiento por pasos [Ebewele, 2000]. Las principales etapas de la polimerización por crecimiento en cadena son tres [Coreño, 2010]:

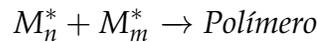
Iniciación: un agente llamado iniciador I , un químico inestable, reacciona con una molécula de monómero para generar una especie activa I^* .



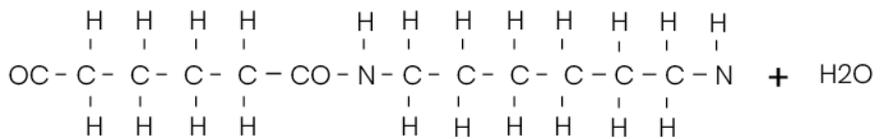
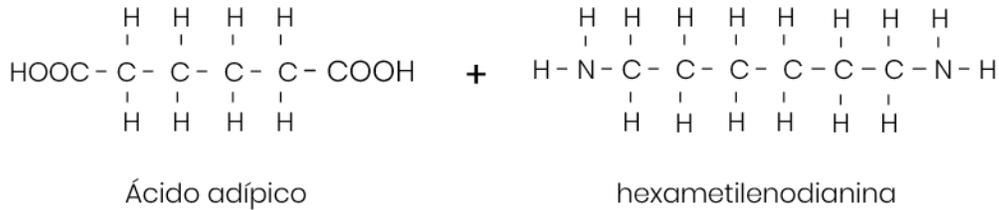
Propagación: la especie activa reacciona otra molécula de monómero M y así sucesivamente, esta etapa continua en el aducto IM^* .



Terminación: generalmente, cuando ya no hay monómero ni especies activas que continúen reaccionando, la reacción final involucra una unión de dos cadenas poliméricas con una especie activa.



En el proceso de polimerización por pasos el peso molecular medio del polímero crece durante todo el proceso, a través del consumo del monómero, y el polímero de alto peso molecular se forma en las últimas etapas de reacción. Al inicio de este proceso, dos moléculas de monómero reaccionan y forman el dímero, después el trímero, el tetrámero, etcétera [Alexandrova, 2003].



Poliamida 66 | Nylon 66

agua

Figura 3: Ejemplo de una polimerización por pasos.

3.3. Clasificación de los polímeros

Los plásticos comparten propiedades generales que los diferencian de otros materiales como lo es su mala conducción térmica y eléctrica, su impermeabilidad, su facilidad de moldear y baja densidad, por mencionar algunas, pero debido a su inmensa versatilidad, a su vez estos se pueden clasificar en diferentes categorías; según su forma de obtención (naturales o sintéticos), de acuerdo al tipo de monómero (homopolímeros y copolímeros), forma de cadena (lineales, ramificados, reticados), acomodamiento de cadena (amorfo y cristalinos) y comportamiento térmico (termoplásticos y termofijos).

3.3.1. Tipo de distribución de monómeros

A los polímeros que tienen sólo un tipo de monómero se les llama Homopolímeros. Cuando están formados por más de un tipo de monómero, se les llama copolímero. Los copolímeros pueden estar formados por los mismos monómeros y ser diferentes por cómo se organizan; en base a esta organización de monómeros, los copolímeros se dividen en copolímeros al azar o random, copolímeros de injertos, copolímeros de bloque y copolímeros alternados. Por ejemplo, el copolímero random de acrilato de butilo y estireno tiene una buena adhesión y muy baja cohesión mientras que el copolímero en bloques de acrilato de butilo y estireno tiene buena adhesión y cohesión [Alexandrova, 2003].

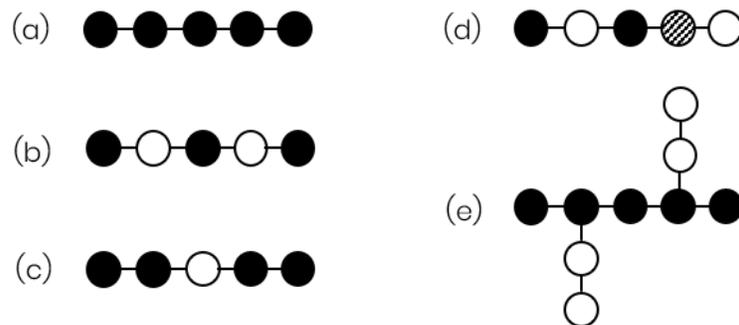


Figura 4: Representación gráfica de distribución de monómeros.
(a) homopolímero (b) copolímero alternado (c) copolímero de bloque
(d) copolímero de random (e) copolímero de injertos

3.3.2. Forma de cadena polimérica

Dependiendo de las condiciones de polimerización se pueden obtener diferentes configuraciones en las cadenas poliméricas ya sea una cadena lineal o una cadena con una

serie de ramificaciones laterales que pueden ser cortas o largas.

Esto tiene una influencia directa en la densidad y propiedades mecánicas en casa polímero, por ejemplo, ramas cortas como las de polietileno lineal de baja densidad aumentan resistencia a la tracción a diferencia del polietileno de baja densidad, el cual tiene ramas largas y se ve beneficiado con un aumento de resistencia al impacto y facilidad de procesamiento [Coreño, 2010], véase en la Figura 5 la representación gráfica de estas ramificaciones.

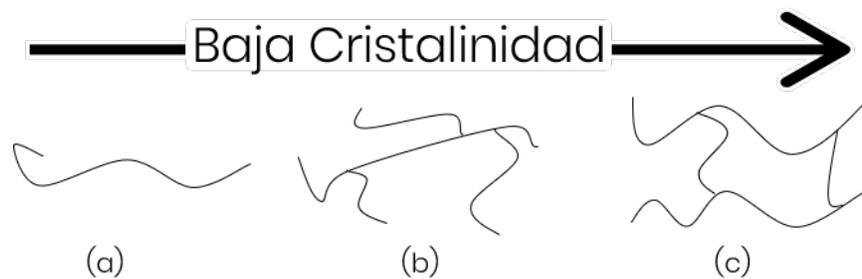


Figura 5: Tipos de ramificaciones.
(a) cadena lineal (b) ramificada (c) reticulado

3.3.3. Acomodamiento de las cadenas

Cuando los polímeros se encuentran en estado líquido, las cadenas moleculares se encuentran relajadas y se mueven sin ningún tipo de arreglo, pero, dependiendo de la química que tenga el material cuando comience solidificarse este puede presentar en su mayoría regiones donde las cadenas poliméricas se agrupen de manera ordenada debido a cadenas lineales que les permite presentar una facilidad para plegarse unas con otras sin ningún impedimento y algunas pocas regiones desordenadas o, viceversa, presentar un desordenamiento molecular mayor y regiones ordenadas escasas, a los cuales se les clasifica como polímeros semicristalinos y polímeros amorfos, respectivamente.

Las zonas cristalinas le conceden a un polímero características como resistencia, rigidez, aumento en la opacidad, estabilidad frente al calor y resistencia química mientras que las regiones amorfas otorgan tenacidad y flexibilidad [Coreño, 2010].

Para explicar la organización de las cadenas poliméricas en regiones cristalinas se han propuesto diferentes modelos. Un par de ejemplos son el modelo micela de flecos y estructura esferulita. En el modelo de micela de flecos las cadenas se ordenan de tal

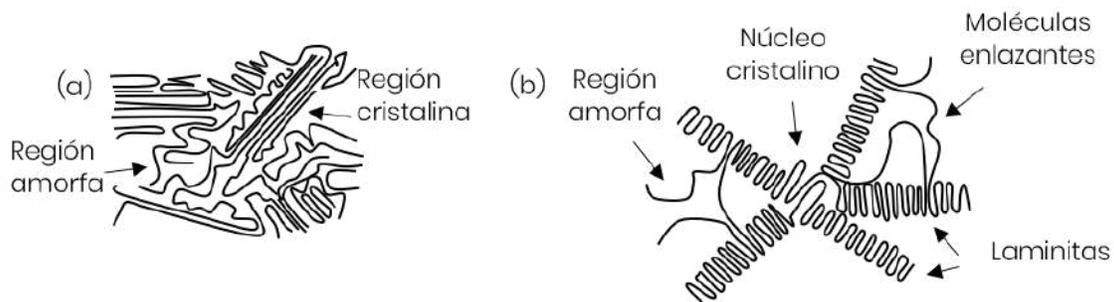


Figura 6: Modelos de organización de cadenas poliméricas
(a) micela de flecos (b) esferulita.

manera que se forman regiones cristalinas dentro de una matriz amorfa y una cadena puede pertenecer a varias regiones amorfas y cristalinas [Coreño, 2010]. Mientras que para formar las llamadas esferulitas un conjunto de cadenas plegadas deben crecer a partir de un centro radial lo cual suele suceder al enfriarse un polímero semicristalino fundido (Figura 6a).

Los polímeros al ser sometidos a calentamientos estos sufren cambios en sus propiedades durante ciertos valores de temperatura particulares, a los que se denominan como temperaturas de transición, entre estos destacan la temperatura de transición vítrea y la temperatura de fusión [Shackelford, 2005].

Temperatura de transición vítrea La transición vítrea ocurre durante una temperatura T_g a la cual el material sufre un ablandamiento.

Algunos de los factores que influyen en la transición vítrea son [Strobl, 2007]

Flexibilidad de la cadena principal. Cuando la cadena principal tiene una mayor flexibilidad la temperatura de transición vítrea disminuye.

Espacio entre las cadenas. En general, si el espacio entre las cadenas poliméricas la temperatura de transición vítrea también disminuye.

Temperatura de fusión Es la temperatura a la cual las zonas más ordenadas o cristalinas de los polímeros se funden. La cristalinidad y la estructura del polímero son efectos que influyen en la temperatura de fusión.

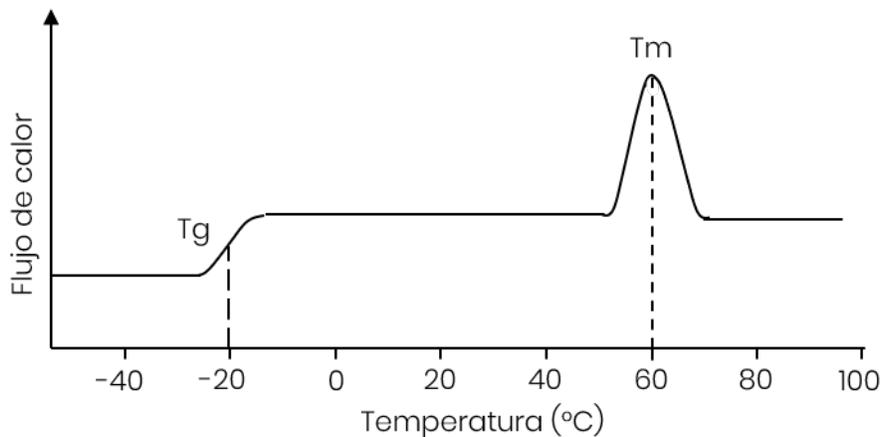


Figura 7: Representación de la temperatura de transición vítrea (T_g) y temperatura de fusión (T_m) en un termograma.

3.3.4. Comportamiento térmico

Los termoestables son inalterables una vez moldeados y endurecidos debido a que, una vez calentados, sus cadenas poliméricas pasan por un proceso de reticulación, forman una estructura compacta con un alto grado de desorden dando como resultado un plástico duro, con mayor resistencia a la temperatura, pero más frágil que un termoplástico. Este tipo de polímeros se emplean principalmente en aplicaciones con alta exigencia mecánica y térmica. Algunos ejemplos de termoestables son las resinas epóxicas, fenólicas, aminoplastos y poliésteres.

Se puede decir que, una de las categorías principales es el comportamiento térmico ya que esta categoría engloba a los materiales denominados como termoplásticos, los cuales pueden considerarse como la clase más importante de material plástico disponible comercialmente en la actualidad [Ashraf, 2014].

La cualidad más sobresaliente que poseen los polímeros termoplásticos es el hecho que al calentarse se vuelven suaves y deformables y esta plasticidad a altas temperaturas se debe a la capacidad que tienen sus moléculas para deslizarse unas sobre otras.

3.3.5. Clasificación de termoplásticos por desempeño

Los termoplásticos a su vez se pueden clasificar de acuerdo con el desempeño y la relación volumen de producción/costo que presentan como polímeros de especialidad,

de ingeniería y de uso general o estándar [Ashraf, 2014]:

Polímeros de especialidad Estos polímeros tienen propiedades sobresalientes ya que están diseñados para una aplicación específica. Se desarrollan teniendo en cuenta cada detalle como que propiedades mecánicas y químicas se necesitan, donde se van a utilizar y como se van a moldear por lo que su fabricación puede llegar a ser muy sensible y, por ende, no se producen a gran escala y su costo suele ser muy elevado. Los polímeros conductores, polímeros electro-luminiscentes, polímeros de cristal líquidos y polímeros biodegradables son ejemplos de polímeros que se encuentran dentro de esta categoría.

Polímeros de ingeniería Tienen excelentes propiedades físicas han remplazado gradualmente a materiales de ingeniería tradicionales como la madera o el metal, sin embargo, se producen en cantidades bajas y tienden a usarse para la fabricación de objetos pequeños, como engranajes, o aplicaciones de bajo volumen debido a su costo. Estos materiales, por lo general, no se encuentran disponibles para el público sino se disponen a los fabricantes quienes se encargan de elaborar los productos finales. Algunos ejemplos de polímeros de ingeniería son Polimetil Metacrilato Acrílico (PMMA), Policarbonato (PC), Poliamida 6 (PA 6 o, comercialmente conocido, Nylon 6).

Polímeros de uso general Son aquellos que debido a su amplia gama de aplicaciones se encuentran en objetos de uso diario que van desde bolsas de plástico, envases y otros desechables hasta artículos de alto valor que requieren propiedades simples por lo que son producidos a gran escala, de bajo costo y, en comparación de los polímeros de ingeniería y de especialidad, son más accesibles. Los termoplásticos commodities representan un 80 % de los termoplásticos en general. Ejemplos de polímeros comerciales son Polietileno (PE), Polipropileno (PP), Poliestireno (PS), Cloruro de polivinilo (PVC), Politereftalato de etileno (PET), etc.

3.4. Polímeros de Etileno

El etileno es un químico orgánico que se produce a partir de calentar gas natural o petróleo a entre 800 y 900°C del cual se produce una mezcla de gases y el etileno se separa. Su punto de fusión es de -169.4°C y su punto de ebullición es de -103.9°C; a temperatura ambiente es incoloro y flamable.

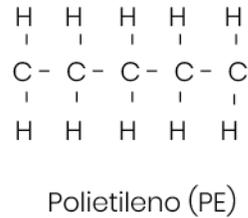
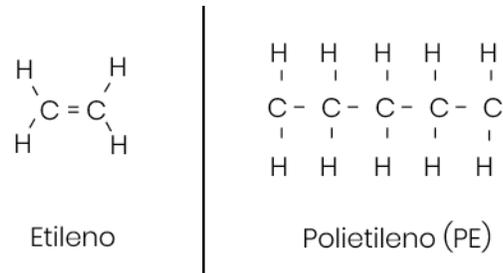


Figura 9: Monómero de Etileno y polímero de Polietileno

El polímero básico del etileno es el polietileno, pertenece a la familia de poliolefinas, tiene gran tenacidad, ductilidad, excelente resistencia química, baja permeabilidad al vapor de agua y muy baja absorción de humedad. Estas propiedades combinadas con la facilidad con que se puede procesar hacen que el PE sea uno de los polímeros termoplásticos más conocidos y de mayor volumen del mundo [Garside, 2020].

3.4.1. Tipos de PE

El polietileno (PE) se divide de acuerdo con la densidad presentada: baja, media y alta. Por lo general, estos intervalos de densidad son de 0.910 - 0.925, 0.925 - 0.940 y 0.940 - 0.97 g/cm³, respectivamente. Los grados disponibles comercialmente de acuerdo con su densidad son: polietileno de alta densidad (HDPE), polietileno de baja densidad (LDPE), polietileno de muy baja densidad (VLDPE), polietileno lineal de baja densidad (LLDPE), polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE).

Polietileno de Baja Densidad (LDPE) El LDPE fue el primer PE producido en 1933 llama así porque es el polietileno con mayor cantidad ramificaciones que dificultan el proceso de cristalización, lo que resulta en densidades relativamente bajas, en la Figura 9b se muestra una representación simplificada de la estructura del LDPE. Este polímero suele tener densidades cayendo en el rango de aproximadamente 0.90-0.94 g/cm³.

El LDPE es bastante flexible con un bajo punto de fusión. Los artículos moldeados con grosores de hasta 0.125 mm son generalmente translúcidos, combina alta resistencia al

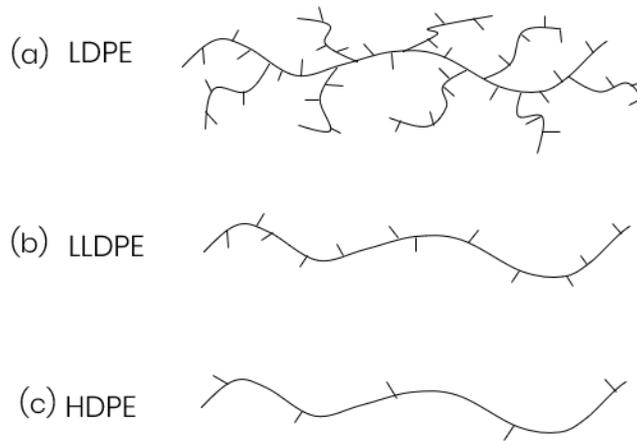


Figura 10: Ramificaciones en diferentes tipos de PE.

impacto, tenacidad y ductilidad. Esta combinación lo hace adecuado para muchas aplicaciones de contención de líquidos que van desde contención de leche y botellas de detergente hasta tanques de almacenamiento de productos químicos.

Polietileno de Alta Densidad (HDPE) El HDPE es el más parecido en estructura al polietileno puro. Consiste principalmente en moléculas no ramificadas, contiene un nivel muy bajo de defectos que dificulten su organización por lo que su densidad y grado de cristalinidad son altos, comparando con los otros tipos de polietileno, típicamente las densidades que caen en el rango de aproximadamente de este polietileno son de entre $0.94 - 0.97 \text{ g/cm}^3$.

Las piezas hechas de HDPE son materiales blancos opacos que al tacto se sienten un poco cerosos, es el más rígido de todos los polietilenos, la manipulación agresiva puede producir permanente deformación, con algo de blanqueamiento en la región de la curva.

La naturaleza lineal de las cadenas del HDPE hacen que la orientación, la alineación y el empaquetado sean más eficientes y permiten el desarrollo de altos grados de cristalinidad lo que le otorgan la mayor rigidez y la menor permeabilidad de todos los tipos de polietileno. Si bien las propiedades eléctricas se ven poco afectadas por la densidad y el peso molecular del polímero, las propiedades mecánicas se encuentran fuertemente influenciadas por el peso molecular.

Su baja permeabilidad, resistencia a la corrosión y rigidez son atributos deseables de la tubería, siendo el transporte principal de agua, alcantarillado y gas natural. La buena

resistencia a la tracción del polietileno de alta densidad lo hace apto para aplicaciones de película de carga a corto plazo, como sacos de comestibles y bolsas de basura. Una ventaja adicional en tales aplicaciones es su alta resistencia a la abrasión.

El HDPE y el LDPE tienen muchas aplicaciones en común, pero en general, el HDPE es más resistente y rígido mientras que el LDPE es más flexible y transparente.

