

INSTITUTO TECNOLÓGICO NACIONAL DE TUXTLA GUTIÉRREZ



INGENIERÍA QUÍMICA

PROYECTO DE RESIDENCIA PROFESIONAL:

**“DESARROLLO DE NUEVAS FORMULACIONES POLIMÉRICAS
TENACES Y LIGERAS A BASE DE NYLON 6 CON FIBRA DE
VIDRIO Y ESFERAS HUECAS PARA SU APLICACIÓN EN
AUTOPARTES”.**

Presentado por:

JOSUE DAVID RUIZ MENDOZA

Para Obtener:

LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA

ASESOR INTERNO

ING. LEONARDO GÓMEZ GUTIÉRREZ

ASESOR EXTERNO

DR. ERNESTO HERNÁNDEZ HERNÁNDEZ

REVISORES

ING. RENÉ CUESTA DIAZ

ING. ENRIQUE WILLIAMS SANTOS BALBOA

TUXTLA GUTIÉRREZ, CHIAPAS

25/ENERO/2019

AGRADECIMIENTOS

Primeramente agradezco a Dios por darme sabiduría, fuerza y entendimiento en cada etapa académica de mi vida, por nunca hacerme dudar de mis grandes habilidades.

Agradezco principalmente a mis Padres, que son las personas que me inspiran y por las cuales, gracias a su apoyo incondicional y esfuerzo he logrado obtener el mejor regalo que pudieron haberme dado que es una preparación académica profesional.

A Christopher Mael que ha sido la personita que llena de alegría mi vida y el que ha hecho ameno los momentos difíciles.

Agradezco al Dr. Ernesto Hernández Hernández y al Dr. Roberto Yáñez Macías por su confianza y apoyo incondicional para sacar adelante este proyecto, al igual que al Ing. Leonardo Gómez, Ing. René Cuesta y al Ing. Williams Santos por su ayuda necesaria y emplear parte de sus tiempos para aportar opiniones valiosas a este proyecto.

A toda mi familia, amigos y maestros que directa o indirectamente estuvieron involucrados, brindándome su apoyo y palabras de ánimo en todo momento, que sin su ayuda esto no hubiese sido posible.

RESUMEN

En este trabajo se evaluaron las propiedades fisico-mecánicas de una matriz de Nylon 6 con 14% fibra de vidrio y la adición de un modificador de impacto, así como la reducción de peso del material mediante el uso de microesferas huecas de vidrio con el objetivo de incrementar la tenacidad y resistencia, y al mismo tiempo disminuir la densidad de las formulaciones obtenidas. Para tal efecto se modificó la matriz original de Ny6-FV adicionando un elastómero injertado de anhídrido maléico de tipo comercial mediante un proceso de fundición y mezclado con el fin de obtener un material más tenaz. Posteriormente, las microesferas huecas de vidrio fueron incorporadas a una sola formulación polimérica; Nylon 6 comercial con 14% fibra de vidrio y la presencia del modificador de impacto en un 15% en peso respectivamente, a esta formulación se le agregaron diferentes microesferas a diferentes concentraciones de 5, 10 y 15 % en peso mediante el uso de un mezclado por fundido. Se elaboraron probetas para pruebas de tensión y para pruebas de impacto regidas mediante normas ASTM; D-256 y D-638.

Se emplearon diversas técnicas de caracterización para evaluar las propiedades de las formulaciones obtenidas. Mediante el IR y Micro ATR se determinaron los grupos funcionales presentes en las microesferas, aunque se sabe que están compuestas principalmente de silicio. Para las propiedades mecánicas se emplearon dos pruebas; una fue la prueba mecánica tensión-deformación para evaluar la resistencia a la rotura del material y la otra fue una prueba de impacto para conocer la tenacidad generada por las formulaciones compuestas por diferentes concentraciones de modificador de impacto y microesferas huecas de vidrio. Se empleó la técnica SEM para evaluar la superficie y dispersión de las microesferas a través de toda la matriz polimérica, en donde se encontró una buena distribución de las microesferas, pero además se observó la presencia de rotura total o parcial de algunas de ellas y la falta de adhesión a la matriz. Mediante TGA se determinó la estabilidad térmica de las mezclas poliméricas y con el DSC se determinó el cambio en el comportamiento térmico la matriz polimérica, en donde la presencia de las microesferas aumento las temperaturas de fusión-cristalización para la matriz de Nylon-6; ya que la presencia de vidrio aumenta la resistencia térmica del material.

Finalmente se determinó la disminución de densidad del material empleando el principio de Arquímedes establecido por la norma ASTM-D-792-2013, en donde se observó la disminución de hasta un 15% en peso del material.

ÍNDICE

I. INTRODUCCIÓN.....	1
II. DESCRIPCIÓN DE LA EMPRESA	2
III. PROBLEMAS A RESOLVER	2
IV. OBJETIVOS.....	3
4.1 Objetivo general	3
4.2 Objetivos específicos.....	3
V. JUSTIFICACIÓN.....	4
VI. MARCO TEÓRICO	5
6.1 Poliamidas.....	5
6.2 Naturaleza Hidrófila de Poliamidas.....	7
6.3 Tipos de Poliamidas	7
6.4 Nylon 6 (PA6)	9
6.4.1 Propiedades Fisicoquímicas.....	9
6.4.2 Estructuras Cristalinas.....	11
6.5 Fibra de Vidrio	12
6.5.1 Refuerzo de Nylon 6 con Fibra de vidrio.....	13
6.5.2 Parámetros a considerar para la obtención eficiente de Poliamida 6 con Fibra de Vidrio.....	16
6.6 Modificadores de Impacto.....	17
6.6.1 Aplicación de diferentes Modificadores de Impacto en una matriz de Nylon 6.....	18
6.6.2 Elastómeros como Modificadores de Impacto	20
6.7 Microesferas Huecas de Vidrio.....	21
6.7.1 Características de las Microesferas Huecas de Vidrio	22
6.7.2 Propiedades de las Microesferas Huecas de Vidrio	23
6.8 Aplicación de Nylon 6 en la Industria Automotriz	25

VII. PROCEDIMIENTO Y DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES REALIZADAS	29
7.1 Diagrama general de la metodología	29
7.2 Materiales.....	30
7.3 Metodología.....	31
7.3.1 Mezclado por fundido	31
7.3.2 Reducción de volumen del material.....	33
7.3.3 Inyección de probetas	34
7.3.4 Selección de probetas para ser sometidas a pruebas mecánicas	36
7.4 Caracterización	38
7.4.1 Prueba mecánica de Tensión-Deformación	38
7.4.2 Prueba mecánica de Impacto.....	39
7.4.3 Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier.....	40
7.4.4 Microscopia electrónica de barrido (SEM).....	41
7.4.5 Análisis termogravimétrico (TGA).....	41
7.4.6 Calorimetría de barrido diferencial (DSC).....	42
7.4.7 Prueba de densidad	43
VIII. RESULTADOS	44
8.1 Mezclas de Ny6-FV con modificador de impacto	44
8.1.1 Masa total de las mezclas	44
8.1.2 Pruebas mecánicas de tensión-deformación.....	45
8.1.3 Pruebas mecánicas de resistencia al impacto.....	48

8.2 Mezclas de Ny6-FV/15% MI y microesferas huecas de vidrio.....	50
8.2.1 Reflectancia total atenuada (Micro ATR).....	50
8.2.2 Masa total de las mezclas	51
8.2.3 Pruebas mecánicas de tensión-deformación.....	51
8.2.4 Pruebas mecánicas de resistencia al impacto.....	55
8.3 Evaluación de la dispersión y adhesión de las microesferas huecas de vidrio mediante SEM	57
8.4 Estudio del comportamiento térmico por TGA.....	60
8.5 Análisis de densidad	61
IX. CONCLUSIÓN	63
X. COMPETENCIAS DESARROLLADAS Y/O APLICADAS	65
XI. BIBLIOGRAFIA	66
XII. ANEXO I	69-79

I. INTRODUCCIÓN

En los últimos años el interés de incorporar plásticos ligeros y materiales compuestos dentro del sector automotriz ha ido en aumento, debido a las demandas legislativas y de los consumidores de vehículos más livianos y de bajo consumo de combustible. Específicamente en los compuestos reforzados con fibra de vidrio, esta incorporación de materiales se ha promulgado en grandes mercados a nivel mundial con la prioridad de beneficiar económicamente a muchos de los principales fabricantes de automóviles dentro de la sostenibilidad global.

Los usos del refuerzo de fibra en polímeros de ingeniería han demostrado ser viables en la fabricación y aplicación de muchas piezas automotrices. Sin embargo, los requisitos competitivos, introduciendo el termoplástico reforzado moldeado por inyección, puede satisfacer los requisitos de rendimiento, reducción de peso y aumento en la eficiencia del uso de combustible aplicado en los automóviles. Estos materiales compuestos de fibra de vidrio y otros aditivos continuarán expandiendo su papel en las aplicaciones automotrices solo si existen desafíos técnicos tales como la estabilidad de la humedad, la compatibilidad de la interfaz del polímero con la fibra y la conservación de las propiedades físico-mecánicas siendo consistentes y repetibles para los fabricantes automotrices.

Actualmente, en muchos de los casos, los plásticos de ingeniería están reemplazando los materiales ferrosos más pesados, mientras que, en otros casos, los plásticos y los compuestos se están agregando para los fines de comodidad del consumidor. Además de ser ligeros, estos materiales también son duraderos y se moldean fácilmente.

Para la elaboración de estos compuestos se requiere de una matriz polimérica a la cual se le adicionan aditivos, que en este caso es el modificador de impacto y las microesferas huecas de vidrio. La finalidad de mezclar estos materiales con la matriz consiste en mejorar las propiedades mecánicas, físicas y térmicas del polímero de ingeniería. En este trabajo se propone la incorporación de estos dos materiales a la matriz de Nylon 6, evaluando las propiedades físico-mecánicas obtenidas de cada mezcla.

II. DESCRIPCIÓN DE LA EMPRESA

El Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA) es un organismo descentralizado, perteneciente al Sistema de Centros Públicos de Investigación del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología que tiene por objetivo realizar actividades de investigación científica básica y aplicada, desarrollo experimental, innovación tecnológica y formación especializada de capital humano de alto nivel en los campos de la química, los polímeros, los materiales avanzados, la biotecnología, el medio ambiente, los recursos naturales y demás disciplinas afines.

Estratégicamente ubicado en la ciudad de Saltillo, el CIQA se constituye como el centro más integrado y avanzado del país, que provee a diferentes sectores e industrias que utilizan plásticos, de especialistas, maestros y doctores altamente calificados, así como de investigación para generar conocimiento, desarrollo de nuevas tecnologías, y servicios de análisis y laboratorio.

El C. Josué David Ruiz Mendoza trabajó en el departamento de Materiales Avanzados, asignado por CIQA como tesista, encargado de desarrollar parte del proyecto interno perteneciente al Laboratorio Nacional en Innovación y Desarrollo de Materiales Ligeros para la Industria Automotriz (LANIAUTO).

III. PROBLEMAS A RESOLVER

En la actualidad, dentro de la industria automotriz una de las prioridades importantes es aumentar la eficiencia y reducción en el consumo de combustible de un automóvil. Por ello, se es necesario emplear diversos materiales de ingeniería que conformen la carcasa de la carrocería, en los últimos años diferentes tipos de plásticos han entrado en el sector automotriz, haciendo presencia en la sustitución de muchas piezas ferrosas para reducir el peso del vehículo haciéndolo totalmente menos denso.

Para el mantenimiento y reparación de piezas ferrosas automotrices, rotas y en mal estado es muy costosa para una empresa, mientras que el empleo de algunos polímeros de ingeniería reduce dichos costos. Diversos estudios anteriores han concluido que los vehículos más livianos muestran una reducción en el uso de combustible y gracias a esto contribuyen directamente a la reducción de emisiones emitidas a la atmosfera.

IV. OBJETIVOS

4.1 OBJETIVO GENERAL

Mejorar la tenacidad de compuestos de nylon6/fibra con vidrio y esferas huecas de vidrio mediante el uso de modificadores de impacto y lograr una reducción de peso de los compuestos de al menos un 10% en peso.

4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Preparar el material compuesto de nylon 6/fibra de vidrio seleccionando un modificador de impacto injertado con anhídrido maleico para promover la compatibilidad entre las fibras y la matriz.
- Determinar las condiciones adecuadas para la incorporación de esferas huecas de vidrio mediante extrusión con una fragmentación mínima de las esferas.
- Evaluar las propiedades de los compuestos obtenidos por medio de ensayos tensión-deformación, pruebas de impacto, análisis térmico, análisis dinámico mecánico, propiedades estructurales y morfológicas y densidad de los compuestos.
- Determinar el grado de mejora en la tenacidad y cumplir con las propiedades de la norma TL-52625.
- Evaluar la absorción de humedad de los diferentes compuestos poliméricos a temperatura ambiente en condiciones de humedad relativa del 50%.

V. JUSTIFICACIÓN

En los últimos años los polímeros de ingeniería reforzados han encontrado un buen campo de aplicación dentro del sector automotriz, esto debido a que mantienen diversas características provechosas para su aplicación y fabricación de muchos componentes pertenecientes a un automóvil.

El uso de estos polímeros compuestos, principalmente Nylon 6 con microesferas huecas de vidrio, mantiene en gran manera las propiedades mecánicas, físicas y térmicas de la matriz original, sin embargo, su aplicación se ve limitada debido a la falta de compatibilidad entre los componentes o la dificultad para lograr mantener las microesferas intactas sin ocasionarles fisuras o roturas totales durante el procesamiento de los compuestos, ya que esto implica la reducción de propiedades térmicas y mecánicas haciendo al material menos factible para su aplicación.

Una alternativa para minorar estas limitaciones resultantes de los materiales, es el empleo de una buena técnica desde su momento de procesado, empleando un mezclado por fundido, el cual es más eficiente debido al principio empleado, que evita tener excesos de cizallamiento en el material fundido reduciendo el riesgo de fracturar las microesferas huecas de vidrio al momento de adicionarlas a la matriz. Otra alternativa para conservar las propiedades del material es evitar que la mezcla contenga un porcentaje alto de humedad, y es por esto que se lleva a cabo un secado totalmente del material antes de cada proceso al que vaya a ser sometido, esto para eliminar el exceso de humedad y evitar la presencia de una hidrólisis del material en el momento de su tratado.

Estudios previos a este trabajo han demostrado buenos resultados, resaltando una buena compatibilidad y dispersión de las microesferas dentro de la matriz polimérica, al igual que la mejora en las propiedades fisicomecánicas del mismo. Concluyendo que un polímero de ingeniería comparado con un polímero reforzado, presenta un aumento notorio y mejorado en cuanto a los valores obtenidos aplicando diferentes pruebas fisicomecánicas al material.

VI. MARCO TEÓRICO

6.1 POLIAMIDAS

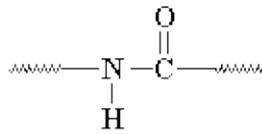
Dentro de los materiales poliméricos están situadas las poliamidas, caracterizadas por poseer buenas propiedades mecánicas y térmicas, por lo que su uso comercial está muy extendido. La historia de las poliamidas comienza en 1935 en los laboratorios Du Pont, donde Carothers descubre un polímero que hila con gran facilidad en hebras de gran resistencia. [1]

Las poliamidas son ampliamente utilizadas en muchos componentes y estructuras de ingeniería, ya que muestran fuertes interacciones del tipo puente de hidrógeno que son típicos en su estructura química. Tal característica asegura su rendimiento mecánico y permite extender su aplicación en la industria automotriz.