3.5. Polímeros de Polipropileno

El polipropileno es un termoplástico producido por polimerización por adición de propileno y tiene la estructura mostrada en la Figura 11. Una de las principales ventajas del PP es que debido a su baja densidad y alta rigidez permite mantener el rendimiento mecánico de las piezas mientras que se reduce el peso [Gamez-Perez, 2006]. Igualmente, tiene como ventaja una alta resistencia química, durabilidad y aislamiento eléctrico, estabilidad dimensional, brillo superficial y una resistencia al calor muy superior a la del PE, a un bajo costo.

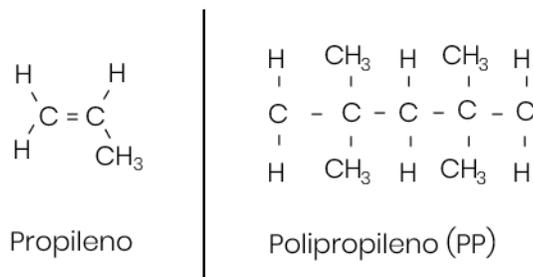


Figura 11: Monómero de Propileno y Polímero de Polipropileno

3.5.1. Tipos de PP

El PP se encuentra disponible comercialmente como homopolímero de PP y copolímero de PP. Este último se produce mediante la adición de un pequeño porcentaje de etileno durante el proceso de polimerización.

Polipropileno Homopolímero Tras la polimerización, el PP puede formar tres estructuras de cadena básica dependiendo de la posición de los grupos metilo (CH₃): isotáctico, sindiotáctico y atáctico, mostrados en la Fig.12.

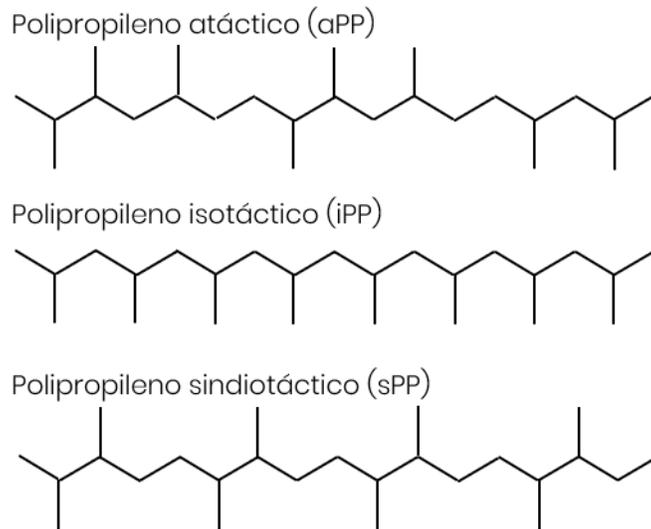


Figura 12: Configuraciones estereoquímicas del PP.

El PP isotáctico (iPP) es la forma comercial más común de PP, donde la colocación de todos los grupos metilo en el mismo lado de la cadena principal proporciona una estructura que produce fácilmente un material altamente cristalino, lo que da como resultado una buena resistencia al calor y disolventes.

Los procesos industriales están diseñados para minimizar la producción de PP atáctico, un subproducto pegajoso no cristalino de menor valor que se utiliza principalmente en adhesivos.

Polipropileno Copolímero El copolímero aleatorio PP contiene típicamente de 1.5 a 7% de etileno, en peso, como monómero. La estructura del polímero es similar a la del PP isotáctico con la adición de la inserción aleatoria de grupos etileno, lo cual evita obtener una alta cristalinidad obtenida como la de PP isotáctico.

Sin embargo, esta cristalinidad más baja da como resultado una claridad y flexibilidad mejoradas, un punto de fusión más bajo y una densidad ligeramente menor, de 0.89-0.90 g/cms. Este polímero tiene mejor tenacidad y resistencia al impacto a baja temperatura que el homopolímero PP [Selke and Culter, 2016].

3.6. Procesos de transformación

El cómo se procesan es tan importante como el conocer los materiales, ya que, sin un procesamiento correcto el material no cumpliría con las demandas físicas de la aplicación. De forma general, los procesos de transformación de los polímeros son el conjunto de operaciones que participan en la producción de objetos a partir de gránulos o polvos. En la actualidad, existe una gran variedad de procesos de transformación, algunos de los más utilizados en la industria son: moldeo por compresión, extrusión, inyección y soplado.

En todos los ciclo de transformación se pueden distinguir una serie de elementos en común:

Plastificación: Etapa en la cual se lleva al polímero a una temperatura en la que sea suficientemente fluido, es decir, a su temperatura de fusión.

Moldeo: Durante esta operación la masa fundida se hace fluir a través de cavidades, boquillas o rodillos, entre otros, dependiendo el proceso, para dar la forma deseada.

Solidificación: En esta etapa del proceso la masa fundida y formada se deja enfriar hasta que el producto adquiere estabilidad mecánica.

3.6.1. Proceso de extrusión

El proceso de extrusión, que a diferencia de los demás procesos, requiere de un dado en lugar de un molde para formar objetos con un perfil transversal definido que puede llegar a ser muy complejo. Puede ser un proceso continuo y producir una pieza indefinidamente larga o semi-continuo y producir muchas piezas de menor tamaño.

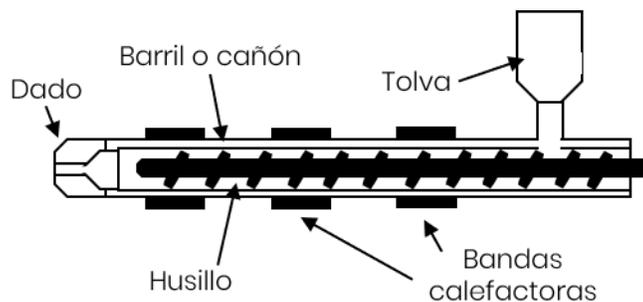


Figura 13: Representación esquemática de extrusión general.

Para producir una pieza extruida se carga el material polimérico, ya sea en forma de pellet o polvo, en la tolva para ser introducidos dentro del barril o cañón de la extrusora.

Una vez dentro, mientras que el material es desplazado a través del cañón por un tornillo sin fin, también llamado husillo, se calienta con ayuda de unas bandas calefactoras; al final de cañón, el material fundido es forzado a pasar por un dado que tiene la forma transversal deseada del producto final.

Debido a que el plástico no es muy eficiente disipando el calor, en la mayoría de los casos son necesarios los baños de agua o rodillos de enfriamiento para asegurar una correcta velocidad de enfriado y solidificación y para proporcionar tensión en la línea de extrusión, la cual resulta esencial para la calidad general del producto, se utiliza un jalador o un peletizador que al tiempo que tira del producto extruido para cortar genera esta tensión [Selke and Culter, 2016].

3.6.2. Moldeo por compresión

El moldeo por compresión es un proceso en el que el formado de piezas se realiza mediante la aplicación de presión y temperatura sobre un molde. Este proceso se utiliza principalmente en termoestables o termoestables que presentan dificultades de procesado. Este proceso es uno de los métodos de bajo costo, en comparación a otros métodos, y de menor desperdicio de material.

Para elaborar una pieza por moldeo por compresión se calienta una cavidad o molde con una cantidad ya establecida de polímero plástico, en forma de pellets o polvo, entre dos placas metálicas a una temperatura que permita al material fluir para después aplicar presión a ambas placas ocasionando que el material se extienda por el interior del molde para rellenar todas las cavidades, como se indica en la Figura 14, [Reynoso, 2018].

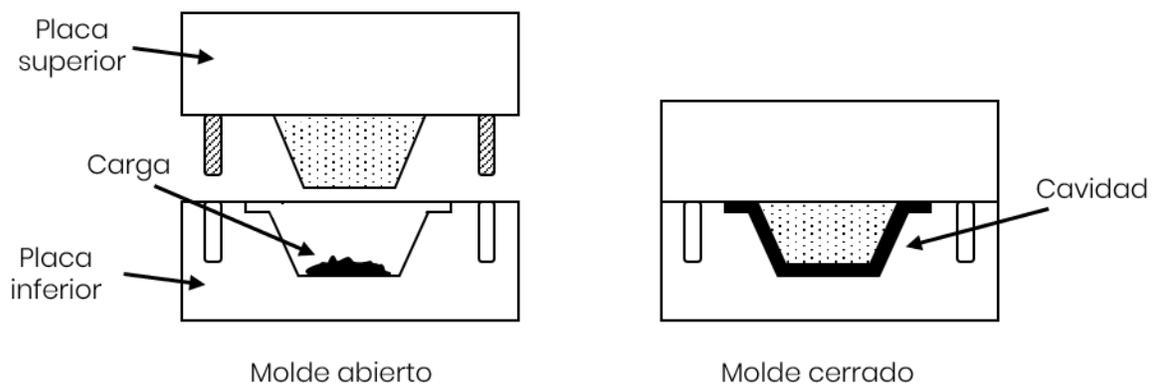


Figura 14: Esquema del proceso de moldeo por compresión.

3.7. Polímeros reforzados

Un polímero pueden ser modificado al mezclarse con aditivos o refuerzos y así conseguir compuestos propiedades más elevadas que las que se tendrían con la resina pura como mejoras mecánicas, térmicas, eléctricas, ópticas o incluso adecuar la procesabilidad. Estas modificaciones se realizan utilizando partículas a nano y microescala, con fibras o partículas y mezclas o aleaciones con otros polímeros que son añadidos a la matriz durante un proceso de extrusión y se les conoce como compounding [Caicedo et al., 2017].

Los refuerzos pueden también ser utilizados para reducir costos ya que algunos de estos son más baratos que el mismo polímero base y remplazan volumen del este. Además de que estas combinaciones reducen el peso y permiten generar formas más complejas en partes que antes eran fabricadas con metales [Díaz-Batista et al., 2015].

Se pueden emplear dos tipos de elementos de refuerzos: refuerzos discontinuos (partículas y fibras cortas) y refuerzos continuos (fibras largas, tejidos o laminados).

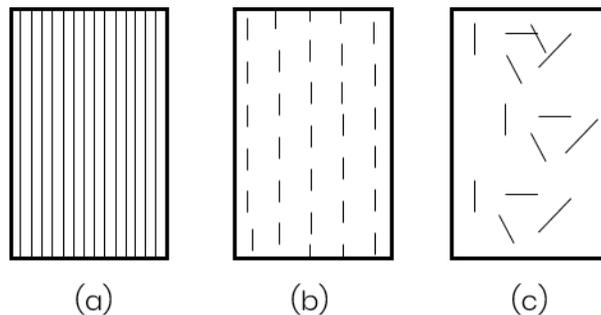


Figura 15: Esquema de tipos de refuerzos
(a) refuerzo continuo (b) refuerzo discontinuo alineado
(c) refuerzo discontinuo orientado al azar.

A este proceso de mezclar aditivos en el plástico para crear un material homogéneo se le llama proceso de composición pero es más conocido por su nombre en inglés, compounding. El proceso normalmente comienza con algún tipo de mezcla en seco y termina con una extrusora, que completa la mezcla y produce los gránulos de resina plástica que llevan los aditivos distribuidos uniformemente.

Las fibras de origen vegetal son la materia prima más usada en el refuerzo de materiales poliméricos, seguidas por las arcillas, las cuales proveen diferentes propiedades que las de las fibras vegetales [CamBioTec, 2018].

3.7.1. Refuerzo en forma de partícula

En general, al utilizar refuerzos en forma de partículas, se sabe que es más efectivo cuando se tiene mayor área superficial y se encuentran homogéneamente distribuidas ya que suelen incrementar las propiedades mecánicas. Por el contrario, los compuestos resultantes con partículas gruesas tienden a dar propiedades menores a las del material base debido a que las partículas gruesas conducen a puntos débiles en el polímero [Reynoso, 2018].

Algunas características de este tipo de refuerzo es que tiene aproximadamente el mismo tamaño en todas las direcciones, su morfología puede ser esférica, cúbica en placas o irregulares, su disposición puede ser orientada o aleatoria y por lo general, son isotrópicos.

Basalto El Basalto es una piedra de origen volcánico que contiene diversos minerales y óxidos metálicos como óxido de silicio, óxido magnesio y óxido de hierro. La idea y proceso de la formación de fibras a partir de piedras tiene alrededor de un siglo. Esta fibra de origen mineral a través de la historia se ha empleado como material de construcción y hoy en día ha ganado cierta atención se utiliza como material de refuerzo debido a sus características destacables como su buena resistencia mecánica, química, acústica y térmica, por ejemplo. Sin embargo, se ha señalado que no todos los basaltos poseen las composiciones adecuadas para producir fibras [Johannesson et al., 2017].

En el oeste de México, una localidad llamada San Lucas Evangelista, utiliza tradicionalmente este material para producir utensilios de cocina artesanales como molcajetes, metates, entre otros artículos decorativos para el hogar. Para dar la forma hueca de algunos de estos artículos, como es el molcajete, los artesanos retiran más de un 70 % del material dejando estos residuos ya en forma de polvo como uno de los más abundantes de la zona. Por lo que se busca aprovechar el potencial de este polvo de basalto para otras aplicaciones más allá de su uso tradicional [Gómez-Gómez et al., 2019].

Metacaolín El Metacaolín es un material cementante que se obtiene mediante el tratamiento térmico del caolín, un mineral natural que contiene hasta un 45 % de caolinita y el resto, en general, es cuarzo.

Bajo condiciones ambientales, el caolín es bastante estable. Sin embargo, la activación térmica en una atmósfera de aire a 500 - 900 °C da lugar a la descomposición total o parcial de la estructura cristalina, creando una fase amorfa de elevada reactividad. Esta calcinación descompone la estructura del caolín de forma que las capas de alúmina y sílice pierden su orden estructural conduciendo así a la formación del Metacaolín [Abo-

El-Enein et al., 2010]. En la Figura 16 se muestra la estructura de un caolín donde se pueden ver los tetraedros de silicio y octaedros de alúmina.

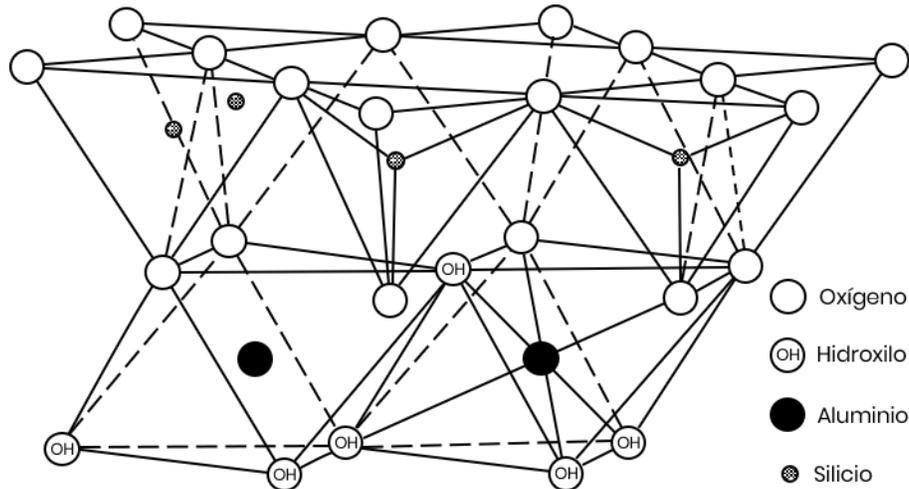


Figura 16: Estructura de un caolín.

Del Metacaolín es reconocido por contribuir en la resistencia mecánica, sin embargo, también se le conoce por reducir propiedades como la permeabilidad y durabilidad [Restrepo, 2006].

3.7.2. Refuerzo de fibra corta

La amplia disponibilidad de fibras naturales permiten enormes posibilidades para ser usados en diferentes sectores industriales, por ejemplo, en la industria automotriz se utilizan en partes como los tableros de instrumentación y partes del chasis reduciendo el peso y favoreciendo la producción de formas más complejas que antes difícilmente se construían con metales. Algunas de las ventajas más sobresalientes del uso de las fibras de origen vegetal como reemplazo de las sintéticas son en el hecho de que no son perjudiciales para la salud, tienen baja densidad, alta biodegradabilidad y su buena adhesión en algunas matrices, por ejemplo. [Díaz-Batista et al., 2015].

Algunos ejemplos de fibras naturales para reforzar polimeros son la fibra de sisal, henequén, cáscara de coco, fibra corta de yute, corteza de árbol (pino, álamo, abedul, entre otros), entre otras [López, 2018]. Los refuerzos de fibra corta se caracterizan por tener una longitud mucho mayor que su longitud transversal y a diferencia de las fibras continuas pueden o no disponer de una orientación aleatoria.

Henequén Las fibras de henequén (*Agave Fourcroydes*) se obtienen de plantas de agave, se utilizan principalmente para la fabricación de cuerdas y alfombras de las cuales se generan residuos como parte del proceso de producción. Sus ventajas se basan principalmente en que poseen una mayor resistencia mecánica que otras fibras naturales y al ser residuos del proceso de producción su uso resulta más económico [Guerra-Silva et al., 2017].

3.8. Técnicas de caracterización

Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) Uno de los métodos más utilizados y directos para realizar el análisis de aditivos y refuerzos en polímeros es la Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier, FTIR por sus siglas en inglés, ya que a través de esta técnica se identifican los grupos funcionales característicos de los materiales estudiando los fenómenos de interacción entre la materia y la radiación infrarroja que abarca el rango de números de onda de 12500 cm^{-1} a 10 cm^{-1} del espectro electromagnético. Esta zona espectral se divide en tres regiones: infrarrojo cercano (12500 cm^{-1} - 4000 cm^{-1}), infrarrojo medio (4000 cm^{-1} - 200 cm^{-1}) e infrarrojo lejano (200 cm^{-1} - 10 cm^{-1}). Siendo el infrarrojo medio el más utilizado. Cada banda en un espectro de infrarrojo representa un específico tipo de vibración.

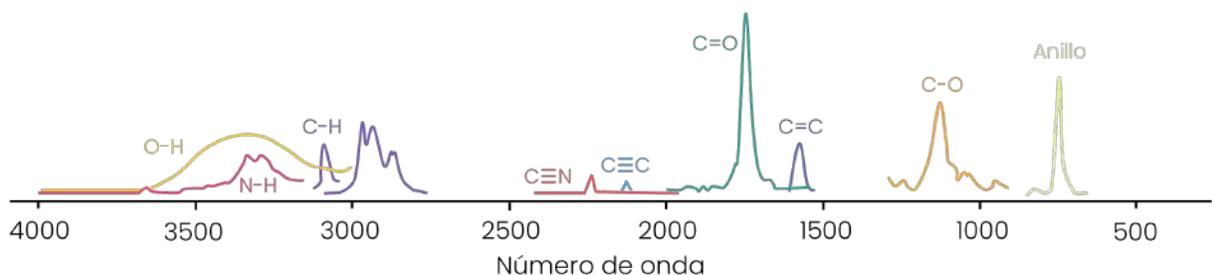


Figura 17: Posición de las bandas infrarrojas en absorbancia

Índice de Fluidéz (MFI) El índice de fluidéz, MFI por sus siglas en inglés (melt flow index), es uno de los parámetros más comunes que se especifican al describir un polímero. Es un método conveniente para expresar importantes características de flujo del polímero, lo que aclara la forma en que se puede procesar el polímero.