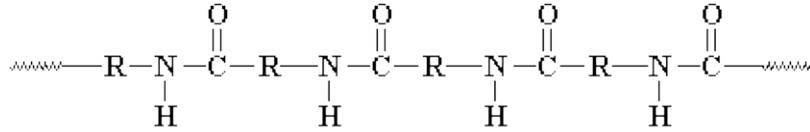
Debido a su buena tenacidad y rigidez, resistencia térmica y química, son una buena opción para la fabricación de engranajes y cojinetes, así como una parte integral del cuerpo del vehículo como la puerta, manijas, radiadores, parrillas, tanque de expansión de refrigerante, embrague, etc. [2], [3]

Las poliamidas se forman a partir de moléculas de bajo peso molecular denominadas monómeros, formando cadenas de longitud creciente que reaccionan entre sí y con monómeros residuales, hasta alcanzar un material de tamaño molecular promedio útil. [4]

Las poliamidas son polímeros que contienen enlaces de repetición del tipo amida en su cadena principal (Figura 1). En general, se caracterizan como polímeros rígidos, translúcidos y semi cristalinos que tienen un costo moderadamente bajo y que se pueden procesar fácilmente mediante el fundido. La regularidad de los enlaces de amida a lo largo de la cadena de polímero define dos clases de poliamidas: AB y AABB. [5]



Grupo Amida



Poliamida

Figura 1. Estructura química general de una poliamida.

No hay duda de que las poliamidas son un producto interesante y una alternativa económica en comparación con los materiales metálicos y algunos termoplásticos inyectados. A pesar de estas ventajas, las poliamidas tienden a absorber humedad de sus alrededores. Esta absorción continúa hasta que se alcanza un equilibrio y puede tener un efecto negativo en su estabilidad dimensional y disminución como consecuencia de su rendimiento y durabilidad. [2]

Las poliamidas son de los termoplásticos que están encontrando cada vez más aplicaciones de mayor valor para la fabricación de autopartes. En la industria automotriz el nylon 6 es el polímero que se encuentra en el tercer lugar de participación (10.7% en peso) seguido de los poliuretanos (17.9 %) y el polipropileno (25.4%), respectivamente. [6]

En los últimos años, las estructuras compuestas se utilizan ampliamente para ahorrar energía al reducir el peso de los vehículos, como los aviones y la industria automotriz, ya que el aumento de la demanda de energía se ha convierte en un problema importante. Para usar estas estructuras compuestas junto con otros materiales, se han usado métodos adhesivos de unión que crean una distribución de esfuerzos más uniforme en lugar de los otros métodos, como el atornillado y el remachado, donde se producen altas concentraciones de tensión. [7]

6.2 NATURALEZA HIDRÓFILA DE POLIAMIDAS

Las poliamidas pueden absorber fácilmente agua del entorno debido a la naturaleza hidrófila de los grupos amida, cuya naturaleza también es polar, causando inestabilidad dimensional.

Esto limita sus aplicaciones en ciertos campos donde se requieren dimensiones precisas de los productos. Durante las últimas dos décadas, se han desarrollado varios métodos para reducir la capacidad de absorción de agua de poliamidas. Estos incluyen la mezcla de polímeros, la modificación con nanofillers, la formación de redes de polímeros interpenetrantes (IPN) y la copolimerización de injertos superficiales. [3]

La mezcla de polímeros es un método simple y eficiente para superar las deficiencias de los polímeros individuales. Mezclando con un polímero hidrofóbico tal como polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) y politetrafluoroetileno, la absorción de agua de las poliamidas se puede reducir significativamente.

Por ejemplo, mezclando con 10% de LLDPE en presencia de 5% de LLDPE injertado con anhídrido maléico (LLDPE-g-MA) como el compatibilizador, la absorción de agua de PA6 sumergida en agua a temperatura ambiente durante 24 h puede reducirse en 46%; sin embargo, también condujo a una reducción del 20% en las resistencias a la tracción y a la flexión. [3]

6.3 TIPOS DE POLIAMIDAS

Es común llamar poliamidas tipo AB o tipo AABB nylon-x o nylon-x, x, respectivamente, donde x se refiere a la cantidad de átomos de carbono entre los nitrógenos o grupo amida. Para las poliamidas tipo AABB, los átomos en la diamina se indican primero, seguidos por el número de átomos de carbono en el diácido (Figura 2). [5]

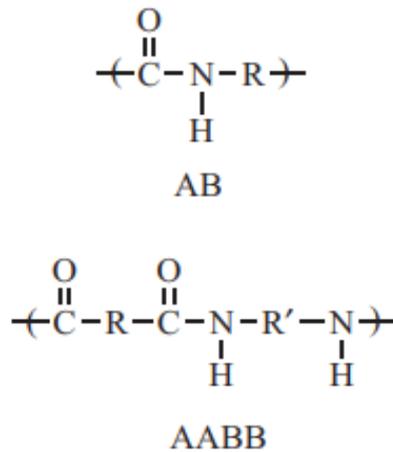


Figura 2. Estructura química de poliamidas.

El tipo AB, que tiene todos los enlaces amida con la misma orientación a lo largo de la cadena principal, puede verse formado en una reacción de policondensación a partir de ω -aminoácidos para dar un polímero con la unidad de repetición AB. El tipo AABB, donde los enlaces amida se alternan en orientación a lo largo de la cadena principal, puede verse formado a partir de diácidos y diaminas en una reacción de policondensación para formar un polímero con la unidad AABB de repetición. Los grupos R y R' en estas estructuras son radicales hidrocarbonados y pueden ser alifáticos, aromáticos o mixtos. Algunos términos comunes que se usan con poliamidas son nylon, aramida y poliftalamida (PPA). [5]

El término "Nylon" está definido por la Comisión Federal de Comercio de Estados Unidos como cualquier poliamida teniendo menos del 85% de los grupos amida directamente conectados a dos grupos aromáticos. Esta definición es específicamente para una fibra, pero está convenientemente extendida.

La aramida es una poliamida que tiene 85% o más de los grupos amida directamente conectada a dos grupos aromáticos.

Y la Poliftalamida (PPA) como una poliamida en la que los residuos de ácido tereftálico o ácido isoftálico o una combinación de los dos comprenden al menos 55% en moles de la porción de ácido dicarboxílico de las unidades repetitivas en la cadena polimérica. [5]

6.4 Nylon 6 (PA6)

El Nylon 6 se obtiene a partir de la ϵ -caprolactama, que es una molécula estructurada en anillo. Mediante la polimerización de la ϵ -caprolactama se desarrolla un crecimiento de cadena de apertura de anillo, en presencia de vapor de agua y un catalizador ácido en la masa fundida, para así formar el Nylon 6 (Figura 3). [8]

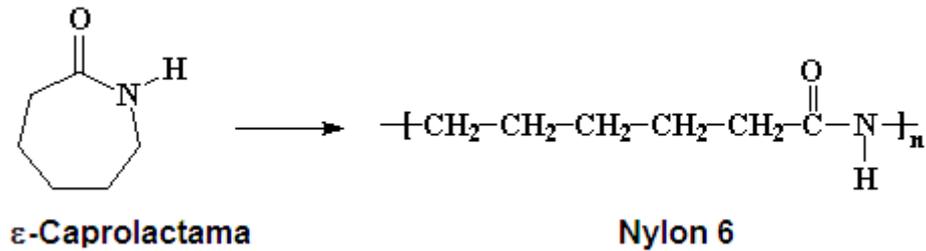


Figura 3. Formación de Nylon 6.

El Nylon 6 (PA6) es un termoplástico de ingeniería con uno de los grados comerciales más comunes para fabricar piezas moldeadas, ya que exhiben características de alto rendimiento; como un alto punto de fusión, alta resistencia mecánica, rigidez y excelente resistencia a disolventes, fatiga y abrasión; sin embargo, aún quedan muchos inconvenientes por mejorar, como la fragilidad, alta absorción de humedad, estabilidad dimensional deficiente y temperaturas marginales de deflexión de calor. Para mejorar la resistencia al impacto, se han utilizado muchos elastómeros adecuados como hidrocarburos funcionalizados y modificadores de impacto núcleo-coraza. [9]

6.4.1 PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS

El Nylon 6 es cada vez más importante debido a su bajo costo, sus posibilidades y facilidad de procesamiento, y sus diversas características materiales. Estos incluyen, por ejemplo, una amplia variación en las características mecánicas (rigidez y elasticidad), funcionalidades especiales para aplicaciones electrónicas, mecánicas y ópticas, y ventajas en el ahorro de peso, especialmente en materiales compuestos. [10]

Algunas de las propiedades claves del Nylon 6 se resumen a continuación en la **Tabla 1.** ;

Nylon 6 (PA 6)	
PROPIEDADES	VALOR
Módulo de Elasticidad	1100 MPa
Resistencia al Impacto	20 kJ/m ²
Temperatura de Fusión	222 °C
Absorción de Humedad	3 %
Densidad	1.14 g/cm ³
Temperatura de distorsión del calor (HDT)	170 °C

Tabla 1. Propiedades Físicas del Nylon 6.

Para el Nylon 6, una atmósfera oxidante en combinación con un aumento de la temperatura es suficiente para producir cambios de visibilidad (amarillamiento) en la matriz del polímero, provocados por la formación de grupos aldehídos o especies de pirrol.[10]

CRISTALINIDAD: Los homopolímeros lineales de Nylon 6, consisten en fases cristalinas y amorfas y se denominan semicristalinas. La cristalinidad mejora el límite elástico, la resistencia a la abrasión, resistencia a la tracción, el módulo elástico, y probablemente resistencia a la termo-oxidación, pero disminuye la absorción de humedad y la resistencia al impacto. La mayoría de las muestras comerciales de nylon-6 son 40-50% cristalinas en peso, según lo determinan las mediciones de densidad.

Se puede lograr un bajo grado de cristalinidad en estos polímeros enfriándolos rápidamente por debajo de la temperatura ambiente desde la masa fundida, pero este estado es inestable y el polímero cristaliza rápidamente si se calienta, se somete a esfuerzos mecánicos como el estirado o se expone a la humedad o a otros plastificantes. [5]

SOLUBILIDAD: Al igual que las poliamidas lineales, el Nylon 6 es insoluble en disolventes orgánicos comunes a temperatura ambiente. Sin embargo, son solubles en ácido fórmico, fenoles, ácidos minerales y alcoholes. Las poliamidas predominantemente o totalmente aromáticas requieren disolventes potentes, como ácido trifluoroacético (TFA) o ácido sulfúrico concentrado. [5]

DEGRADACIÓN: La hidrólisis es el reverso de la reacción de amidación. Como consecuencia, si el agua no es eliminada de los medios de reacción, la reacción de poliamidación eventualmente se aproxima al equilibrio y el peso molecular final del polímero es limitado.

Antes de procesar el Nylon 6, debe someterse a un proceso de secado para evitar una disminución significativa del peso molecular derivada de una hidrólisis. La reacción de hidrólisis generalmente es lenta a temperatura ambiente, pero se acelera a temperaturas más altas y cuando es catalizado por ácidos o bases. [5]

6.4.2 ESTRUCTURAS CRISTALINAS

El Nylon 6 puede presentar estructuras laminares con cadenas totalmente extendidas (formas α), o cadenas parcialmente extendidas, (formas γ). La primera estructura cristalina descrita para una poliamida alifática, fue la obtenida para los nylons 6 y 6,6 por Bunn y Gamer en 1947.

En la estructura α (monoclínica) las cadenas adoptan una conformación en zigzag planas totalmente extendidas con los ángulos de torsión de 180° . A lo largo de la cadena los grupos metileno y los grupos amida coinciden prácticamente en un mismo plano con lo que la molécula adopta aspecto de cinta.

Las cadenas poliamídicas se mantienen unidas por puentes de hidrógeno formando láminas totalmente planas. La distancia entre cadenas enlazadas por puente de hidrógeno es de alrededor de 0,47 nm (Figura 4b). [1]

La estructura γ (pseudohexagonal) se conforma de láminas plegadas de cadenas paralelas, las cuales se mantienen unidas por puentes de hidrógeno; se obtiene debido a un enfriamiento rápido desde el fundido (Figura 4a). [11]

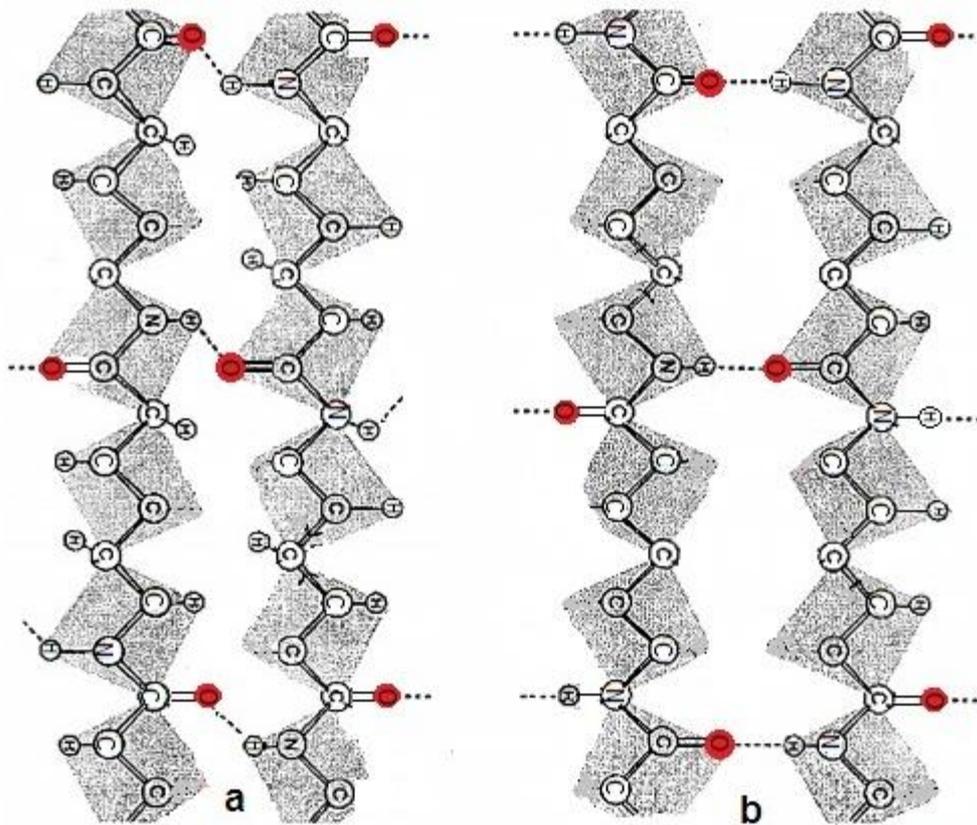


Figura 4. Representación de las fases cristalinas del Nylon 6. **a) Forma γ (gamma)** con cadenas paralelas y puentes de hidrógeno antiparalelos, **b) Forma α (alfa)** con cadenas antiparalelas y puentes de hidrógeno paralelos.