El método se describe en la norma ASTM D1238. Una muestra de 5 a 10 gramos se calienta a una temperatura por encima de su punto de fusión y se fuerza a que fluya a través de un capilar utilizando un pistón accionado por un peso específico, generalmente

de 2.16 kg, 5 kg o 21 kg, dependiendo del tipo de polímero. El peso de la masa fundida en gramos que fluye a través del capilar en 10 minutos es el índice de fluidez.

Análisis termogravimétrico (TGA) El análisis termogravimétrico, mejor conocido por sus siglas en inglés como TGA, es una técnica que estudia la cinética de degradación en polímeros. La técnica consiste en determinar la variación de peso de la muestra con la temperatura bajo una rampa de calentamiento. Una curva TGA típica muestra los pasos de pérdida de masa relacionados con la pérdida de componentes volátiles (humedad, solventes, monómeros), descomposición del polímero y residuos finales (ceniza, cargas) por lo que este método permite obtener información de los componentes individuales de la muestra. La primera derivada de la curva TGA con respecto al tiempo se conoce como curva DTG; es proporcional a la velocidad de descomposición de la muestra.

Calorimetría diferencial de barrido (DSC) Esta técnica consiste en medir la variación la energía endotérmica o exotérmica, en función de la temperatura y durante un tiempo en específico, de una muestra contra otra muestra referencia que tiene una C_p bien definida. Lo cual permite identificar y caracterizar materiales a través de la obtención de las temperaturas de fusión, transición vítrea, cristalización y grados de cristalinidad, por ejemplo.

Dureza La dureza es la medida de la resistencia de un material plástico a la compresión e indentación. La dureza Shore consiste en medir la profundidad en que penetra un indentador. Cuanto más grande la dureza del material a ensayar, menor la profundidad de penetración y mayor la carga aplicada. Las cargas de ensayo alcanzan 10 N (Shore A) y 50 N (Shore D).

Ensayos de Tensión Un ensayo de tensión es una de las pruebas mecánicas fundamentales donde se estudia la carga máxima que un material puede soportar sin fractura al estirarse. El producto principal de una prueba de tracción es una curva de Tensión-Defromación, como la que se muestra a continuación.

Modos de fractura Un sólido puede ser sometida a tensión en tres modos diferentes, como se ilustra en la Figura 19. El modo I es un modo de apertura en tracción, se da cuando la tensión normal es perpendicular al plano de la grieta, es el más comúnmente encontrado. El modo II, de apertura por cizalla o corte plano, ocurre cuando las superficies de la grieta se desplazan paralelamente al plano de la grieta en sentidos opuestos

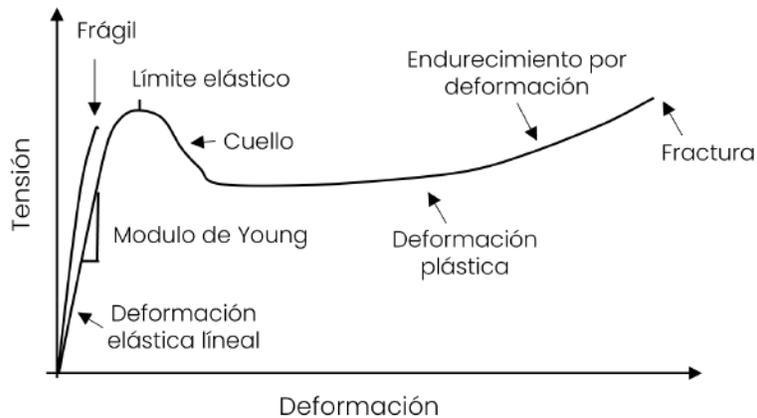


Figura 18: Curva tensión vs deformación

mientras que el modo III llamado apertura en desgarro, las superficies de la grieta también se encuentran paralelo al plano de la grieta pero estas se mueven en dirección paralela al modo de crecimiento. Las propiedades a fractura de un material dependerán del modo en el que haya sido ensayado [Gamez-Perez, 2006].

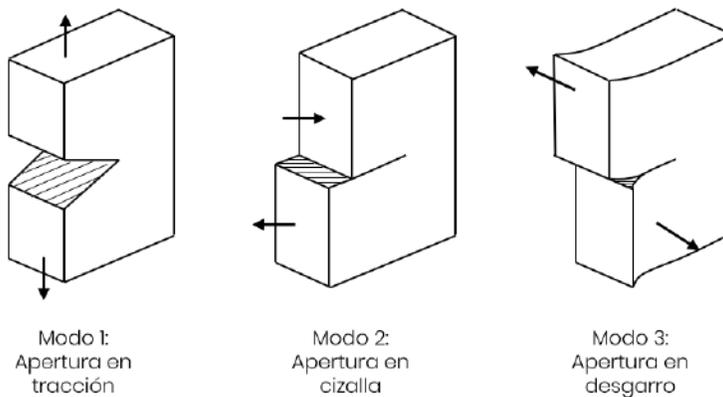


Figura 19: Representación esquemática de los tres modos simples de apertura de una grieta.

Impacto Izod La resistencia al impacto, como su nombre lo indica, es la capacidad de un material para absorber la energía de impacto sin romperse. Existen varios métodos diferentes para determinar la resistencia al impacto, uno de los más comunes es dando un golpe en un costado de la probeta con péndulo conocido como Izod. Este método se

puede realizar de dos formas distintas, impactar sobre la probeta completa o hacer una muesca sobre la probeta antes del ensayo.

Mecánica de fractura La mecánica de fractura estudia la relación entre la propagación de grietas bajo cargas estáticas y dinámicas y la oposición de los materiales al crecimiento de estas fisuras al igual que cómo ésta oposición se ve afectada por variaciones estructurales, de temperatura, con presencia de refuerzos, etc.

La mecánica de la fractura se divide en tres clasificaciones dependiendo el grado de deformaciones plásticas presentes entorno a la entalla durante el proceso de fractura: la mecánica de la fractura elástica lineal (LEFM), la mecánica de la fractura elastoplástica (EPFM) y la mecánica de la fractura post cedencia (PYFM).

LEFM: se aplica en casos donde la fractura ocurre dentro del rango del comportamiento elástico; se base en la hipótesis de que la energía requerida para que se lleve a cabo la fractura se invierte propagación de la grieta.

EPFM: se aplica a los sistemas en los que la deformación plástica delante de la grieta absorbe una considerable cantidad de energía y se basa en el concepto de la integral J, la cual expresa la energía necesaria para generar nuevas superficies de fractura, desarrollado por Rice [Rice, 1968].

PYFM: Ambas clasificaciones LEFM y EPFM solo se aplican para la caracterización de materiales frágiles y aquellos que desarrollan una limitada deformación en la punta de la grieta, respectivamente, dejando de lado a los materiales que presentan una alta ductilidad y una cedencia total del material antes de comenzar con la propagación de la grieta. La mecánica de la fractura post cedencia permite evaluar la resistencia a la fractura de este tipo de materiales a través de la técnica de trabajo esencial de fractura, mejor conocido por sus siglas en inglés EWF (Essential Work of Fracture).

Los estudios realizados por Broberg acerca del crecimiento de grieta [Broberg, 1968, Broberg, 1975] sirvieron como fundamento para que, en los años 70, Cotterell y Reddel [Cotterell and Reddel, 1977] y, posteriormente, Mai y Cotterell [Mai and Pilko, 1979, Mai and Cotterell, 1980] desarrollaran una técnica de caracterización a fractura llamada **Trabajo Esencial de Fractura (EWF)**. Técnica que se aplicó inicialmente en láminas delgadas metálicas pero a mediados de los 80's se extendió a polímeros dúctiles [Mai and Cotterell, 1986].

La técnica EWF ha sido de gran utilidad para caracterizar y optimizar la composición polímeros reforzados, analizar la relación que existe entre los procesos de fractura y diversos parámetros micro-estructurales y debido a su elevada sensibilidad esta técnica hace que sea de un particular interés para estudiar la relación procesado-propiedades y optimizar los parámetros de procesado [MasPOCH, 2010].

Trabajo Esencial de Fractura (EWF) La teoría de EWF se basa en la división de energía involucrada en un proceso de fractura dúctil (W_f) en dos términos: el trabajo esencial (W_e), que involucra la energía de propagación de la grieta, y el trabajo plástico o no esencial (W_p), que agrupa otras fuentes de energía, como la disipación de calor, por ejemplo, utilizadas durante el desarrollo del proceso de fractura [Mai and Cotterell, 1986].

$$W_f = W_e + W_p \quad (1)$$

El trabajo esencial es un parámetro de resistencia a la rotura y es proporcional al superficie de de la región donde se realiza el proceso de fractura, es decir, longitud de ligamento l por el espesor de la muestra t por lo que $W_e = lt$, por otra parte, el trabajo no esencial es proporcional al volumen $W_p = l^2t$. Reescribiendo la ecuación 1 en sus términos específicos, se obtiene la siguiente expresión.

$$W_f = W_e + W_p = w_e \cdot lt + w_p \beta \cdot l^2t \quad (2)$$

Donde w_e es el trabajo esencial específico de fractura, el cual se relaciona con la energía necesaria para que el ligamento ceda y se cree la rotura; w_p es el trabajo no esencial específico y β es un factor de forma que se relaciona con la geometría de la zona plástica.

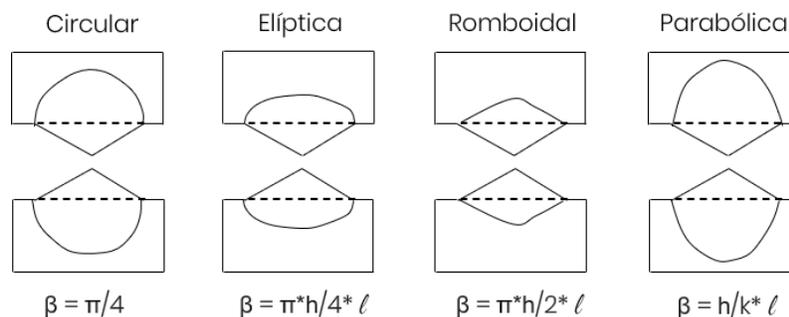


Figura 20: Geometrías de la zona plástica y la relación con el parámetro β .

Dividiendo la ecuación 2 entre la sección de ligamento, lt se obtiene el trabajo específico de fractura en función de la longitud de ligamento:

$$w_f = w_e + \beta w_p \cdot l \quad (3)$$

Esta relación lineal permite determinar el valor del termino trabajo esencial específico (w_e) como la ordenada en el origen y el término no esencial (βw_p) como la pendiente al graficar $w_f - l$ que se obtienen al fracturar probetas con diferentes longitudes de ligamento como se muestra en la Figura 21.

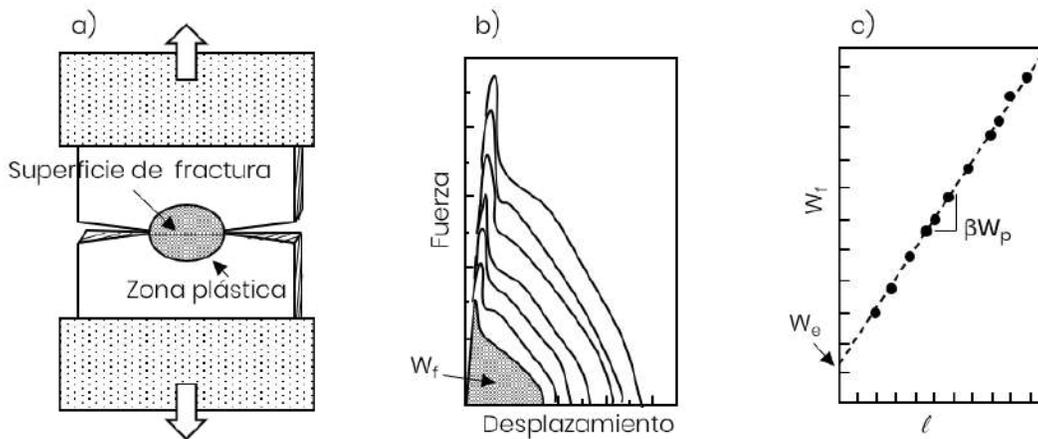


Figura 21: Esquema del proceso para realizar la técnica EWF

- a) Esquema de una probeta DDENT durante el ensayo de fractura indicando las zonas de proceso (superficie de fractura y la zona plástica) b) Curvas Fuerza - Desplazamiento c) Gráfica de regresión lineal de w_f frente a l .

Para aplicar correctamente esta técnica se tienen que cumplir los siguientes criterios experimentales [Lladó, 2012]:

Se debe garantizar que la regularidad geométrica de en las muescas de las probetas DDENT sea homogénea, lo cual se verá reflejado en la semejanza de las curvas Fuerza - Desplazamiento durante la fractura; cuando se producen errores experimentales como una mala colocación de la probeta o la entalla se hace mal se suelen tener como resultado desviaciones en las curvas.

La sección de ligamento debe estar en cedencia antes de propagarse la grieta.

La fractura debe ser bajo condiciones de tensión plana para que w_e y βw_p sean independientes a la longitud del ligamento Las longitudes de ligamento deben encontrarse en un rango en el que l sea entre 3 a 5 veces t y menor a $W/3$ donde W es el ancho de la probeta DDENT, mostrada en la Figura 22, es decir, $3 - 5 \cdot t < l < W/3$

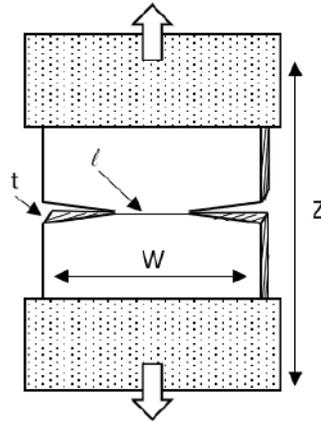


Figura 22: Esquema de una probeta DDENT

Microscopía electrónica de barrido (SEM) El microscopio electrónico de barrido, SEM por sus siglas en inglés, se encuentra diseñado para estudiar las superficies de materiales sólidos utilizando un haz de electrones que estimula la emisión de electrones dispersados de alta energía y electrones secundarios de baja energía de la superficie de la muestra. La muestra debe ser eléctricamente conductora; de lo contrario, no se obtendría una imagen nítida. La conductividad generalmente se logra evaporando una película de metal, como el oro, de 50-100 angstroms de espesor sobre la muestra por vacío [Reynoso, 2018].

4. Materiales, métodos y técnicas experimentales

En este capítulo se presentan los materiales empleados y se indican los aspectos de carácter experimental relacionados con las técnicas utilizadas para la elaboración de las probetas y la caracterización de las mismas.

4.1. Materiales y métodos experimentales

Para realizar esta Tesis se utilizaron tres materiales compuestos con poliolefinas, PE y PP, como matriz polimérica; fibra corta de Henequén y partículas de Basalto y Metacaolín como refuerzos. A continuación se muestran las propiedades de cada material de acuerdo a la ficha técnica de los proveedores.

HDPE Resina HSB0655, copolímero de alta densidad de Braskem Idesa.
Índice de fluidez 0.35 g/10 min
Densidad 0.953 g/cm³
Resistencia a la tensión 25 MPa

LDPE Homopolímero de baja densidad grado 20020P de Pemex Petroquímica.
Índice de fluidez 1.8 - 2.3 g/10 min
Densidad 0.9195 - 0.9230 g/cm³
Resistencia a la tensión 10.9 MPa

PP Polipropileno homopolímero Formolene 1102KR de Formosa Plastics.
Índice de fluidez 4 g/10 min
Densidad 0.9 g/cm³
Resistencia a la tensión 36 MPa

Metacaolín IMERS Kaolin de Meta Star 501
Densidad 2.5 g/cm³
Tamaño de partícula 1.2 μm

Basalto Residuos en forma de polvo obtenidos del trabajo de los artesanos del pueblo de San Lucas Evangelista, Jalisco, México. No se tiene una hoja técnica.

Henequén Obtenido de la cordelería Santa Inés en Yucatán, México [Torres, 2020].

Densidad 1 g/cm³

Densidad lineal 18 denier

Resistencia a la tensión 12 MPa

Para la elaboración de las probetas el primer proceso realizado fue el de compounding para crear el material compuesto con las diferentes concentraciones, sin embargo, antes de comenzar con este fue necesario realizar un tratamiento previo en cada uno de los materiales de refuerzo.

Preparación de materiales Para el caso del metacaolín, debido a su estructura laminar, se realizó una exfoliación para asegurar una mejor calidad durante el procesado, evitando con esta exfoliación aglomeraciones que podrían causar la acumulación de humedad entre las laminas de la estructura del metacaolín y unificar la cantidad de material distribuido en el polímero base.

Se utilizó un tamiz del número 40 para obtener un tamaño de partícula más homogéneo del polvo de Basalto.

Y se realizó un secado a 1.2 kg de PP a 80°C y 204 g de henequén a 100°C (120 g para 10 %, 60 g para 5 % y 24 g para 2 % de concentración) en un horno Fisher Scientific OV701F durante 24 h para eliminar la mayor cantidad de agua y obtener una mejor calidad durante el procesado.

Compounding El proceso de composición se realizó en una extrusora de doble husillo y nueve zonas ZRD-18 de Coperion bajo las siguientes condiciones:

PE Mezclas de HDPE y LDPE

Tiempo de residencia 1.53 min

Velocidad de husillo 180 rpm

Temperatura en las zonas 120/135/145/160/170/180/190/200/215 °C

PP Mezcla de PP

Tiempo de residencia 1.50 min

Velocidad de husillo 190 rpm

Temperatura en las zonas 130/140/160/175/190/200/210/220/230 °C

El producto extruído pasó por un baño de agua para su solificación y se conecto a una peletizadora SP 50 Pure de Coperion con una velocidad de corte de 370 rpm. Una vez obtenidos los pellets se realizo otro proceso de extrusión para garantizar una

mejor homogeneización del refuerzo sobre la matriz. Se obtuvieron las concentraciones mostradas en el Tabla 2.

HDPE	LDPE	PP
Metacaolín	Basalto	Henequén
2%	3%	2%
5%	6%	5%
8%	9%	10%
10%		

Tabla 2: Concentraciones de materiales compuestos.

La segunda etapa consistió en la preparación de las placas de las cuales se haría la obtención de las probetas, para la cual se realizó un proceso de moldeo por compresión. Para comenzar el proceso, se determinó la cantidad de material a emplear para obtener placas con 1 mm de espesor mediante la ecuación 4, donde, g es la cantidad de material en gramos necesario para la fabricación de las placas, L_i es el largo interno del marco, A_i el ancho interno del marco, E el espesor y ρ la densidad de cada termoplástico.

$$g = (L_i \cdot A_i) \cdot \frac{E}{\rho} \quad (4)$$

Seguido, se acomodó en el molde y esta a su vez se puso en una prensa de platos calientes, CARVER modelo 4122, como se ilustra en la Figura 23, a temperatura de procesamiento del HDPE, LDPE y PP y con una presión de 1 tonelada la cual se aplicó progresivamente, finalmente el enfriamiento de las placas se realizó en otra prensa hidráulica, sin temperatura y a la misma presión

Una vez obtenidas las placas se prosiguió a cortar las probetas bajo los lineamientos de la norma correspondiente a cada técnica de caracterización.

4.2. Técnicas experimentales

Los materiales se analizaron mediante distintas técnicas para obtener información tanto del tipo morfológico y estructural, de composición así como para evaluar el comportamiento mecánico y térmico.

4.2.1. Caracterización de composición

FTIR Para realizar la prueba se utilizó un equipo Frontier de Perkin Elmer en un rango de $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$, con las muestras en forma de pellet.

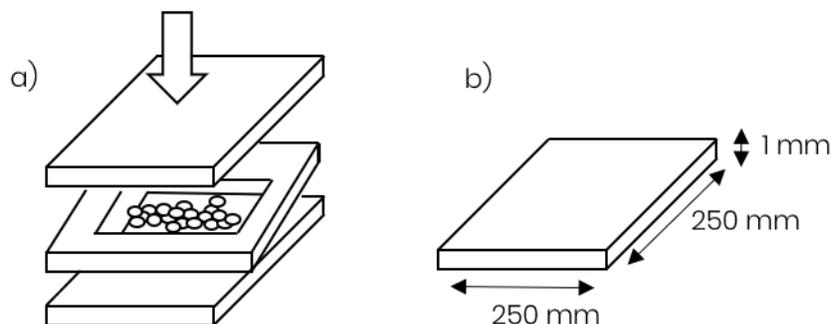


Figura 23: Representación gráfica del proceso de prensado
 (a) esquema del proceso de moldeo por compresión
 (b) dimensiones de las placas obtenidas.

4.2.2. Caracterización térmica

MFI El proceso llevado a cabo para la prueba de índice de fluidez fue el descrito en el método de prueba para índices de flujo de fusión de termoplásticos mediante plastómetro de extrusión de la Asociación Americana para Pruebas y Materiales (ASTM) [ASTM D1238, 2013] en un plastómetro Davenport MFI-10. Bajo las siguientes condiciones, para las mezclas con PE como matriz se utilizó una temperatura de 190° y una temperatura de 230° para las mezclas de PP con una carga de 2.16 kg en ambos casos.

TGA Para realizar esta caracterización se utilizó un equipo 4000 System de Perkin Elmer. Las mediciones fueron hechas bajo una atmósfera inicial de nitrógeno (50 ml/min) seguido de un cambio, a los 600 °C, por una atmósfera de oxígeno (50 ml/min), y con rampas de calentamiento, $\beta = 10, 20$ y 30 °C /min

DSC La prueba fue llevada a cabo en un equipo Discovery 250 de TA Instruments, todas las muestras fueron sometidas al mismo programa térmico mostrado en la Figura 24. Se han realizado dos barridos que consisten en una rampa de calentamiento de 10 °C/min que va desde los 20°C a los 230°C; donde el primero se realizó con la finalidad de borrar el historial térmico y mecánico de la muestra.

Para el cálculo del porcentaje de cristalinidad se utilizaron los valores de entalpía de fusión $\Delta H_{f100\%} = 293$ j/g para los PE y $\Delta H_{f100\%} = 207$ para el PP [Schubnell, 2001].

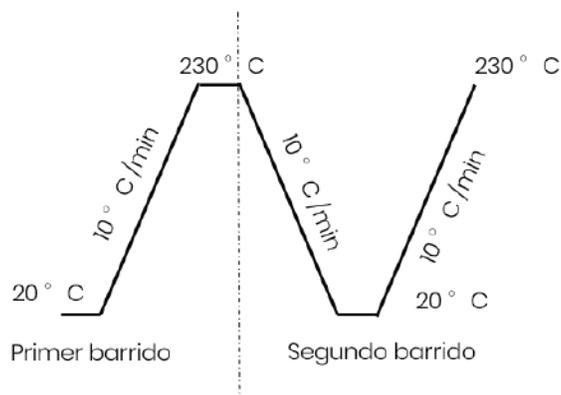


Figura 24: Esquema de los ciclos programados para el análisis de las muestras por DSC.

4.2.3. Caracterización mecánica y a fractura

Dureza Se utilizó un durómetro digital Zwick Roell 3130 para realizar esta prueba.

Tensión Esta prueba fue llevada a cabo en una máquina universal MTS Insinght bajo lo establecido con la norma ATSM D638 [ASTM D638, 2014] para las probetas tipo I, con 50 mm/min para las probetas de PE y 10 mm/min para las de PP.

Izod Para realizar esta prueba se utilizó un péndulo de impacto Charpy-Izod modelo PIT-25 MetroTec con un péndulo de 11 J y un ángulo de liberación del martillo de impacto de 150°, se utilizaron probetas sin entalla con las medidas establecidas bajo la norma ATSM D256 [ASTM D256, 2010].

EWF Los ensayos EWF se realizaron en una máquina universal MTS Insinght, utilizando una célula de carga de 1 kN y siguiendo las especificaciones del protocolo de la ESIS (European Structural Integrity Society). Las condiciones de ensayo fueron las mismas a las empleadas en los ensayos de tracción (velocidad de separación de mordazas de 10 mm/min a temperatura ambiente. Se prepararon probetas de doble entalla agudizada (DDENT), cuyas dimensiones fueron de 35 x 100 x 1 mm; con una zona de agarre de 15 mm para cada mordaza y una longitud de ligamiento de entre 5 y 20 mm.

SEM El análisis fractográfico se llevó a cabo utilizando un microscopio electrónico de barrido modelo JSM-7200F, marca Jeol.

5. Resultados

5.1. Caracterización de composición

5.1.1. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

Las Figuras 25 y 26 muestran los espectros de las muestras de HDPE reforzado con metacaolín y LDPE reforzado con basalto, respectivamente. Las principales vibraciones de estiramiento del PE aparecen a 2915 y 2848 cm^{-1} . El modo de flexión principal del CH_2 se ubica entre 1475 y 1463 cm^{-1} , en el caso de HDPE esta banda se ubican en 1462 cm^{-1} ; mientras que para LDPE a 1463 cm^{-1} .

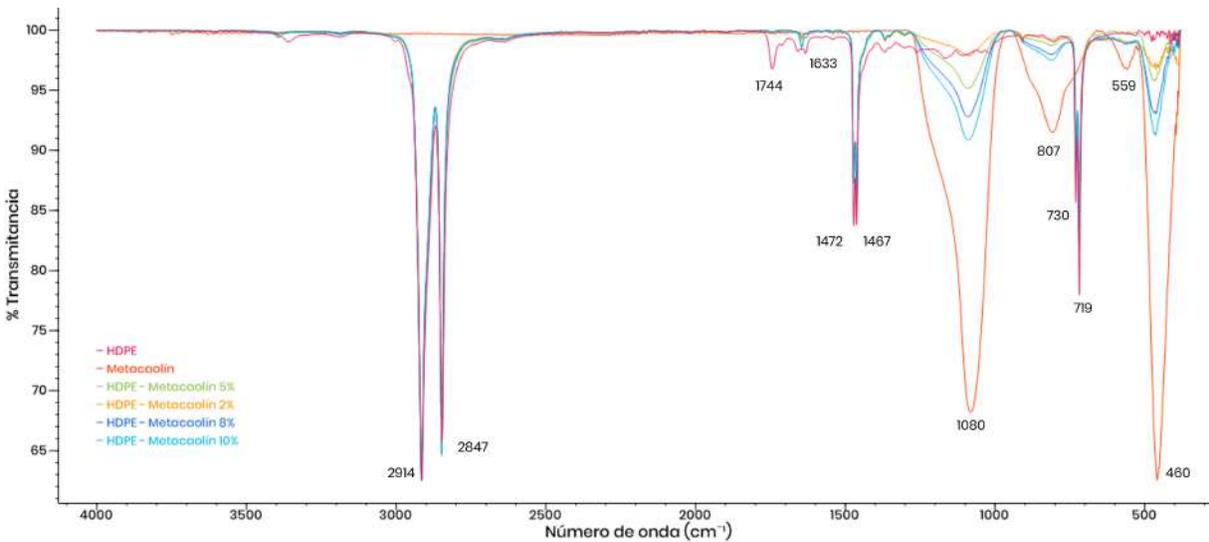


Figura 25: Espectro FTIR de HDPE con metacaolín

En la figura 26 se observa que a pesar del aumento en la concentración de basalto no hay un cambio significativo y se comporta mayoritariamente como LDPE; es decir la integración del basalto no genera ningún tipo de cambio en el enlace.

La Figura 27 muestra los espectros ATR-FTIR de PP reforzado con henequén. Las bandas a 2950 cm^{-1} , 2917 cm^{-1} , 2868 cm^{-1} , 2838 cm^{-1} están asociadas respectivamente con vibración de estiramiento asimétrico CH_2 , vibración de estiramiento asimétrico CH_3 , vibración de estiramiento simétrico CH_3 y vibración de estiramiento CH_2 simétrico, las cuales se presentan en la cadena principal del polímero PP. Mientras que la banda que se encuentra entre 3600 y 3100 cm^{-1} , en el espectro de la fibra de henequén, se puede atribuir a los grupos OH de la celulosa [Dzul, 2015].

Tabla 3: Bandas características en espectro FTIR de HDPE y Metacaolín

	Banda (cm^{-1})	Identificación de componente/molécula
HDPE	2914	vibración de estiramiento CH
	2847	vibración de estiramiento CH
	1472	flexión del grupo CH_2
	1467	vibración de flexión CH_2
	730	flexión asimétrica CH_2
	719	vibración de flexión asimétrica CH_2
Metacaolín	1080	vibración de estiramiento SiO
	807	vibración de estiramiento Al
	460	flexión de O-Si-O

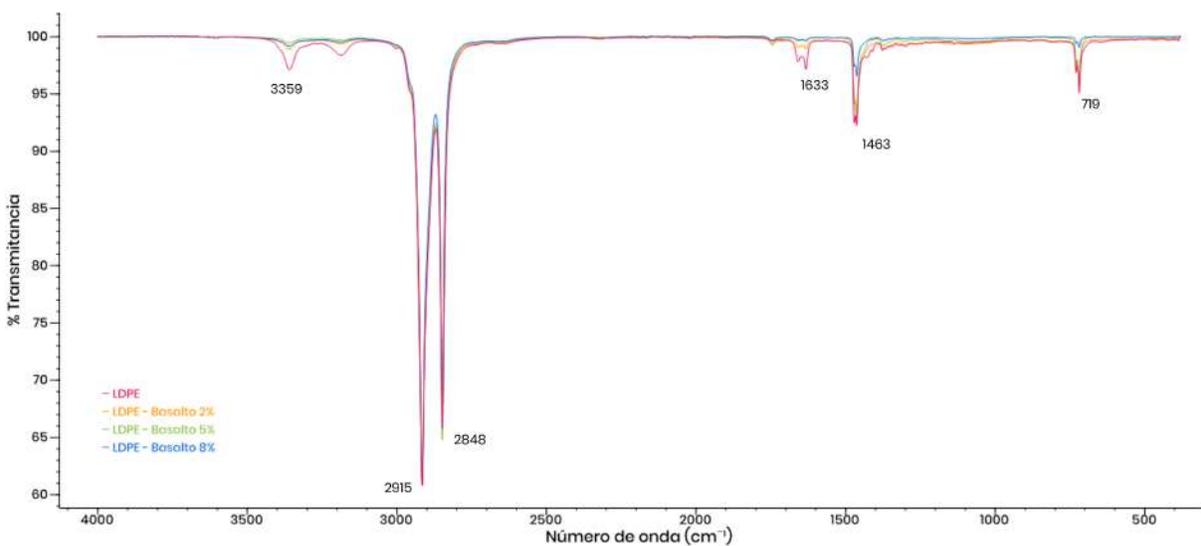


Figura 26: Espectro FTIR de LDPE con basalto

Tabla 4: Bandas características en espectro FTIR de LDPE y Basalto

	Banda (cm^{-1})	Identificación de componente/molécula
LDPE	3359	vibración de grupos OH
	2915	vibración de estiramiento CH
	2848	vibración de estiramiento CH
	1633	vibración de flexión CH_2
	1463	vibración de flexión CH_3
	719	flexión balanceo en el plano CH_2

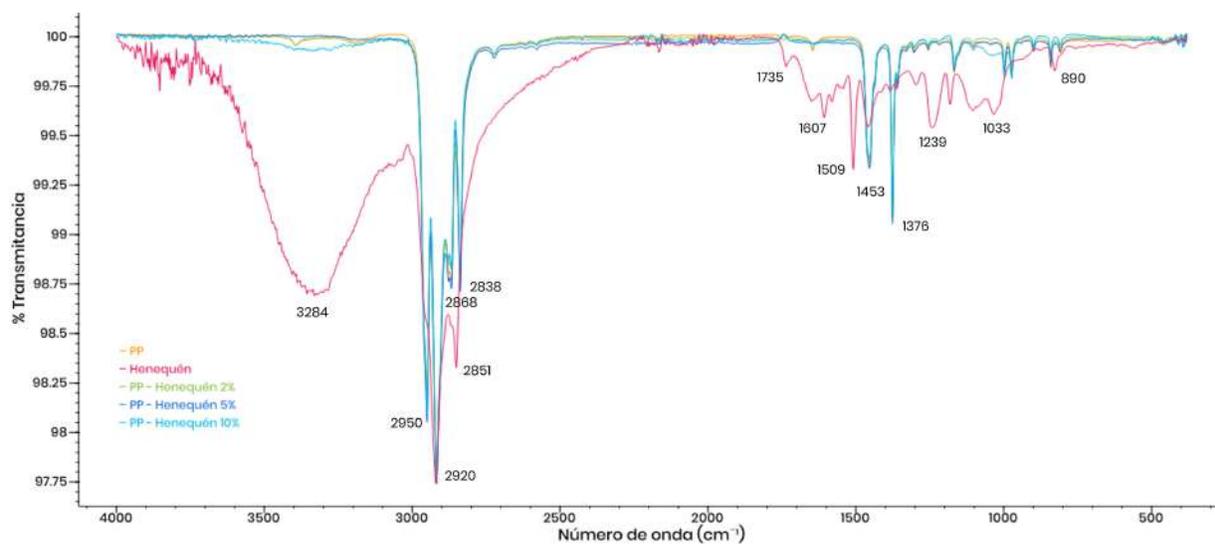


Figura 27: Espectro FTIR de PP con henequén

Tabla 5: Bandas características en espectro FTIR de PP y Henequén

	Banda (cm^{-1})	Identificación de componente/molécula
PP	2950	vibración de estiramiento asimétrico CH_2
	2917	vibración de estiramiento asimétrico CH_3
	2868	vibración de estiramiento simétrico CH_3
	2838	vibración de estiramiento CH_2 simétrico
	1453	estiramiento asimétrico CH_3
	1376	vibración de deformación simétrica del CH_3
Henequén	3284	vibraciones de estiramiento OH de celulosa
	2920	vibración de estiramiento CH
	1735	estiramiento CO en hemicelulosa
	1607	vibración CC de la lignina
	1509	estiramiento de anillo benceno y OCH_3 de lignina
	1239	vibración de estiramiento CO de hemicelulosa
	890	estiramiento CO de celulosa

5.2. Caracterización térmica

5.2.1. Índice de Fluidéz (MFI)

En las siguientes tablas se presentan los resultados obtenidos en la prueba de MFI para cada concentración de los diferentes materiales compuestos.

Tabla 6: Resultados MFI.

HDPE - Metacaolín		LDPE - Basalto		PP - Henequén	
Mezcla	(g/10 min)	Mezcla	(g/10 min)	Mezcla	(g/10 min)
0 %	0.35	0 %	2.28	0 %	4.76
2 %	0.41	3 %	1.75	2 %	5.78
5 %	0.30	6 %	1.81	5 %	4.90
8 %	0.33	9 %	1.85	10 %	3.27
10 %	0.39				

El índice de fluidez, presentado en la tabla 6, de las resinas puras son el valor obtenido experimentalmente; de los cuales, comparado con valor de la hoja técnica, el LDPE aumento un 0.5 g/ 10 min y el PP 0.76 g/10 min mientras que el de HDPE no cambio. De forma general, se puede observar que al incorporar la fase del refuerzo se tiene una disminución del índice de fluidez y esta disminución es más apreciable con el aumento de carga de refuerzo.

En la mezcla de de HDPE con Metacaolín, en contraste con las otras mezclas, no presenta ningún tipo de tendencia clara, con 5 % y 8 % de carga la fluidez disminuye respecto al índice de fluidez del HDPE y con 2 % y 10 % es mayor y se requeriría realizar más pruebas para dar explicación a este comportamiento.

La mezcla de LDPE y Basalto presenta un aumento de viscosidad con el aumento de la concentración de carga, sin embargo, se mantiene el índice de fluidez de las mezclas por debajo al índice de fluidez del LDPE.

Con el aumento de la concentración de carga, en la mezcla de PP con Henequén, el índice de fluidez tiende a disminuir; sin embargo, la mezclas de 2 % y 5 %, presentan una viscosidad notablemente menor a la del PP, lo cual se puede atribuir con el contenido de agua en la fibra de Hénequén, ya que durante el procesado de esta mezcla esta mezcla no paso por ningún proceso para la eliminación de agua.

5.2.2. Análisis termogravimétrico (TGA)

En las Tablas 7, 8 y 9 se muestran los resultados obtenidos por TGA, donde las rampas de calentamiento se representan por β ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$), T_0 es la temperatura inicial a la que comienza la degradación de material y T_f la temperatura final de la degradación y P_i es el punto de inflexión de la curva DTG, que indica la temperatura a la que la tasa de pérdida de masa es máxima. La masa promedio es de $6.5 \text{ mg} \pm 1.0 \text{ mg}$ y un porcentaje de masa de residual a una temperatura de $600 \text{ }^{\circ}\text{C}$ para todas las mezclas.

Todos los materiales muestran un comportamiento de degradación similar donde la degradación máxima para cada tipo de mezcla se ubicó en un rango de entre los 490 y $530 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Tabla 7: Resultados TGA de mezclas HDPE y metacaolín.

	$^{\circ}\text{C}/\text{min}$		$^{\circ}\text{C}$		$\%$
	β	T_0	T_f	P_i	M_r
0 %	10	470.96	505.54	497.09	0
	20	489.09	518.22	509.23	0
	30	496.45	526.98	515.89	0
2 %	10	473.04	503.22	495.64	0
	20	482.03	517.05	505	0.03
	30	489.78	525.44	514.1	0
5 %	10	473.96	505.22	493.49	2.62
	20	480.63	515.56	499.78	3.42
	30	492.76	527.88	515.25	3.44
8 %	10	474.27	504.48	489.73	6.47
	20	489.48	521.36	510.58	7.05
	30	497.02	528.78	516.14	6.91
10 %	10	478.32	507.09	494.81	6.00
	20	492.22	521.53	509.94	9.90
	30	499.62	529.378	518.32	9.92

En las tablas se nota que con el aumento de la rampa de calentamiento β , las temperaturas de descomposición aumentan también. Este cambio ocurre porque a velocidades de calentamiento más altas, la muestra está a una cierta temperatura durante intervalos de tiempo más cortos, en comparación con velocidades de calentamiento más bajas. Así, las rampas de calentamiento más altas se desplazan hacia temperaturas ligeramente más altas.

Tabla 8: Resultados TGA de las mezclas LDPE y basalto.

BST	°C/min	°C			%
	β	T_0	T_f	P_i	M_r
0 %	10	464.05	500.02	486.01	0
	20	474.57	512.62	500.61	0
	30	485.89	521.28	505.95	0
3 %	10	468.89	500.85	489.94	2.37
	20	479.22	511.05	497.21	0.76
	30	479.97	517.25	500.86	1.06
6 %	10	469.95	198	488.78	4.36
	20	478.44	513.04	501.72	3.75
	30	485.61	521.03	508.81	4.03
9 %	10	466.36	499.15	489.82	5.88
	20	474.64	512.09	499.46	6.41
	30	481.62	519.68	505.73	6.16

Tabla 9: Resultados de TGA de las mezclas de PP y henequén.