Las diferencias básicas entre la forma a y la forma γ se reflejan en sus respectivos diagramas de difracción de rayos-X. En el diagrama de la forma α aparecen dos anillos que se transforman en un único anillo en el diagrama de la forma γ . [1]

6.5 FIBRA DE VIDRIO

Las fibras de vidrio se usan para reforzar matrices plásticas y así formar compuestos estructurados y productos moldeados. El vidrio es una de las fibras más utilizada, siendo además la de menor coste (Figura 5). Los materiales compuestos reforzados con fibras de vidrio tienen las siguientes características favorables: buena relación resistencia/peso, buena estabilidad dimensional, alta

resistencia al calor, a la humedad y a la corrosión, así como buenas propiedades aislantes eléctricas.

Las dos clases más importantes de vidrio utilizado para fabricar fibras en materiales compuestos son los vidrios E (eléctricos) y los vidrios S (de alta resistencia). [12]



Figura 5. Fibra de Vidrio.

Las propiedades de las fibras de vidrio son isotrópicas, de forma que, el módulo de Young a lo largo del eje de la fibra es el mismo a todas direcciones. Lo anterior es consecuencia directa de la estructura tridimensional de la red del vidrio. El factor más importante que determina la resistencia a la ruptura del vidrio es el daño que las fibras experimentan cuando rozan entre sí al ser sometidas a un proceso en particular. El deterioro mecánico se produce en forma de pequeñas grietas superficiales. [12]

6.5.1 REFUERZO DE NYLON 6 CON FIBRA DE VIDRIO

Los materiales compuestos de resina reforzados con fibra de vidrio fueron introducidos al mercado en 1940 y su uso ha ido en aumento desde entonces. En un principio, su uso se limitaba a las resinas termoestables, sin embargo, con el tiempo se extendió hacia los termoplásticos, como por ejemplo, el nylon, cuyos materiales compuestos con fibra de vidrio son de gran importancia en la actualidad. [13]

El uso de piezas de polímero reforzado con fibra de vidrio en lugar de piezas metálicas para el material estructural de un vehículo reduce su peso y, en consecuencia, contribuye a una mejora en el costo del combustible. [14]

Particularmente, el reforzamiento de Nylon 6 con fibras cortas de vidrio conduce a un aumento significativo de su resistencia, rigidez, temperatura de distorsión térmica, así como resistencia a la abrasión; aunque las propiedades pueden ser anisotrópicas (incluida la contracción del molde, lo que implica una posible distorsión). En el caso del Nylon 6, a diferencia de muchos polímeros, esta mejora en propiedades se logra sin pérdida de resistencia al impacto, pero la tensión en la fractura se reduce sustancialmente. [15]



Figura 6. Nylon 6 virgen con Fibra de Vidrio

A continuación se presentan valores estándares de algunas propiedades mecánicas de la fibra de vidrio **Tabla 2**; [16]

Fibra de Vidrio	Densidad (g/cm³)	Elongación (%)	Resistencia a la Tracción (MPa)	Módulo de Elasticidad (GPa)
	2.5	0.5	2,000-3,500	70

Tabla 2. Propiedades estándares de la Fibra de vidrio.

Ching y col. [17], estudiaron el efecto que se produce en la resistencia a la fractura en una mezcla de Nylon 6 reforzada con fibras de vidrio cortas. Estos autores encontraron que la adición del 10% en peso de fibras de vidrio corta en

una matriz de nylon 6 mejoró sustancialmente la tenacidad a la fractura. Esto se debe al efecto sinérgico que proviene del rendimiento de la matriz y la absorción de energía relacionada con la fibra, como la separación de la fibra, la extracción de la fibra y la fractura de la fibra.

El estudio determinó que la mezcla no reforzada, poseía una mayor resistencia a la fractura, mientras que para las mezclas reforzadas con fibra de vidrio, la matriz se fracturó de manera frágil y, por lo tanto, la resistencia a la fractura de las mezclas reforzadas disminuyó drásticamente. Concluyeron que la tenacidad a la fractura por impacto aumenta ligeramente después de la incorporación de un mayor porcentaje en peso de fibras de vidrio. [17]

Adicionalmente, en este trabajo los autores observaron que a medida que se incrementa la concentración de la fibra de vidrio se reduce significativamente la elongación a la fractura de los materiales; pero se incrementa la resistencia máxima de los compuestos con la concentración de la fibra de vidrio de 43.92 a 85.80 MPa. [17]

Por otro lado Ferreira y col. [18], estudiaron un compuesto de Nylon 6 con fibra de vidrio y la adición de esferas huecas de vidrio, las cuales se mantuvieron a una concentración del 30%. En donde las esferas huecas de vidrio se agregaron del 3 al 10% en peso. Los autores mencionan la modificación superficial de las fibras de vidrio con un organosilano para mejorar la compatibilidad con la matriz. [18]

En este trabajo se reportó que la adición de esferas huecas de vidrio reduce la densidad del compuesto comparado con la manera tradicional de preparar la mezcla; en este caso Nylon 6 con fibra de vidrio. Cuando se adicionó las esferas al 10% (70/20/10) se obtuvo una reducción de la densidad de hasta 15%.

En lo que respecta a las propiedades mecánicas, se observó que la adición de las esferas reduce ligeramente el módulo de Young en el compuesto (del 5 al 10%). Este mismo efecto se observó para la resistencia a la tensión, la elongación y la resistencia al impacto. La reducción de estas propiedades por la adición de las esferas huecas de vidrio se debe a la pobre relación interfacial entre las esferas y la matriz de nylon 6. [18]

6.5.2 PARÁMETROS A CONSIDERAR PARA LA OBTENCIÓN EFICIENTE DE POLIAMIDA 6 CON FIBRA DE VIDRIO.

Hay varios parámetros que afectan el comportamiento a la fatiga de los compuestos de poliamidas reforzadas con fibras de vidrio (Figura 7), tales como:

- Proceso de fabricación (morfología del núcleo de la piel del matriz de polímero, orientación y concentración de las fibras).
- Condiciones ambientales (humedad, temperatura, oxígeno y UV).
- Parámetros que están relacionados con los materiales tales como: la naturaleza de la matriz, el porcentaje de fibras, la longitud de la fibra y la resistencia de la interfaz de fibra / matriz entre la fibra y la naturaleza de la matriz.

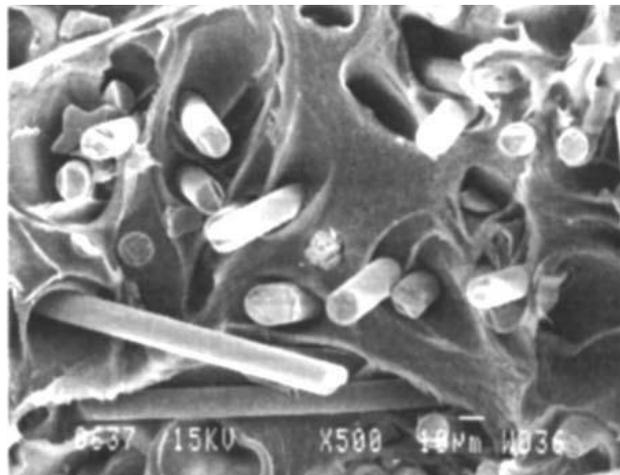


Figura 7. Micrografía SEM de la fractura de una mezcla PA6 reforzada con 30% Fibra de vidrio.