Hen	°C/min	°C			%
	β	T_0	T_f	P_i	M_r
0 %	10	453.38	491.11	478.84	0
	20	459.16	497.86	484.71	0
	30	468.17	506.43	490.12	0
2 %	10	447.95	483.62	470.75	0
	20	460.01	497.34	480.36	0
	30	470.43	508.58	497.19	0
5 %	10	447.75	485.52	473.23	0
	20	480.05	515.56	499.78	0
	30	492.72	527.88	515.25	0
10 %	10	446.5	486.34	474.12	0
	20	461.08	501.78	489.07	0
	30	456.29	504.39	489.04	0

5.2.3. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

En las Tablas 10, 11 y 12 se puede apreciar que tanto la cristalinidad como la entalpía disminuyen con el aumento de porcentaje de concentración del refuerzo, mientras que en las Figuras 28, 29 y 30 se puede notar un ligero corrimiento de los picos; la temperatura de fusión, T_m , aumenta con el aumento de la concentración de refuerzo, es decir, los refuerzos impiden el movimiento de las cadenas, lo que implica que si se esta dando una interacción entre el refuerzo y la matriz, sin embargo, esta no resulta muy favorecedora para la cristalización.

Tabla 10: Resultados de DSC de las mezclas de HDPE y metacaolín.

HDPE	0 % MTK	2 % MTK	5 % MTK	8 % MTK	10 % MTK
T_m (°C)	105.63	116.62	116.50	117.04	116.96
Entalpía (J/g)	186.73	165.15	160.72	154.93	154.20
% Cristalinidad	64.39	56.95	55.42	53.43	53.17

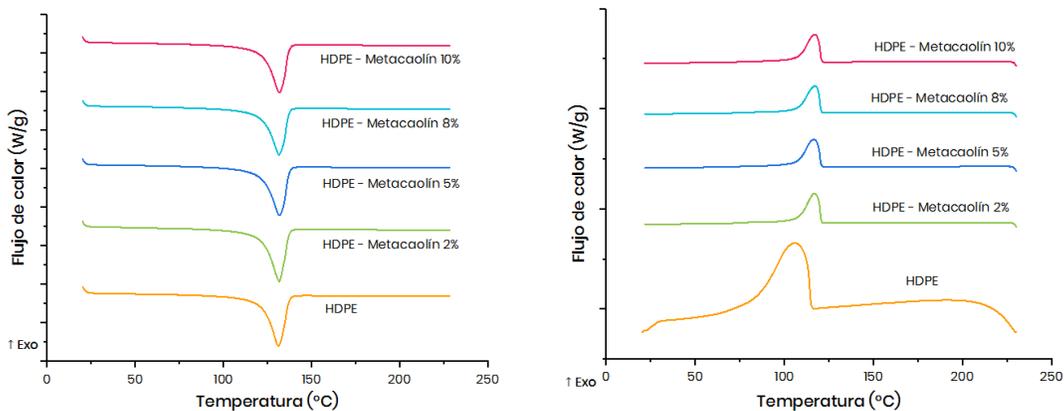


Figura 28: Gráficas DSC de las mezclas de HDPE y metacaolín.

Tabla 11: Resultados DSC de cristalinidad de las mezclas de LDPE y basalto.

LDPE	0 % BST	3 % BST	6 % BST	9 % BST
T _m (°C)	94.62	94.49	94.88	96.21
Entalpía (J/g)	77.062	74.369	73.769	69.003
% Cristalinidad	26.25	25.33	25.13	23.50

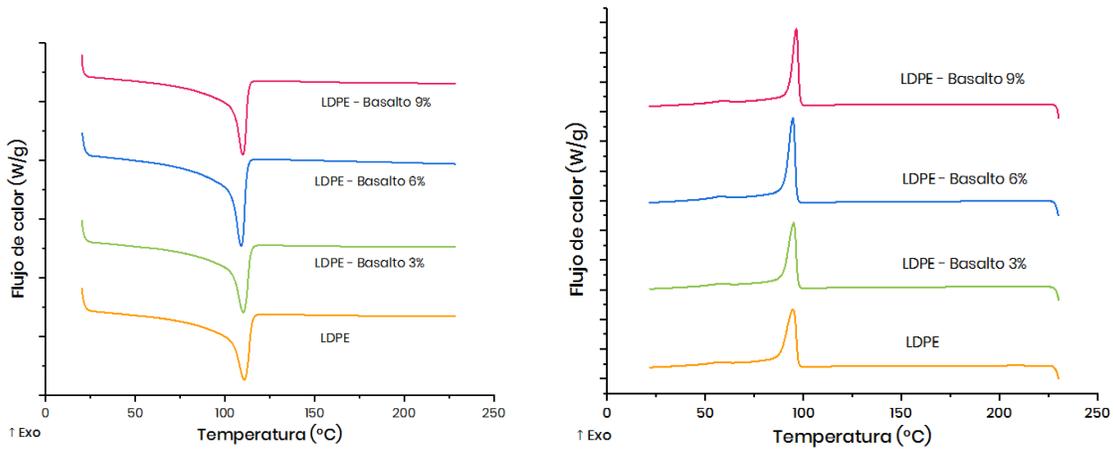


Figura 29: Gráficas DSC de las mezclas de LDPE y basalto.

Tabla 12: Resultados DSC de las mezclas de PP y henequén.

PP	0 % Hen	2 % Hen	5 % Hen	10 % Hen
T _m (°C)	111.45	119.11	121.66	122.76
Entalpía (J/g)	100.21	103.44	102.67	95.85
% Cristalinidad	68.64	49.7	49.6	45.31

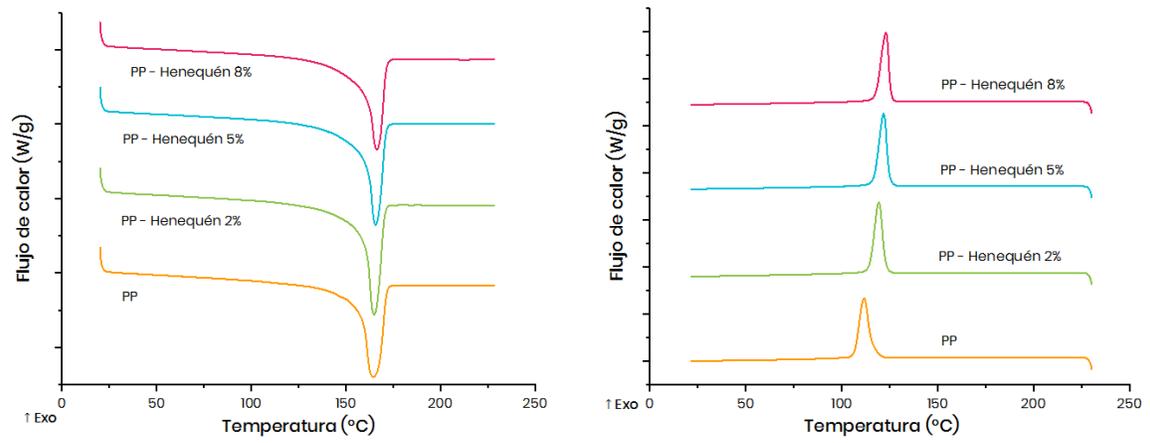


Figura 30: Gráficas DSC de las mezclas de PP y henequén.

5.3. Caracterización mecánica

5.3.1. Dureza

Las Tablas 13, 14 y 15 se muestran la dureza promedio para cada mezcla. Ningún grupo presenta algún tipo de tendencia con el aumento de concentración de refuerzo y las dureza promedio de las probetas se encuentran en un rango de dureza Shore D de entre 60 y 64 para las mezclas de HDPE con Metacaolín, 44 y 49 para las de LDPE con refuerzo de partículas de basalto y 68 y 74 para las probetas de PP y henequén.

Para la mezcla de HDPE con refuerzo de Metacaolín, la dureza de las probetas con 2 y 5 % de concentración son ligeramente inferiores a la del HDPE sin refuerzo mientras que las mezclas de 5 y 10 % tienen una dureza mayor, de 62.09 y 63.50 respectivamente.

HDPE - Metacaolín %	Dureza promedio	Desviación estándar (\pm)
0	60.22	0.74
2	59.80	1.52
5	62.09	0.95
8	60.02	0.76
10	63.50	0.71

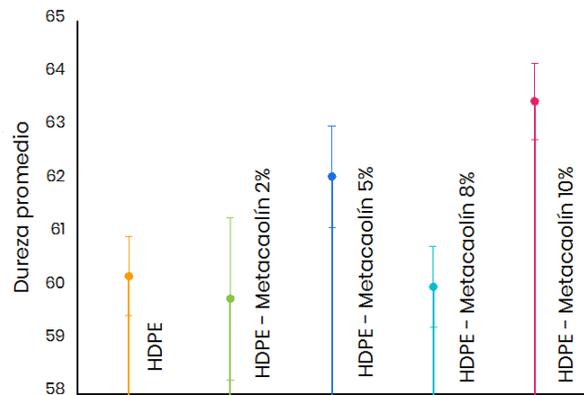


Tabla 13: Dureza promedio HDPE - Metacaolín

La dureza promedio de las mezclas fueron menor respecto a la dureza del LDPE, sin embargo tampoco no presentan algún tipo de tendencia con el aumento de refuerzo puesto que la mezclas de 3 y 9% varían por 0.06 y la dureza de la mezcla con una concentración de 6% es la menor de todo el grupo con 44.84.

La dureza promedio de las mezclas de PP reforzado con fibras de henequén es mayor que la de la resina pura, siendo la de 5% la de mayor dureza con 5.3 más que la resina pura.

LDPE - Basalto %	Dureza promedio	Desviación estándar (\pm)
0	48.94	1.01
3	45.32	1.31
6	44.84	0.23
9	45.38	0.86

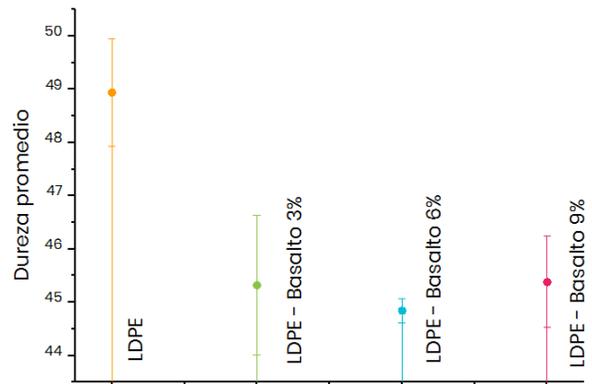


Tabla 14: Dureza promedio LDPE - Basalto

PP - Henequén %	Dureza promedio	Desviación estándar (\pm)
0	68.56	1.81
2	71.46	1.83
5	73.84	1.38
10	72.08	1.94

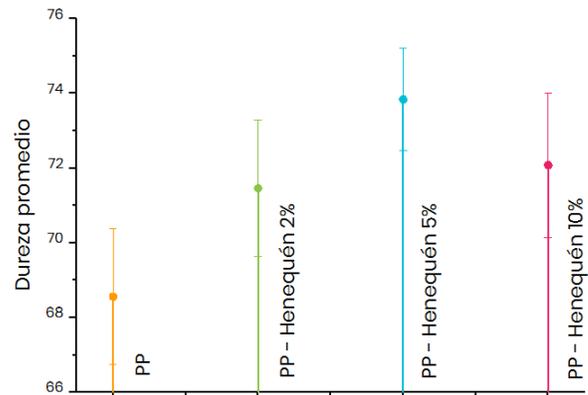


Tabla 15: Dureza promedio PP - Henequén

5.3.2. Tensión

Las Tablas 16, 17 y 18 presentan las propiedades mecánicas del Módulo de Young (E), la resistencia máxima a la tensión (σ) y el porcentaje de deformación máximo (ϵ) de cada unidad; mientras que las Figuras 31, 32 y 33 muestran las curvas de Tensión-Deformación de las mezclas preparadas.

La Figura 31 corresponde a la curva Tensión-Deformación de la mezcla HDPE reforzado con metacaolín en la cual se aprecia que todas las curvas tienen un comportamiento similar, una caída de tensión posterior al esfuerzo máximo dando paso a una deformación continua hasta la rotura. Se aparenta una tendencia del aumento de resistencia a la tensión con el aumento de carga de metacaolín, sin embargo, la mezcla con 5% de metacaolín sale de esta tendencia al presentar mayor resistencia y la menor ductilidad,

comparado con el resto de las mezclas. Por otra parte, el porcentaje de deformación máximo no expone ningún tipo de tendencia.

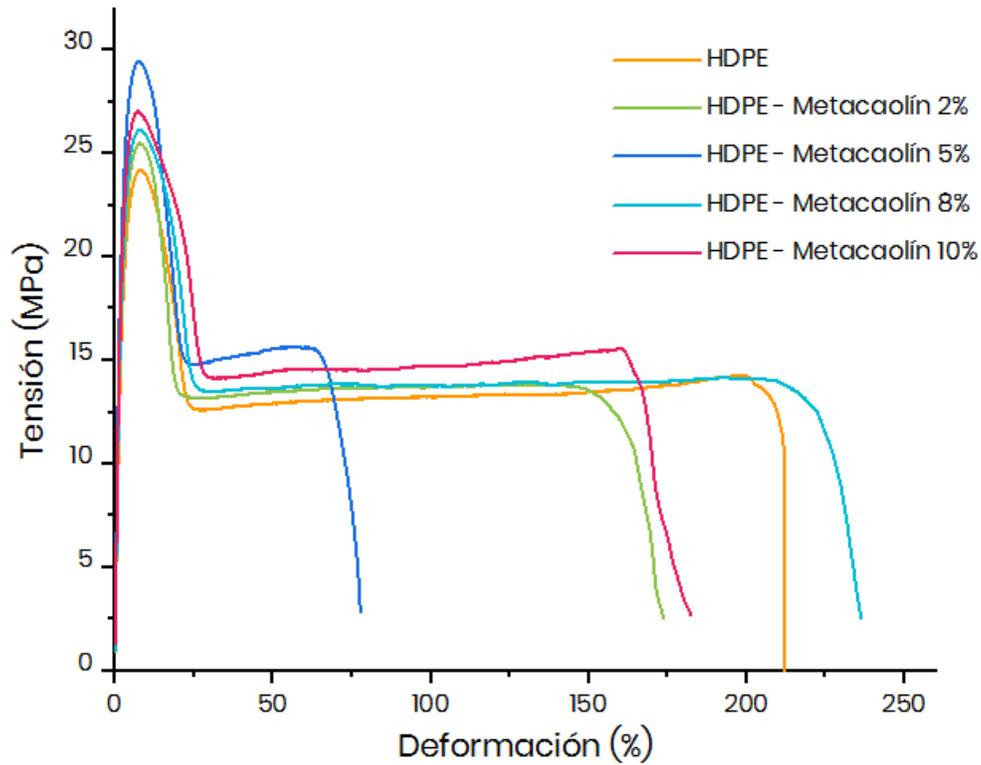


Figura 31: Gráfica Tensión-Deformación de HDPE metacaolín

Tabla 16: Propiedades mecánicas de HDPE reforzado con metacaolín.

Concentración	E (GPa)	σ max (MPa)	ϵ max (%)
0 %	11.00	24.18	212.13
2 %	11.93	25.47	173.79
5 %	14.36	29.42	77.59
8 %	12.82	26.12	236.17
10 %	13.37	27.03	182.41

La Figura 32 muestra la curva Tensión-Deformación de la mezcla LDPE reforzado con partículas de basalto, este grupo de mezclas presenta todas las regiones de una curva Tensión-Deformación: el rango elástico, la zona de deformación plástica, la zona

de deformación continua en la cual se propaga el cuello de la probeta y la zona de endurecimiento por deformación hasta llegar la rotura, no obstante, las curvas de las mezclas con refuerzo son muy distintas a la del LDPE.

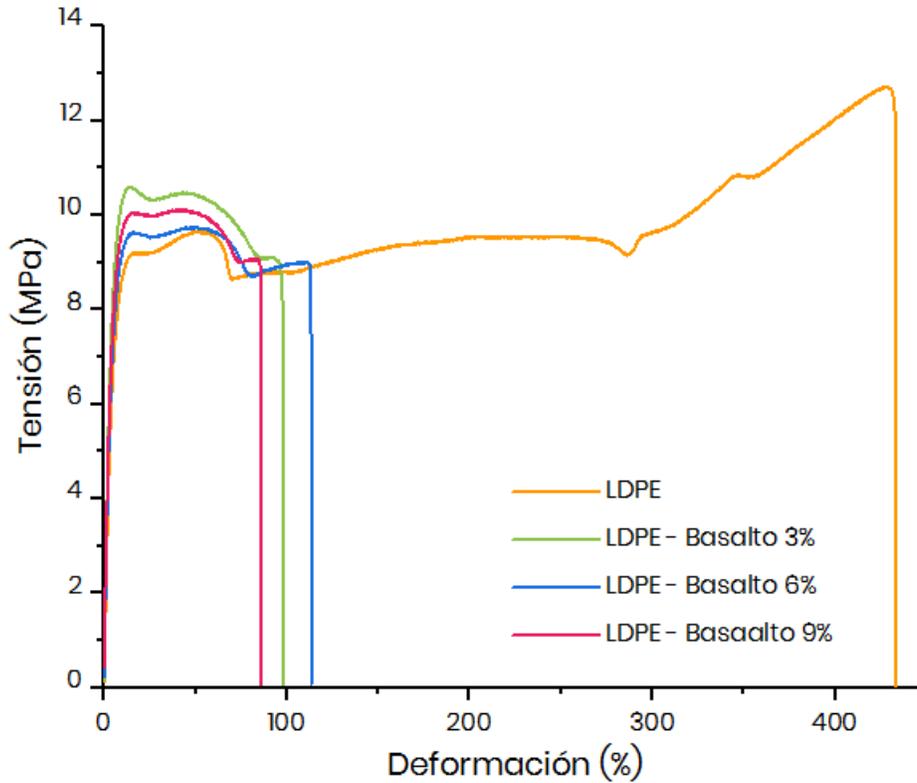


Figura 32: Gráfica Tensión-Deformación de LDPE basalto

Tabla 17: Propiedades mecánicas de LDPE reforzado con basalto.

Concentración	E (GPa)	σ max (MPa)	ϵ max (%)
0 %	2.46	12.71	433.02
3 %	3.07	10.59	97.90
6 %	2.76	9.74	113.29
9 %	2.88	10.11	85.99

El primer cambio drástico que se observa es que en presencia de partículas de basalto la ductilidad cae abruptamente y el porcentaje de deformación llega a ser hasta 5 veces

menor. La rigidez tiende a aumentar ligeramente en presencia de las partículas de basalto ya que estas son más rígidas que la matriz, en sí misma, sin embargo, los bajos valores obtenidos en la resistencia indican la poca compatibilidad molecular entre el refuerzo y la matriz polimérica por lo que las partículas están actuando como concentradores de tensión, lo que estaría favoreciendo la caída drástica de la ductilidad y, por ende, las propiedades mecánicas de este material no son sobresalientes.