Una fuerte unión química entre la fibra y la matriz conduce a una mejora bastante buena de las propiedades mecánicas térmicas o estáticas. Los parámetros aplicados, como la amplitud de carga y la frecuencia, también podrían afectar el comportamiento de la fatiga, por ejemplo, en una prueba de fatiga, la velocidad de propagación de las grietas depende del nivel de carga y la frecuencia. [19]

6.6 MODIFICADORES DE IMPACTO

Los modificadores de impacto se emplean para mejorar la resistencia al impacto de ciertos plásticos debido a que son capaces de almacenar energía disipándola de manera no destructiva. Lo anterior, generalmente se logra mediante mezclas de un polímero rígido y un elastómero, de tal modo que se obtienen materiales con un amplio espectro de propiedades bien equilibradas. [20]

En general, los materiales poliméricos son compatibles entre sí de una manera muy limitada, por lo tanto, no pueden mezclarse homogéneamente. Una característica morfológica esencial en los polímeros modificados para aumentar la resistencia al impacto es que exista una estructura multifase, como consecuencia de una cierta incompatibilidad entre la fase termoplástica rígida y el componente elástico, es decir, la fase elastomérica. Cuando un material de este tipo se somete a un impacto, la energía mecánica asociada al mismo es absorbida primero por la matriz o fase rígida (fase continua).

Si se ha de evitar la fractura frágil, la energía debe transmitirse inmediatamente a la fase elastomérica embebida en la matriz. En la figura 8 se representa esquemáticamente esta situación. Si la energía absorbida no puede ser transmitida a la fase elastomérica, permanecerá en la fase rígida, con el resultado de que pueden crearse tensiones en puntos donde eventualmente aparecerán fracturas. Por ello, es importante que exista una estructura de dos fases, pero a la vez que haya buen contacto entre ambas fases. [20]

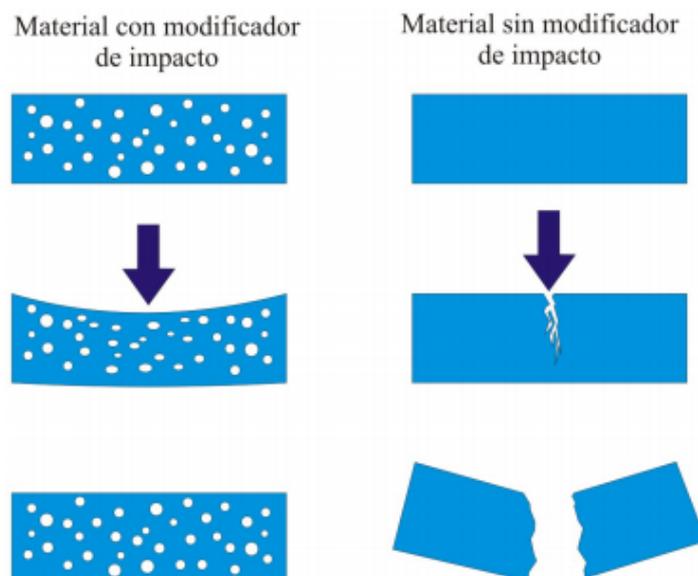


Figura 8. Modo de acción de los modificadores de impacto.

6.6.1 APLICACIÓN DE DIFERENTES MODIFICADORES DE IMPACTO EN UNA MATRIZ DE NYLON 6

Según lo reportado por Zhong-Zhen Yu y col. [21], quienes obtuvieron un Nylon 6 súper resistente utilizando una mezcla de caucho como modificador de impacto, (designado como TPEg), compuesta por un **elastómero de polietileno-octeno (POE) injertado con anhídrido maleico y poliolefina semicristalina**. Esta mezcla de TPEg con un núcleo de poliolefina semicristalina y una cubierta de caucho de polietileno-octeno, posee no solo una mejor capacidad de procesamiento de extrusión y peletización, sino también un efecto de dureza mejorado en comparación con el caucho de polietileno-octeno puro maleado.

Mediante microscopía electrónica se observó una dispersión fina del TPEg y un aspecto de dominio elíptico en la matriz de Nylon 6, así como una buena adhesión interfacial con la matriz. [21]

La Figura 9 muestra las superficies fracturadas por impacto de las mezclas de Nylon 6 / TPEg a 25 ° C. La superficie de la mezcla de Nylon 6 / TPEg (90/10) era áspera y mostró un ligero vaciado alrededor de las partículas de TPEg.

Sin embargo, más allá del 20% de TPEg en peso, especialmente la mezcla de Nylon 6 / TPEg (70/30), el cizallamiento se produce y se ejecuta completamente dentro de la matriz de Nylon 6, que se convierte en el principal mecanismo de disipación de energía de impacto. La aparición del rendimiento de corte de la matriz indica que la mezcla de Nylon 6 con un 20% de TPEg tendrá una resistencia al impacto Izod ultra alta. [21]

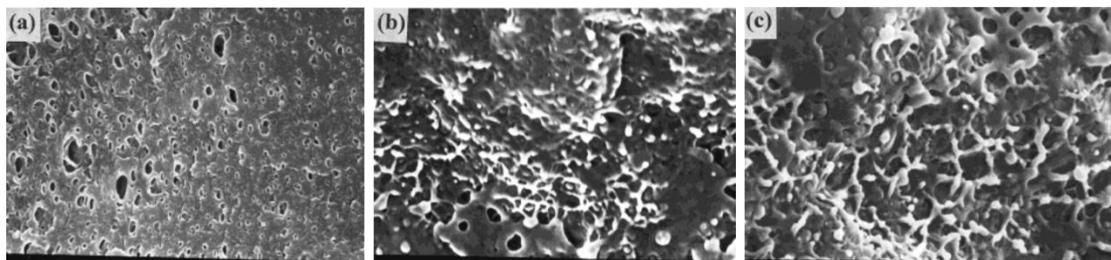


Figura 9. Micrografías SEM de la superficie fracturada por impacto de mezclas de Nylon 6 / TPEg que contienen (a) 10%, (b) 20% y (c) 30% de TPEg en peso, respectivamente.

Por otro lado W. van der W. y R. J. Gaymans [22], reportaron el refuerzo de Nylon 6 con la adición de dos modificadores de impacto del tipo acrílico (Paraloid EXL2300 acrílico y Paraloid EXL2386 acrílico modificado).

El objetivo principal de los autores fue comparar ambos modificadores de impacto (MI) para determinar cuál era el más eficiente en cuanto a sus propiedades de resistencia al impacto.

Estos autores concluyeron que el porcentaje más factible de modificador de impacto EXL2300 fue del 20%, en cambio utilizando el modificador de impacto EXL2386 la concentración óptima resultó del 10%, ya que conforme se aumenta la temperatura la resistencia al impacto también incrementó. Por lo tanto, el efecto de la eficiencia a la resistencia al impacto parece depender del cambio en la temperatura de transición de frágil a resistente. Al aumentar la concentración de los modificadores de impacto, esta temperatura de transición disminuyó y que en bajas concentraciones, el modificador Paraloid EXL2386 acrílico modificado parece ser ligeramente más efectivo. Los niveles de impacto en la región frágil pueden aumentar hasta 20 kJ m^{-2} y en la región dura hasta 70 kJ m^{-2} . Estos valores son comparables a otras mezclas de caucho PA. Lo más importante en mezclas endurecidas es el cambio en la transición de frágil a resistente. [22]