La Figura 33 muestra la curva Tensión-Deformación de PP y sus compuestos con fibra de henequén. En estas curvas se puede observar que los materiales tienen un comportamiento similar, sin embargo, se esperaba una alta ductilidad del PP, pero esta ductilidad no se aprecia incluso en el PP sin refuerzo, esto se debe a que el PP utilizado es un homopolímero y se vio influenciada la estructura del material durante el proceso de manufactura y conlleva a estas propiedades mecánicas. Este cambio de estructura se puede atribuir al proceso de fabricación de las placas por compresión debido a las condiciones de aumento de temperatura, compresión y enfriamiento se le indujeron tensiones internas al material; se podría someter el material a un proceso de reblandecimiento para relajar las cadenas poliméricas y ver el cambio en las propiedades mecánicas, pero se quiere estudiar al material bajo las condiciones establecidas inicialmente.

Tabla 18: Propiedades mecánicas de PP reforzado con henequén.

Concentración	E (GPa)	σ max (MPa)	ϵ max (%)
0 %	21.15	35.25	10.50
2 %	21.20	31.17	4.14
5 %	24.70	30.31	4.80
8 %	22.50	24.55	2.70

Se observa en las curvas que el material no forma cuello ni deformación localizada. En cuanto a las propiedades mecánicas, al estar el material en un estado de tensión tan alto no permite reflejar el efecto de refuerzo de las fibras de henequén y disminuye la capacidad de deformación del material; a diferencia de las gráficas anteriores, este grupo no presenta una caída de tensión, es decir la transición entre la deformación elástica y plástica no se aprecia claramente y se tiene una rotura repentina dando lugar a una curva que describe a un material moderadamente frágil.

5.3.3. Impacto Izod

En la Tabla 19 se muestran los resultados promedio de la prueba de impacto Izod de las mezclas de HDPE con Metacaolín, todas estas muestras presentaron un fallo tipo

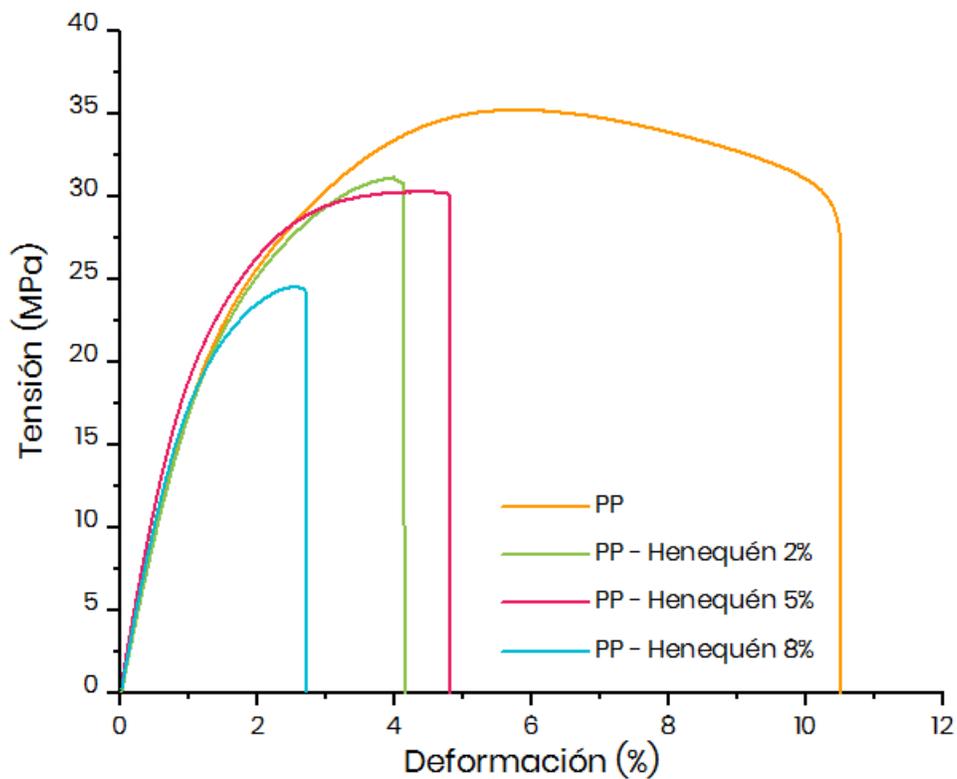


Figura 33: Gráfica Tensión-Deformación de PP henequén

N, es decir, nulo, la probeta presentó una deformación sin rotura. No se observa una tendencia clara con el aumento de refuerzo.

Todas las muestras de la mezcla de LDPE con basalto presentaron un fallo tipo N, al igual que en el grupo anterior. Se observa un aumento de resistencia con el aumento de carga de refuerzo, sin embargo, los valores son significativamente menores al del LDPE.

Todas las muestras de la mezcla de PP con Henequén presentaron un fallo tipo C, es decir, completa, las probetas alcanzaron la rotura. La resistencia al impacto tiende a disminuir drásticamente con el aumento de carga de refuerzo.

HDPE - Metacaolín %	Energía (J)	Resistencia (kJ/m ²)
0	8.92	170.32
2	10.59	170.07
5	9.4	187.59
8	10.37	185.51
10	6.58	120.72

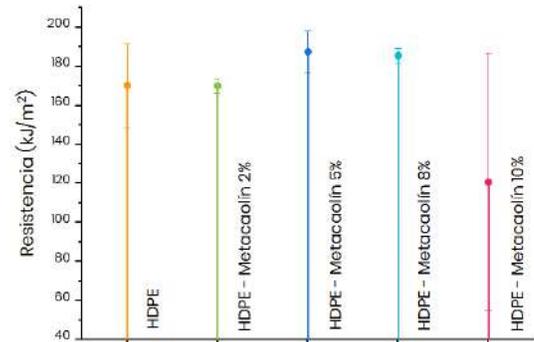


Tabla 19: Resistencia promedio HDPE - Metacaolín

LDPE - Basalto %	Energía (J)	Resistencia (kJ/m ²)
0	9.53	183.68
3	0.32	6.17
6	3.15	67.04
9	3.21	61.97

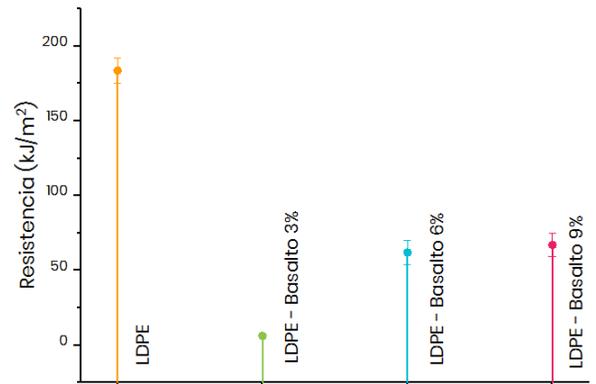


Tabla 20: Resistencia promedio LDPE - Basalto

PP - Henequén %	Energía (J)	Resistencia (kJ/m ²)
0	1.17	31.92
2	1.03	18.41
8	0.57	11.44
10	0.47	0.14

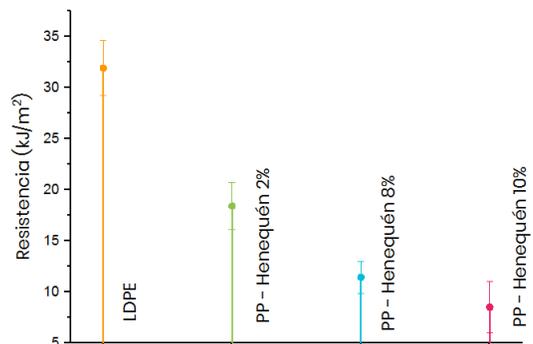


Tabla 21: Resistencia promedio PP - Henequén

5.4. Caracterización a fractura

5.4.1. Trabajo Esencial de Fractura (EWF)

La mezcla de PP con henequén presentó un comportamiento como si se tratase de un material moderadamente frágil, lo que impidió realizar la prueba EWF, ya que esta es aplicable sólo en materiales dúctiles.

Las figuras 34 y 41 se muestran las curvas de Carga - Desplazamiento de las mezclas HDPE con Metacaolín y LDPE reforzado con basalto, respectivamente, en ambos casos se puede observar que las curvas obtenidas se cruzan entre ellas por lo que no se obtuvo el paralelismo esperado.

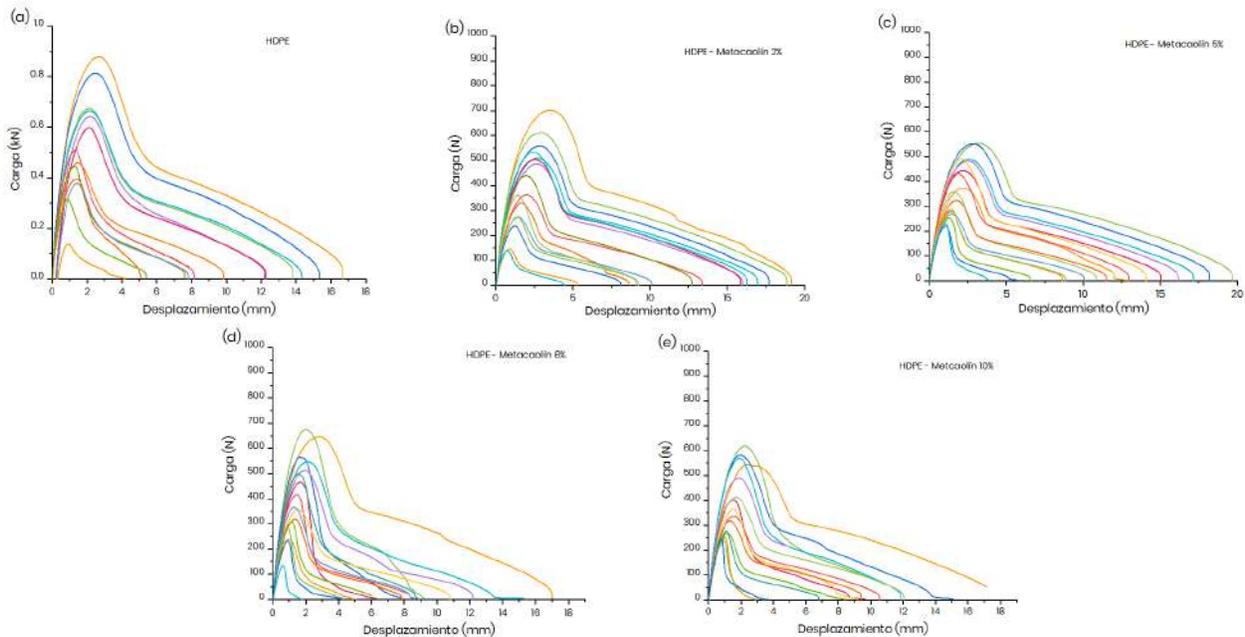


Figura 34: Graficas Carga vs Desplazamiento
(a) HDPE (b) HDPE - Metacaolín 2 % (c) HDPE - Metacaolín 5 %
(d) HDPE - Metacaolín 8 % (e) HDPE - Metacaolín 10 %

En la Figura 34 se observa que la mayoría de las curvas tienen una forma similar, sin embargo, además de cruzarse, en casos como las mezclas de 2 %, 8 % y 10 % presentan una propagación inestable de la grieta.

En las figuras 35 (a) - (e) se muestran las curvas de σ_{max} frente a la longitud de ligamiento para la selección de las curvas según el criterio de Hill.

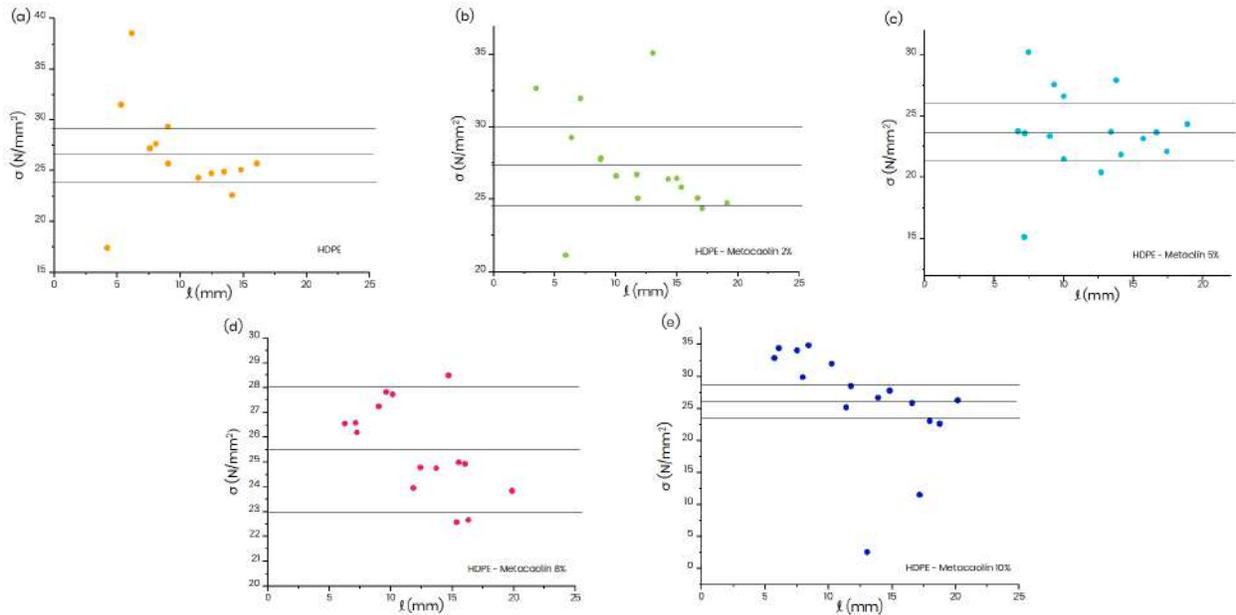


Figura 35: Aplicación del criterio de Hill
 (a) HDPE (b) HDPE - Metacaolín 2 % (c) HDPE - Metacaolín 5 %
 (d) HDPE - Metacaolín 8 % (e) HDPE - Metacaolín 10 %

En todos los casos, los valores de tensión máxima obtenida durante los ensayos de fractura se encuentran muy dispersos respecto al valor máximo y mínimo teórico propuesto por Hill, lo que deja muy pocos valores como validos para cumplir lo establecido en la norma del análisis EWF.

Tabla 22: Parámetros de fractura

HDPE - Metacaolín	w_e (kJ/m ²)	βw_p (kJ/m ³)
0	109.68	0.12
2	10.23	13.19
5	-9.91	12.46
8	33.57	2.45
10	-1.69	7.73

En la tabla 22 se muestran los parámetros de fractura, sin embargo estos valores no son validos para esta técnica.

En las Figuras 38, 36 y 37 se muestran las micrografías de las mezclas en las que se puede observar que la fractura del material no es la que presenta un material dúctil, no presentan una gran estricción debido a que el material no fluye como se esperaría, inclusive el HDPE sin ningún porcentaje de refuerzo presenta este comportamiento lo cual se atribuye nuevamente a que durante el proceso de manufactura se crearon tensiones internas en los materiales.

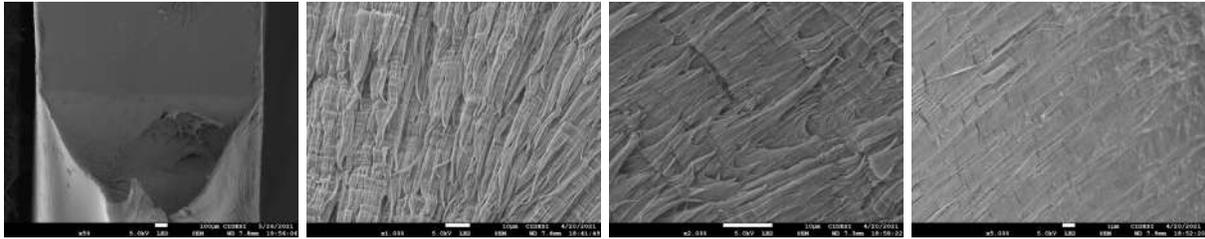


Figura 36: Micrografías HDPE

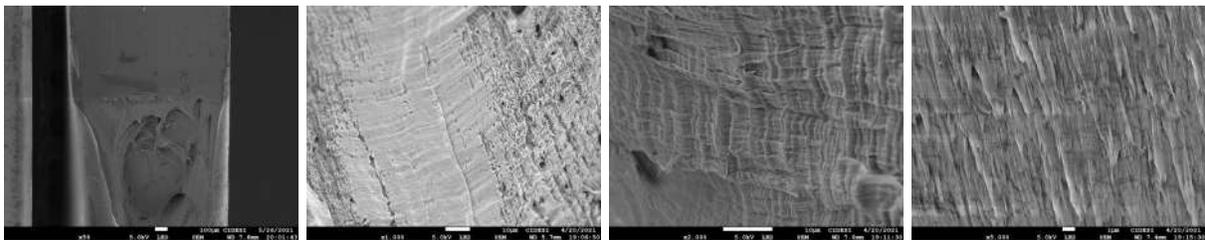


Figura 37: Micrografías HDPE con Metacaolín 2 %

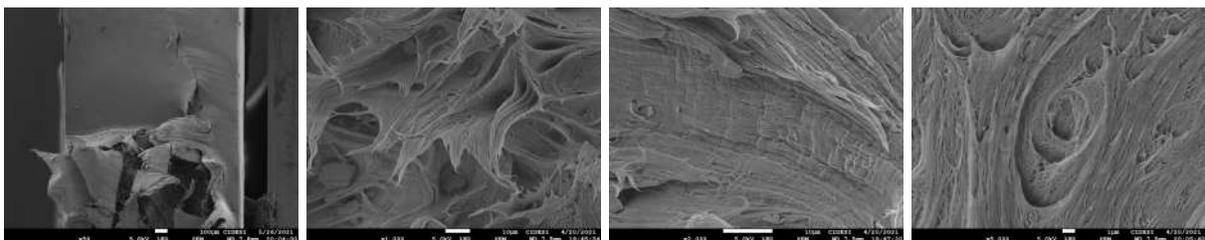


Figura 38: Micrografías HDPE con Metacaolín 5 %

Las curvas Carga - Deformación de las mezclas LDPE reforzado con Basalto, Figura 41 (b), (c) y (d), no presentan cedencia total del ligamento y la propagación de la grieta es inestable, a diferencia de las mezclas, el LDPE presenta similitud en las curvas muchas de estas se cruzan entre ellas.