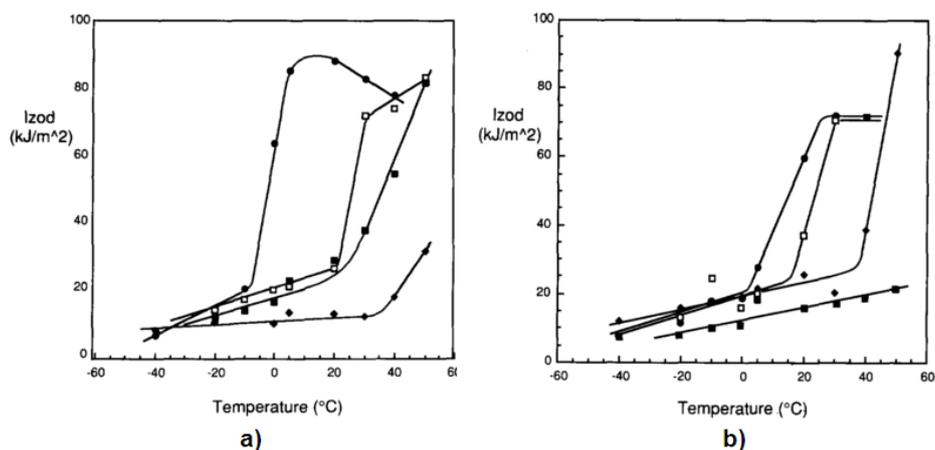


Figura 10. Gráficas de impacto. **a)** Comportamiento de impacto de las mezclas de extrusión de PA6 y modificador de impacto no modificado (EXL2300). Concentración de MI (% en peso): (◆) 10%; (□) 20%; (●) 30%; (■) 40%. **b)** Comportamiento de impacto de las mezclas de extrusión de PA6 y modificador de impacto modificado (EXL2386). Concentración de MI (% en peso): (◆) 10%; (□) 20%; (●) 30%; (■) 40%.

Por último, K. Chiou y col. [23], emplearon mezclas de **PA6/ poli (p-fenileno éter)** adicionando un compatibilizante de poliestireno/anhídrido maléico (SMA). En este trabajo se utilizaron dos tipos de elastómeros como modificadores de impacto para reforzar la matriz de Nylon 6, los cuales fueron: Kraton G1651 (estireno / etileno-butileno / estireno) y Kraton FG-1901x (estireno / etileno-butileno / estireno) con un 2 % anhídrido maleico. [23]

El trabajo concluyó que el SMA actúa eficiente como compatibilizante en las mezclas de PA6 / Poli (p-fenileno éter) fortalecido con los elastómeros adicionados.

El elastómero G1651 es un modificador de impacto más efectivo y resulta en una resistencia y HDT (temperatura de deflexión térmica) superiores a las del elastómero 1901X, ya que las partículas G1651 se distribuyeron exclusivamente en la fase del Poli (p-fenileno éter) dispersa, mientras que las partículas 1901X se distribuyeron en la matriz de Nylon 6 y a lo largo de la interfaz. Además, como modificador de impacto, el elastómero 1901X también actuó como un agente interfacial a lo largo de la interfaz. Sin embargo, su presencia tiende a interferir con la efectividad del compatibilizador y da como resultado un rendimiento relativamente bajo. [23]

6.6.2 ELASTÓMEROS COMO MODIFICADORES DE IMPACTO

Los elastómeros son aquellos compuestos que incluyen no metales en su composición y que muestran un comportamiento elástico. Los elastómeros son polímeros amorfos que se encuentran por encima de su temperatura de transición vítrea o Tg, de ahí esa considerable capacidad de deformación.

Los elastómeros o cauchos son generalmente polibutadienos o compuestos que contienen dobles enlaces en la cadena principal, de modo que las cadenas de polímero se encuentran enrolladas sobre sí mismas, lo que les confiere gran flexibilidad. Estos materiales son capaces de soportar deformaciones muy grandes recuperando su forma inicial una vez que se elimina el esfuerzo (Figura 11). Por lo tanto, para mejorar la resistencia al impacto de muchos polímeros de ingeniería, se han utilizado muchos elastómeros adecuados como hidrocarburos funcionalizados y modificadores de impacto núcleo-coraza. [13]

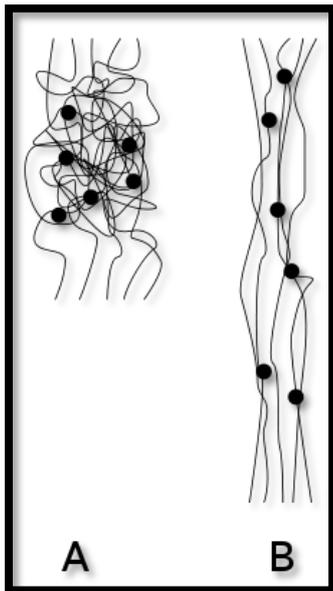


Figura 11. **A** es un dibujo esquemático de un elastómero no sometido a tensión y **B** es el mismo elastómero sometido a tensión (los puntos representan los enlaces).

Los elastómeros son materiales muy tenaces, resistentes a aceites y grasas y al ozono, y presentan buena flexibilidad a bajas temperaturas. De hecho, todos los elastómeros tienen temperaturas de transición vítrea inferiores a la temperatura ambiente. [20]

6.7 MICROESFERAS HUECAS DE VIDRIO

Las microesferas huecas han encontrado aplicaciones en áreas tan diversas como el aislamiento térmico refractario, compuestos ligeros, sensores de fibra óptica, objetivos de fusión láser, encapsulación y almacenamiento de gases y productos químicos. [24]

Recientemente, se utilizan cada vez más compuestos de baja densidad basados en la adición de microesferas huecas de vidrio, principalmente en la industria del automóvil, embarcaciones y aplicaciones a materiales puros.

En comparación con el metal tradicional, el uso de este aditivo tiene muchas ventajas como; menor peso, menor costo para producción de bajo volumen debido a menores costos de herramienta, sin efectos de corrosión y más libertad de diseño, etc. [25]

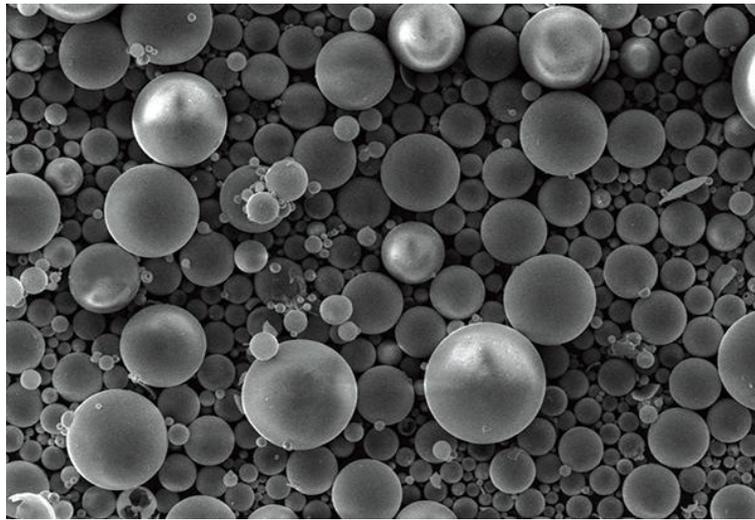


Figura 12. Vista Microscópica de Microesferas Huecas de Vidrio.

Las microesferas huecas de vidrio se usan ampliamente en termoplásticos y termoestables. Pueden ser sólidas o huecas, con densidades que varían de 2.5 g cm^{-3} a 0.1 g cm^{-3} .

La relación de aspecto de la esfera hueca puede proporcionar solo efectos positivos moderados para su uso como modificadores de propiedades mecánicas. Las funciones más importantes para las microesferas sólidas y huecas están asociadas con su forma esférica; incluyen procesabilidad mejorada y estabilidad dimensional. La densidad compuesta total reducida es una función adicional y directa generada por la adición de las esferas huecas de vidrio. [26]

6.7.1 CARACTERÍSTICAS DE LAS MICROESFERAS HUECAS DE VIDRIO

Las microesferas de vidrio huecas se fabrican en diferentes densidades, resistencias y diámetros (Figura 13). La calificación elegida depende de la aplicación y los atributos generales de ahorro de peso. Las microesferas pueden formularse para resinas termoplásticas o termoestables y también algunos grados lo suficientemente resistentes para el moldeo por inyección de reacción y el moldeo por transferencia de resina. [25]

Las esferas se basan principalmente en la composición de vidrio A, aunque las esferas de Eglass también están disponibles. El vidrio A se recomienda para todos los polímeros, excepto las resinas sensibles a los álcalis, como el policarbonato, el acetal y el politetrafluoroetileno, para los cuales se recomienda el uso de vidrio E. Los tamaños medios de partícula utilizados comúnmente pueden oscilar entre 200 y 20 μm . Esencialmente, todas las perlas de vidrio están recubiertas con agentes de acoplamiento apropiados dependiendo del uso previsto. [26]



Figura 13. Microesferas Huecas de Vidrio.