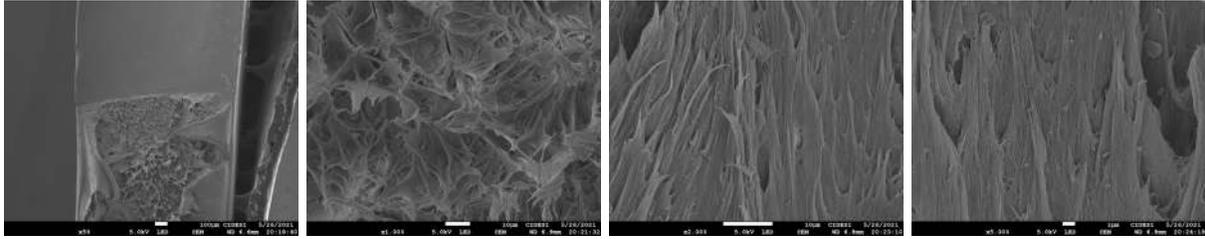


Figura 39: Micrografías HDPE con Metacaolín 8 %

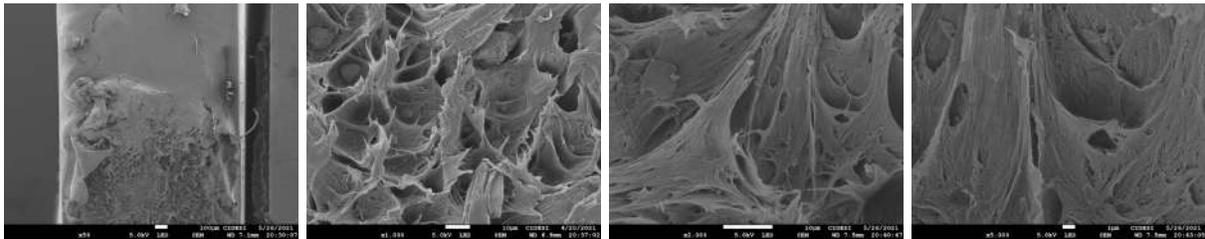


Figura 40: Micrografías HDPE con Metacaolín 10 %

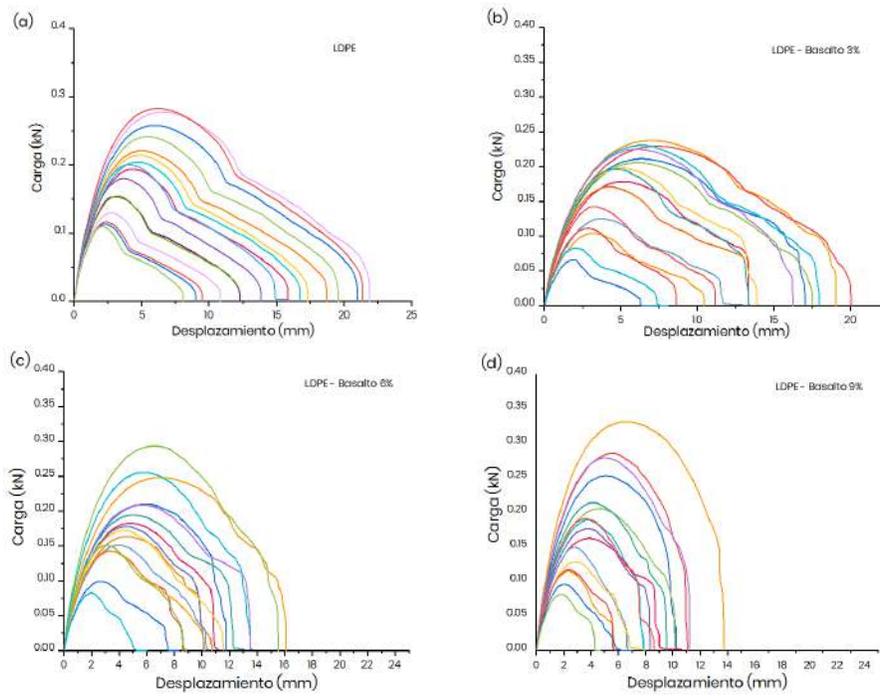


Figura 41: Graficas Carga vs Desplazamiento
 (a) LDPE (b) LDPE - Basalto 3 % (c) LDPE - Basalto 6 % (d) LDPE - Basalto 9 %

Las gráficas de la Figura 42 muestran una alta dispersión sobre la media del valor teórico máximo y mínimo para el cumplimiento del criterio de Hill, al igual que en el caso del HDPE - Metacaolín, por lo que se invalidan los resultados.

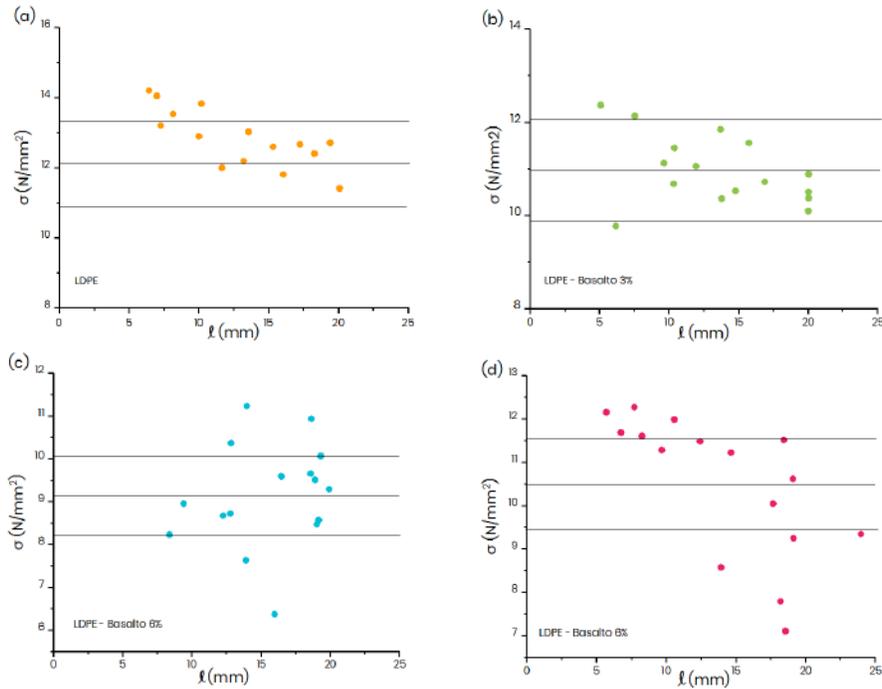


Figura 42: Aplicación del criterio de Hill

(a) LDPE (b) LDPE - Basalto 3 % (c) LDPE - Basalto 6 % (d) LDPE - Basalto 9 %

LDPE - Basalto	w_e (kJ/m ²)	βw_p (mJ/m ³)
0	26.80	11.60
3	25.17	9.44
6	-15.56	8.07
9	39.05	0.14

En el caso del LDPE y LDPE con 3% de basalto, si presentan una ligera estricción a diferencia de las mezclas de 6% y 9%, sin embargo estas mezclas tampoco fluyen de manera esperada.

Se debe mencionar que los resultados de fractura son muy sensibles donde la calidad de la probeta ensayada tiene repercusiones no despreciables en los resultados de fractura.

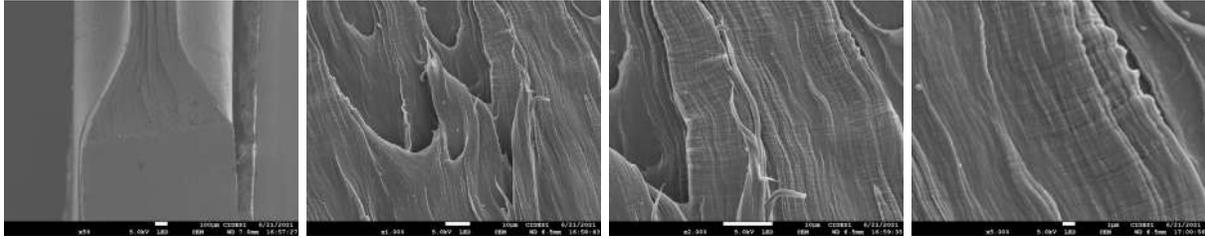


Figura 43: Micrografías LDPE

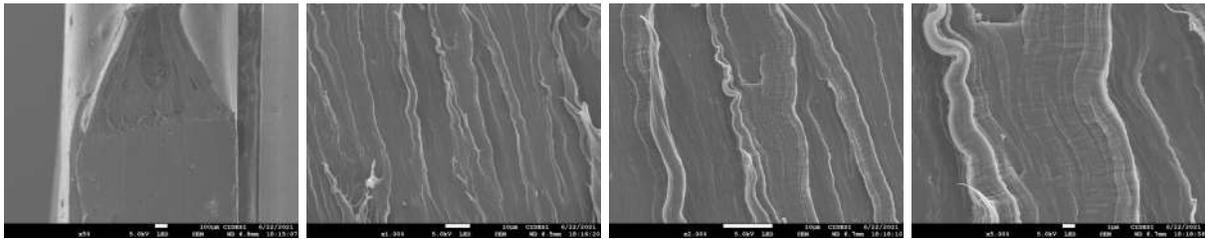


Figura 44: Micrografías LDPE con Basalto 3 %

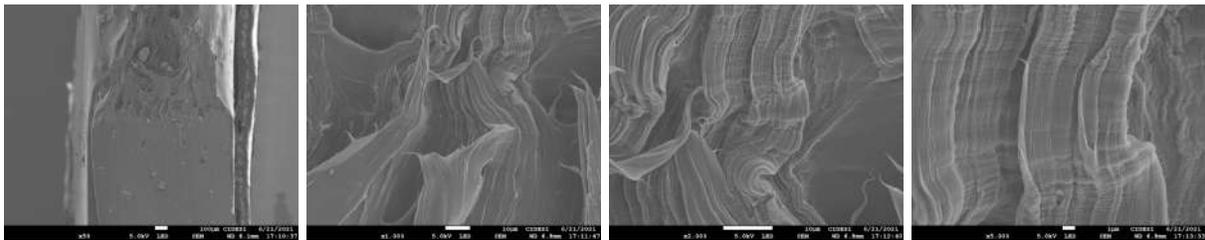


Figura 45: Micrografías LDPE con Basalto 6 %

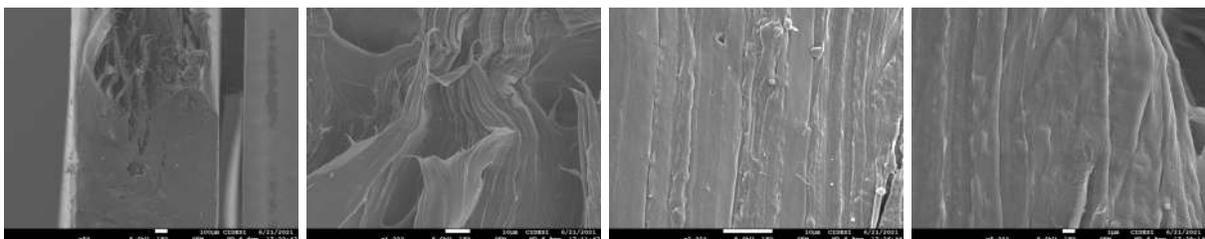


Figura 46: Micrografías LDPE con Basalto al 9 %

Los defectos provienen en general durante el proceso de manufactura de las placas, debido al estrés al que se sometió al material por los cambios de temperatura, así como la mala adherencia del refuerzo.

5.4.2. Impacto Izod

En la tabla 23 se muestra la resistencia promedio de la mezclas HDPE - Metacaolín con cizalla y se aparenta una tendencia de la disminución de la resistencia con el aumento de refuerzo, sin embargo, la mezcla del 5 % sale de esta tendencia al presentar una resistencia más alta que el resto de las mezclas, sin embargo, se notó en las fotografías de superficie de fractura que este grupo presentó marcas de desgarro micrométricas mientras que el resto de los grupos mostraron marcas de playa, como se muestra en la Figura 47.

Tabla 23: Resistencia promedio HDPE - Metacaolín

HDPE - Metacaolín %	Energía (J)	Resistencia (kJ/m ²)
0	0.39	3.34
2	0.33	3.28
5	1.86	4.22
8	0.23	1.89
10	0.16	1.58

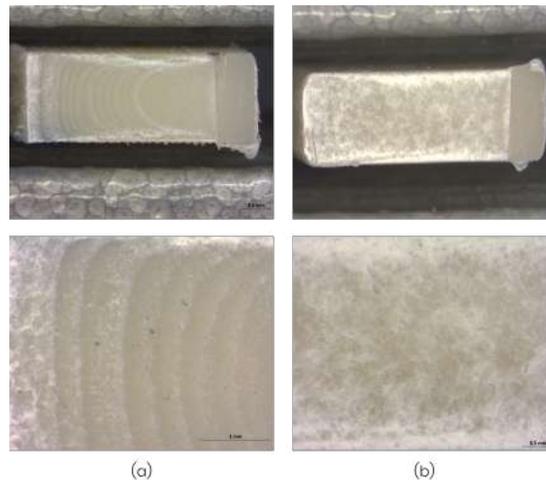
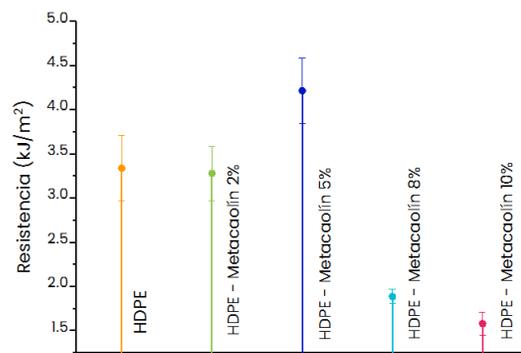


Figura 47: Fotografías de superficie de fractura de probetas de HDPE - Metacaolín
 (a) Marcas de playa en probeta con concentración del 2 % (b) Marcas de desgarro micrométricas en probeta con concentración del 5 %

Al igual que en el caso de HDPE - Metacaolín, se muestra una tendencia de disminución de la resistencia con el aumento de concentración de partículas de basalto; estas probetas presentaron una superficie de desgarro.

Tabla 24: Resistencia promedio LDPE - Basalto

LDPE - Basalto %	Energía (J)	Resistencia (kJ/m ²)
0	1.12	-
3	1.86	13.57
6	1.48	10.76
9	1.35	9.88

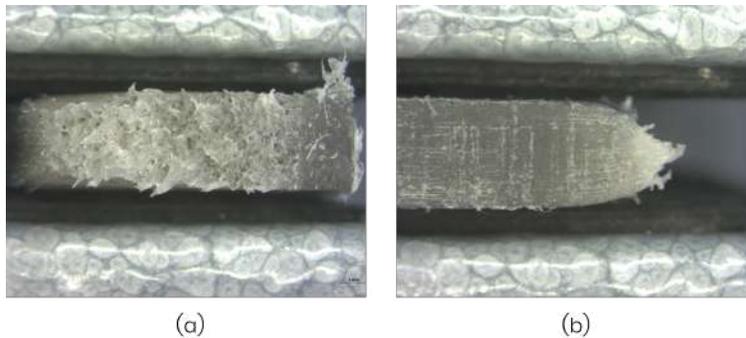
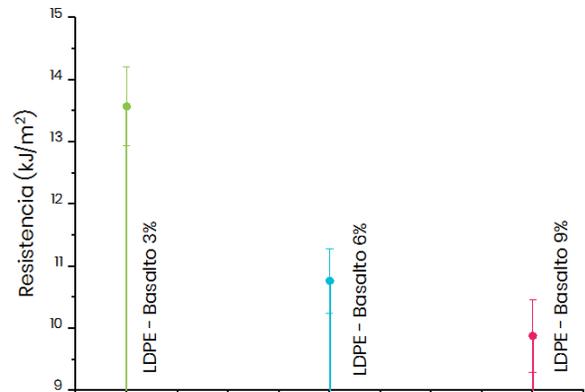
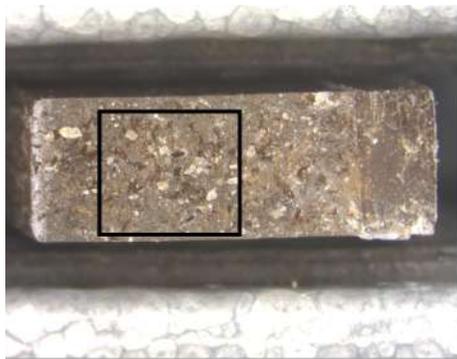
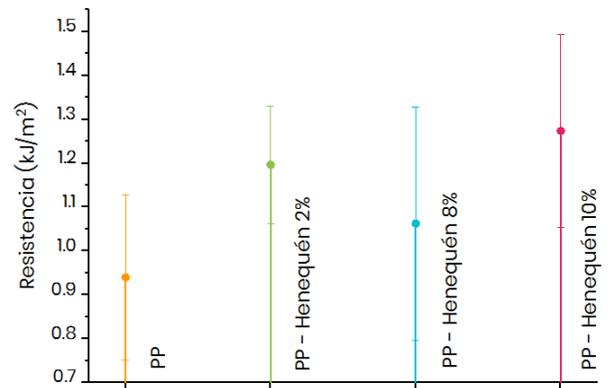


Figura 48: Fotografías de superficie de fractura en probetas de LDPE - Basalto al 9 %
(a) Desgarro (b) Probeta de perfil

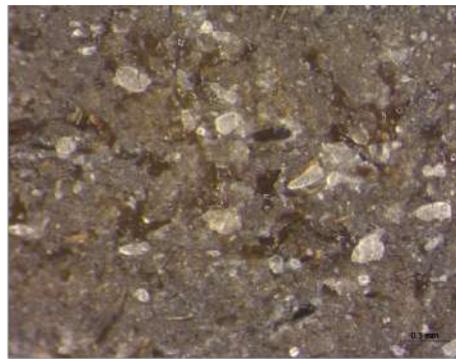
En este grupo de mezclas se aparenta un aumento de resistencia con el aumento de refuerzo, tendencia de la cual sale la mezcla de 8% de henequén. En la Figura 49 se muestra un ejemplo de las superficies de fractura obtenidas en este grupo de mezclas la cual es fractura frágil, que contiene cavidades donde se encontraba la fibra pero con el impacto se desprendió y en caso de que hubiera adherencia del refuerzo con la matriz se presentaría desgarro en la matriz.

Tabla 25: Resistencia promedio PP - Henequén

PP - Henequén %	Energía (J)	Resistencia (kJ/m ²)
0	0.11	0.94
2	0.14	1.20
8	0.12	1.6
10	0.13	1.27



(a)



(b)

Figura 49: Fotografías de superficie de fractura de probetas de PP con Henequén 8 %
 (a) probeta completa (b) acercamiento de zona

6. Conclusiones

En todas las mezclas se observa una ausencia de compatibilidad entre la matriz y el refuerzo. Por tanto el material de refuerzo estaría actuando como un relleno en la matriz.

Los rellenos utilizados, no obstaculizaron el proceso de los compuestos, por lo que se obtuvieron superficies lisas y un buen maquinado.

El proceso de fabricación de las placas indujo alto estado tensional en el PP y sus mezclas dificultando la evaluación de los rellenos.

El proceso de manufactura creó un alto estado tensional en los materiales lo que dificulta valorar el efecto de refuerzo y la influencia del porcentaje de concentración de las partículas y fibras.

El estado tensional se pudo/podría corregir exponiendo a las placas a un tratamiento térmico en el que las cadenas poliméricas se relajen.

El comportamiento a fractura por la técnica Izod solo pudo ser validado en el PP con sus diferentes mezclas por su comportamiento tipo frágil.

No se cumplieron los criterios establecidos por el protocolo de la ESIS para aplicar satisfactoriamente la técnica EWF por lo que la hipótesis no se pudo concretar.

7. Trabajos a futuro

Comparación de resultados añadiendo agentes acoplantes.

Fabricación de probetas a través del método de inyección para evitar estados tensionales.

Fabricación de películas por calandrado para obtener probetas EWF con espesores inferiores a 300μ y obtener una condición de tensión plana.

Referencias

- [Abo-El-Enein et al., 2010] Abo-El-Enein, S. A., Abbas, R., and Ezzat, E.-S. (2010). Properties and durability of metakaolin blended cements. *Construction Materials*, 60(300).
- [Alejandro May-Pat, 2013] Alejandro May-Pat, Alex Valadez-González, P. J. H.-F. (2013). Effect of fiber surface treatments on the essential work of fracture of hdpe-continuous henequen fiber-reinforced composites. 32:1114–1122.
- [Alexandrova, 2003] Alexandrova, L. (2003). Polímeros, un mundo aparte. *Materiales Avanzados*, 1(1):7–14.
- [Ashraf, 2014] Ashraf, M. (2014). *Commodity polymers, engineering polymers and speciality polymers*. Faisalabad, Pakistan, National Textile University.
- [ASTM D1238, 2013] ASTM D1238 (2013). Standard test method for melt flow rates of thermoplastics by extrusion plastometer. Standard, American Society for Testing and Materials, USA.
- [ASTM D256, 2010] ASTM D256 (2010). Standard test methods for determining the izod pendulum impact resistance of plastics. Standard, American Society for Testing and Materials, USA.
- [ASTM D638, 2014] ASTM D638 (2014). Standard test method for tensile properties of plastics. Standard, American Society for Testing and Materials, USA.
- [Broberg, 1968] Broberg, K. (1968). Critical review of some theories in fracture mechanics. *International Journal of Fracture Mechanics*, 4:11–19.
- [Broberg, 1975] Broberg, K. (1975). On stable crack growth. *Journal of Mechanical Physics of Solids*, 23:215.
- [Bárbara Righetti Souzaa, 2017] Bárbara Righetti Souzaa, Ricardo Mello Di Benedettoa, D. H.-O. d. A. R.-L. C. M. B. A. C. A. J. (2017). Manufacturing and characterization of jute/pp thermoplastic commingled composite. *AIP Conference Proceedings 1664*, 20:458 – 465.
- [Caicedo et al., 2017] Caicedo, C., L., C.-D., H., D. L. C.-R., and Álvarez Jaramillo N. (2017). Propiedades termo-mecánicas del polipropileno: Efectos durante el reprocesamiento. *Ingeniería Investigación y tecnología*, XVIII(3):245–252.

- [CamBioTec, 2018] CamBioTec (2018). Tendencias tecnológicas del sector plástico en el estado de México. *Diseño del marco estratégico para la estructuración del Sistema Mexiquense de Innovación y la implementación de la Agenda de Innovación del Estado de México*, pages 137–140.
- [Casellas, 1999] Casellas, J.J., P. F. y J. C. (1999). Fracture characterization of low-density polyethylenes by the essential work of fracture: Changes induced by thermal treatments and testing temperature. *Journal of Applied Polymer Science*, 74:781–796.
- [Coreño, 2010] Coreño, J. Méndez, M. (2010). Relación estructura-propiedades de polímeros. *Educación Química*, 21(4):291–299.
- [Cotterell and Reddel, 1977] Cotterell, B. and Reddel, J. (1977). The essential work of plane stress ductile fracture. *International Journal of Fracture*, 13:267–277.
- [Dzul, 2015] Dzul, A. (2015). *Efecto de un agente de acoplamiento natural sobre las propiedades mecánicas de un material compuesto Polipropileno/Henequén*. PhD thesis, Centro de Investigación Científica de Yucatán.
- [Díaz-Batista et al., 2015] Díaz-Batista, D., Díaz-Forcelledo, D., Mazorra-Mestre, M., and Valín-Rivera, J.-L. (2015). Comportamiento mecánico de fibras de henequén cubano e interfase con polímeros termoplásticos del tipo poliolefina. *Ingeniería Mecánica*, 18(3):148–157.
- [Ebewe, 2000] Ebewe, R. O. (2000). *Polymer Science and technology*. CRC Press LLC, USA: Florida.
- [Ferrer-Balas, 1997] Ferrer-Balas, D., M. M. O. S. y A. M. (1997). Caracterización mecánica de filmes de polietileno. *Revista de Plásticos Modernos*, 74:369–376.
- [Gamez-Perez, 2006] Gamez-Perez, J. (2006). *Relación estructura-propiedades en placas y láminas de polipro-pileno y copolímeros en bloque etileno-propileno obtenidas por diferentes procesos detransformación*. PhD thesis, Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metallúrgica, Universitat Politècnica de Catalunya.
- [Garside, 2020] Garside, M. (2020). Distribution of polymer demand worldwide in 2016 by major polymer. <https://www.statista.com/statistics/756728/worldwide-distribution-of-polymer-demand-by-type/>. (accessed: 10-05-2020).
- [Griffith, 1920] Griffith, A. (1920). The phenomena of rupture and flow in solids. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, 221:163–198.

- [Guerra-Silva et al., 2017] Guerra-Silva, Y., Valin-Rivera, J. L., Fernández-Abreu, M. E., Wiebeck, H., Alfonso-Alvarez, A., Valenzuela-Diaz, F. R., and Gonçalves, Edison, . M.-G. F. J. (2017). Caracterización de la interface de material compuesto de matriz polimérica termofija reforzada con fibras de henequén cubano. *Rev Cie Téc Agr*, 26(4):26–39.
- [Gómez-Gómez et al., 2019] Gómez-Gómez, J. F., González-Madariaga, and Javier, F. (2019). *Basalt composites*.
- [H.J. Kwon, 2006] H.J. Kwon, P.-Y. J. (2006). Application of essential work of fracture concept to toughness characterization of high-density polyethylene. *POLYM. ENG. SCI*, 47:1327–1337.
- [Inglis, 1913] Inglis, C. (1913). Naval architects. *Trans R Inst*, 60:2191–241.
- [Irwin, 1949] Irwin, G. (1949). Fracture dynamics. *Fracturing of Metals*, pages 147–166.
- [Johannesson et al., 2017] Johannesson, B., Sigfusson, T. I., Franzson, H., Ögmundur Erlendsson, Harðarson, B. S., Thorhallsson, E. R., Arnason, A. B., Azrague, K., Wiik, M. R. K., Vares, S., Kronlöf, A., Koskinen, P., and Vehmas, T. (2017). *GREENBAS Sustainable Fibres from Basalt Mining*. Nordic co-operation, Denmark.
- [Karger-Kocsis, 1996] Karger-Kocsis, J. (1996). How does "phase transformation toughening" work in semicrystalline polymers? *Polym. Eng. Sci*, 36:203 – 210.
- [Lladó, 2012] Lladó, P. C. (2012). *Caracterización mecánica, microestructural y a fractura de un material compuesto nanoestructurado de matriz PLA y refuerzo monmorillonita*. PhD thesis, Escola Tècnica Superior d'Enginyeria Industrial de Barcelona.
- [López, 2018] López, D. y Rojas, A. (2018). Factores que influncian las propiedades mecánicas, físicas y térmicas de materiales compuestos por madera-plástico. *Entre Ciencia Ingeniería*, 20:93 – 102.
- [M. Nottez, 2015] M. Nottez, S. Chaki, J. S. M. L. P. K. (2015). Mechanical behavior and essential work of fracture of starch-based blown films. *AIP Conference Proceedings 1664*, 08007:1–5.
- [Mai and Cotterell, 1980] Mai, Y. and Cotterell, B. (1980). Effects of pre-strain on plane stress ductile fracture in α -brass. *J. Mater. Sci*, 15:2296–2306.
- [Mai and Cotterell, 1986] Mai, Y. and Cotterell, B. (1986). On the essential work of ductile fracture in polymers. *International Journal of Fracture*, 32:105–125.

- [Mai and Pilko, 1979] Mai, Y. and Pilko, K. (1979). The essential work of plane stress ductile fracture of a strained steel. *J. Mater. Sci*, 14:386–394.
- [MasPOCH, 2010] MasPOCH, Maria Lluisa y Edgar Franco-Urquiza, J. G.-P. y. M. S.-S. y. J. I. V. y. O. O. S. y. A. B. M. (2010). Aplicación de la mecánica de la fractura post-cedencia a polímeros. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 30(2):101–118.
- [Mülhaupt et al., 1999] Mülhaupt, R., Ludwigs, A., Ringsdorf, Fell, U., and Morris, P. J. T. (1999). Foundations of polymer science: Hermann staudinger and macromolecules. 35.
- [Pegoretti, 1997] Pegoretti, A., A. M. y. T. R. (1997). Determination of the fracture toughness of thermoformed polypropylene cups by the essential work method. *Polymer Engineering and Science*, 37:1045 – 1052.
- [Restrepo, 2006] Restrepo, C., R. O. y. T. (2006). Efectos de la adición de metacaolín en el cemento portland. *Minerals Engineering*, 73(150):131–141.
- [Reynoso, 2018] Reynoso, S. L. (2018). *Los polímeros plásticos: Los Conceptos Básicos que debes conocer*. Edición de Kindle, Ciudad de México.
- [Rice, 1968] Rice, J. (1968). A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *Journal of Applied Mechanics*, pages 379–5386.
- [Riekell, 1999] Riekell, C. y. J. K.-K. (1999). Structural investigation of the phase transformation in the plastic zone of a beta-phase isotactic polypropylene by synchrotron radiation microdiffraction. *Polymer*, 40:541 – 545.
- [Saleemi, 1990] Saleemi, A. y. J. N. (1990). The plane-strain essential work of fracture as a measure of the fracture toughness of ductile polymers. *Journal of Applied Polymer Engineering Science*, 30:211.
- [Schubnell, 2001] Schubnell, M. (2001). Determinación de la cristalinidad en polímeros a partir de mediciones dsc. *UserCom*, 13(1):12–13.
- [Selke and Culter, 2016] Selke, S. and Culter, J. D. (2016). *Plastics Packaging: Properties, Processing, Applications, and Regulations*. Carl Hanser Verlag, Germany.
- [Shackelford, 2005] Shackelford, J. (2005). *Ciencia de materiales para ingenieros*. Pearson Education, Madrid, España.
- [Strobl, 2007] Strobl, G. (2007). *The physics of polymers: concepts for understanding their structures and behavior*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin.

- [Torres, 2020] Torres, Mauricio y Renteria-Rodriguez, V. y. A. P. y. F.-U. E. (2020). Mechanical properties and fracture behaviour of agave fibers bio-based epoxy laminates reinforced with zinc oxide.
- [Wells, 1961] Wells, A. (1961). Unstable crack propagation in metals: Clavage and fast fracture. *Proceedings of the Cranfield Crack Propagation Symposium*, pages 563–570.
- [Westergaard, 1939] Westergaard, H. (1939). Bearing pressures and cracks. *Journal of Applied Mechanics*, pages 49–1961.

8. Anexos

Polietileno de Alta Densidad HDB0355

Descripción:

La resina HDB0355 es un polietileno copolímero de alta densidad, desarrollado para aplicaciones de moldeo por soplado. Este producto es recomendado para su uso en aplicaciones que requieren una buena resistencia al agrietamiento por tensiones en medio ambiente activo.

Aplicaciones:

Contenedores para el hogar, Contenedores para la industria química (HIC), Contenedores para la industria farmacéutica, Contenedores para la industria cosmética

Procesos:

Moldeo por extrusión sopro

Propiedades de control:

Característica	Método	Unidades	Valores
Índice de fluidez (190°C/2,16kg)	ASTM D1238	g/10 min	0.350
Densidad	ASTM D792	g/cm ³	0.953

Propiedades típicas¹

Característica	Método	Unidades	Valores
Esfuerzo en el punto de cedencia	ASTM D 638	MPa	25
Esfuerzo en el punto de rotura	ASTM D 638	MPa	20
Deformación en el punto de cedencia	ASTM D 638	%	7
Deformación en el punto de rotura	ASTM D 638	%	500
Módulo de elasticidad (secante 1%)	ASTM D 638	MPa	1250
Módulo de flexión (secante 1%)	ASTM D 790	MPa	1300
Resistencia al Impacto IZOD ³	ASTM D 256/A	J/m	110
Temperatura de deflexión térmica (0.455MPa)	ASTM D 648	°C	70
Temperatura de ablandamiento VICAT (10 N)	ASTM D 1525	°C	130
ESCR (10% Igepal) ²	ASTM D 1693	h	7
ESCR (100% Igepal) ²	ASTM D 1693	h	20
FNCT	ISO 16670	min	100

¹ Cuerpos de pruebas moldeados por compresión de acuerdo a Norma ASTM D 4703.

² Condición B.

³ Temperatura de prueba a 23°C.

Observaciones finales

- La información de este documento se suministra de buena fe e indica valores típicos obtenidos en nuestros laboratorios y no debe ser considerada como absoluta ni constituye ninguna garantía, solo las propiedades y valores que constan en el certificado de calidad constituyen la garantía del producto.
- En algunas aplicaciones, Braskem IDESA ha desarrollado resinas a medida para cumplir requisitos específicos.
- En caso de dudas sobre el uso o para discutir otras aplicaciones, contactar al área de servicios técnicos Braskem IDESA serviciostecnicos@braskem.com
- Para obtener información acerca de seguridad, manipulación, protección individual, primeros auxilios y eliminación de residuos, consultar la ficha de datos de seguridad(FDS) o contactar al área de seguridad de Braskem IDESA produc.safety@braskem.com Registro CAS N°:25213-02-9.
- Los valores que constan en este documento pueden cambiar sin previa comunicación de Braskem IDESA.
- Braskem IDESA no recomienda el uso de este producto para la fabricación de envases, piezas o cualquier otro tipo de producto usado para almacenar o estar en contacto con soluciones parenterales, o que tengan contacto con el interior del cuerpo humano.
- El contenido de esta ficha técnica cancela la emitida previamente sobre este producto.

Hoja de Datos Técnicos



Grupo: Polímeros

Jacarandas # 100 Nivel A-2

Fraccionamiento Rancho Alegre I

96558 Coatzacoalcos, Ver.

Tel. (01-921) 2-11-12-60 Fax 2-11-12-64

Polietileno de Baja Densidad Grado 20020P

Tipo de Resina: Índice de Fluidez: 1.8 - 2.3 gr/10 min.
Densidad: 0.9195 - 0.9230 gr/cm³
Homopolímero de Baja Densidad aditivado

Características: Homopolímero que lleva incorporados aditivos antioxidantes, deslizantes, antiestáticos y antibloqueo, excelente combinación de propiedades ópticas y mecánicas que permiten dar estabilidad y procesabilidad a la resina y ofrece una combinación de baja nebulosidad, buena claridad y excelente brillo, con alta resistencia mecánica y excelente procesabilidad, impermeable al agua y relativamente poco permeable al vapor de agua y gases.

Aplicaciones: Se recomienda para fabricar: Bolsas impresas para pañales desechables, Envases combustibles, Juguetes, Laminación para productos pesados, Película tubular, plana y termo-encogible, Recubrimiento para alambre y cable, Tapas para botellas, Tubería conduit y perfiles en general.

* **CUMPLIMIENTO FDA Y EEC:** Este material cumple con los requerimientos de la Food and Drug Administration de los Estados Unidos de América, Título 21.CFR177.1520. Esta regulación permite el uso y aplicación del producto en "Artículos y Componentes de Artículos que estén en contacto con alimentos".

Enero 2004

Los datos adjuntos han sido compilados cuidadosamente por Pemex Petroquímica; sin embargo, no hay garantía aplicable a su uso. El usuario asume todo el riesgo y responsabilidad sobre el manejo del mismo.

MetaStar[®] 501

Product Description

MetaStar[®] 501 is a premium metakaolin produced by very carefully controlled calcination. It has been engineered with a high level of pozzolanic reactivity when used in portland cement-based concrete, plaster, and mortar. When MetaStar 501 metakaolin is used, it can react with the free lime by-product of portland cement hydration to form cementitious calcium silicate and calcium aluminate products, which can result in overall improved durability.

Unlike other pozzolanic materials such as silica fume, fly ash, and blast-furnace slag, MetaStar 501 metakaolin will not darken white or gray cement-based applications. The use of this engineered metakaolin in mortar, cement, and plaster can increase chemical resistance, compressive and flexural strengths and can reduce permeability. In addition, MetaStar 501 metakaolin can aid in reducing alkali silica reactions.

Application

- Portland Cement-Based applications (e.g., concrete, grouting, and stucco)
- High Whiteness Type I Portland Cement-Based applications including swimming and pool plaster.

TYPICAL PROPERTIES

Source	Sandersville, GA	
Color	White	
Brightness	(GE % MgO)	86
Particle Size	(Median, μm)	1.2
Specific Gravity	(g/cm^3)	2.5
pH		4 - 6
Moisture	(wt.%)	1.0

IMERYS Kaolin

100 Mansell Court East
Suite 300, Roswell, GA 30076
United States
Tel: +1 (770) 594 0660

Customer Service:

Tel: +1 (888) 567 6548
Fax: +1 (770) 645 3685
www.imerys-kaolin.com

IMERYS is a business name of
IMERYS Pigments, Inc.,
IMERYS Kaolin, Inc. and
IMERYS Marble, Inc.
Registered in the USA

©IMERYS 2016
Ninth edition, November 2014
CAS No. 92704-41-1



The data quoted here is believed to be correct. Every precaution is taken to ensure the products conform to our published data, but since the products are based on naturally occurring raw materials, we reserve the right to change these data should it become necessary. All recommendations and sales are made on the condition that we will not be held liable for any damages resulting from their use. This provision may not be changed by any of our representatives.





Formosa Plastics®

Formolene® PP

Formolene® 1102KR

Homopolymer for Raffia

Formolene® 1102KR is a polypropylene homopolymer designed for raffia application. Its unique formulation provides excellent low water carryover.

Formolene® 1102KR meets the requirements of the U.S. Food and Drug Administration as specified in 21 CFR 177.1520, covering safe use of polyolefin articles and components of articles intended for direct food contact. For additional information on approved conditions of use for food contact applications, please refer to the “Products” section on our web site (<http://www.fpcusa.com/ourproducts.html>).

This material is free of animal-derived content.

Typical Properties of this Commercial Grade

Property	Test Method	Typical Values	
		English	SI
Melt Flow Rate, I ₂ @ 230°C	ASTM D1238	4 g/10 min	4 g/10 min
Density	ASTM D1505	0.9 g/cm ³	0.9 g/cm ³
Tensile Strength at Yield (50 mm/min)	ASTM D638	5200 psi	36 MPa
Elongation at Yield (50 mm/min)	ASTM D638	9 %	9 %
Flexural Modulus (1.3 mm/min), 1% Secant	ASTM D790	220,000 psi	1517 MPa
Rockwell Hardness	ASTM D785	105 R Scale	105 R Scale
Notched Izod Impact Strength @ 73°F	ASTM D256A	0.7 ft-lb/in	37 J/m

Note: Specimens were injection molded according to the conditions specified in ASTM D4101.

Data for representative purposes only; not to be construed as product specification.

Published 3/99, Revised 03/18

Any inquiries regarding this data sheet should be addressed to: 9 Peach Tree Hill Road • Livingston, NJ 07039 • Phone: (888) FPCUSA3 • Fax: (973) 422-7772

The information and recommendations in this publication are, to the best of our knowledge, reliable. Suggestions concerning uses or applications are only the opinion of FORMOSA PLASTICS CORPORATION, U.S.A. and users should perform their own tests to determine the suitability of these products for their own particular purposes. However, because of numerous factors affecting the results, FORMOSA PLASTICS CORPORATION, U.S.A. MAKES NO WARRANTY OF ANY KIND, EXPRESS OR IMPLIED, INCLUDING THOSE OF MERCHANTABILITY AND FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE, other than that the material conforms to the applicable current Standard Specifications Statements herein, therefore, should not be construed as representations or warranties. The responsibility of FORMOSA PLASTICS CORPORATION, U.S.A. for claims arising out of breach of warranty, negligence, strict liability or otherwise is limited to the purchase price of the material. Statements concerning the use of the products of formulations described herein are not to be construed as recommending the infringement of any patent and no liability for infringement arising out of any such use is assumed.

© Formosa Plastics Corporation, U.S.A.

Formolene® is a registered trademark of FPC USA

Universidad Autónoma de Querétaro