Numerosos estudios han sido reportados sobre las propiedades mecánicas de los compuestos rellenos, tales como la tenacidad a la fractura en resina epoxi modificado con partículas de caucho, partículas termoplásticas y partículas duras. Las partículas duras pueden contribuir a la mejora de la resistencia a la fractura. Las microesferas de vidrio huecas pueden ofrecer este posible efecto de endurecimiento además de la baja densidad beneficiosa y la consecuente reducción de peso. [25]

6.7.2 PROPIEDADES DE LAS MICROESFERAS HUECAS DE VIDRIO

La adición de microesferas huecas tiende a aumentar los valores específicos en términos de fuerza de impacto y ligeramente, en el módulo de flexión para fracciones de microesferas de alto volumen. [25]

La resistencia a la fractura de las esferas huecas está determinada por el grosor de las paredes y como se espera, cuanto mayor es la densidad de la esfera, mayor es la resistencia a la fractura. Las densidades efectivas disponibles son mucho más bajas que las de todos los polímeros, que van desde 0.15 hasta 0.8 g cm⁻³; estos valores corresponden a valores de resistencia a la fractura que varían de 2 a > 150 MPa. [26]

Las esferas de baja densidad son sensibles al cizallamiento, esto restringió en gran medida sus primeros usos a procesos líquidos o de baja presión, como fundición o en termoestables reforzados con molde abierto, y operaciones termoplásticas seleccionadas como el procesamiento de plastisol. El desarrollo de esferas de mayor resistencia condujo a usos en aplicaciones de mayor cizallamiento, por ejemplo el moldeo por extrusión e inyección de termoplásticos. Se ha reportado que las esferas huecas con una densidad de 0.6 g cm⁻³ tienen suficiente resistencia a la fractura durante el proceso de moldeo por inyección.

Algunas propiedades físicas de las microesferas de vidrio sólidas y huecas se comparan en la **Tabla 3**; [26]

PROPIEDADES	SÓLIDAS	HUECAS
Temperatura de ablandamiento (°C)	700	700
Densidad (g/cm ³)	2.3 – 2.5	0.1 – 11
Dureza (Mohs)	5.5 – 6	5
Modulo (GPa)	60 – 70	200
Conductividad térmica (W/m K)	0.7	0.0084
Coefficiente de expansión térmica (K ⁻¹)	8.6 x10 ⁻⁶	8.8 x10 ⁻⁶
Constante dieléctrica (10 ⁴ Hz)	5	1.5

Tabla 3. Comparación de microesferas de vidrio sólidas y huecas.

Las propiedades que se ven afectadas adversamente son la ductilidad, que se manifiesta como elongación en la ruptura y, a menudo, la resistencia al impacto. Una variedad de termoplásticos, como: PS, nylon, SAN, ABS, PC y PVC; que contienen esferas de vidrio o combinaciones de fibra de vidrio / esfera, se utilizan en aplicaciones de automoción, electrodomésticos y conectores. [26]

Según lo informado por Kim y col. [27] y Oldenbo y col. [28], la adición de microesferas huecas tiende a reducir el módulo de Young y la resistencia. Incluso los valores específicos solo aumentan en términos de fuerza de impacto y, ligeramente, en términos de módulo de flexión para fracciones de microesferas de alto volumen. [27]

Oldenbo y col., verificaron que el grosor y el tamaño de las microesferas pueden producir cambios importantes en el comportamiento mecánico y que el efecto de la fracción de volumen de la microesfera en la resistencia a la tracción y la flexión, y la rigidez depende de la densidad de la microesfera y de la relación entre el espesor y el radio. [28]

6.8 APLICACIÓN DE NYLON 6 EN LA INDUSTRIA AUTOMOTRIZ

Hoy en día, la industria exige datos sobre el comportamiento a la fatiga de polímeros particularmente polímeros reforzados debido a su buen rendimiento. Las aplicaciones más importantes de estos polímeros se encuentran en el campo de la ingeniería mecánica. Además de las propiedades destacadas, las piezas de nylon pueden funcionar frecuentemente sin lubricación, son silenciosas, pudiendo en muchos casos moldearse en una sola pieza evitándose el ensamblado de las diferentes piezas metálicas o el uso de máquinas caras con la consiguiente pérdida de material. [29]

Actualmente, las razones principales para su aplicación es el costo reducido y la baja densidad que podrían ayudar a ahorrar energía y disminuir las emisiones de gases de efecto invernadero. El nylon 6 reforzado con fibras de vidrio tiene muchas aplicaciones en piezas de automóviles (Figura 14) (debajo del capó, colector de admisión de aire del motor (Figura 16), carcasa del ventilador de enfriamiento (Figura15)), industria ferroviaria (compuesto de trenes, aisladores de enlace ferroviario), partes de seguridad en deportes (algunas partes de snowboard) y partes eléctricas (conectividad). Estos compuestos generalmente son conocidos por su alta rigidez y resistencia a la fatiga. [29]



Figura 14. Soporte de radiador de Nylon 6.



Figura 15. Carcasa del ventilador de enfriamiento de Nylon 6.

Los termoplásticos, especialmente Nylon 6 han reemplazado a los metales en muchas aplicaciones de soporte de cargas ligeras debido a su ligereza, economía de fabricación y buena resistencia química. Estos polímeros exhiben un bajo coeficiente de fricción en comparación con los metales debido a su baja energía de adhesión interfacial. La resistencia mecánica, el módulo y la resistencia al desgaste de los polímeros determinan en gran medida la idoneidad de estos materiales para aplicaciones como engranajes, rodamientos, levas, etc. [19]

Además, los engranajes y cojinetes de estos termoplásticos pueden acomodar la carga de choque, la desalineación del eje y la flexión mejor que las piezas de metal. Las poliamidas (AP) y los poliacetales son polímeros termoplásticos ampliamente utilizados para tales aplicaciones. Las poliamidas como PA6 y PA66 son termoplásticos de ingeniería que han encontrado grandes atractivos en una amplia variedad de aplicaciones de ingeniería debido a sus deseables

propiedades mecánicas, características tribológicas adecuadas y facilidad de procesamiento.



Figura 16. Pieza Múltiple de admisión de Nylon 6.

Estas propiedades también pueden mejorarse si se incorporan partículas, fibras cortas o aditivos especiales adecuados en las poliamidas. El refuerzo de Nylon 6 con fibras cortas puede aumentar su resistencia y, por lo tanto, la capacidad de carga de los componentes. [19]

La incorporación de fibras es eficaz para prevenir la fragmentación a gran escala, pero tienden a sufrir fracturas en condiciones de carga pesada y provocan abrasión en las superficies de contacto. Por lo tanto, la adición de lubricantes sólidos particulados en presencia de fibra tiene el potencial de reducir la abrasión mediante fibras manteniendo una película con mayor eficiencia. Entre los refuerzos de fibra, las fibras de vidrio, carbono y aramida son los candidatos más probables y se emplean ampliamente. [19]

Hoy en día los colectores de admisión de aire de automóviles se fabrican a menudo con un 30-35% de Nylon 6 reforzado con fibras de vidrio. Sustituir el metal en los colectores con este polímero reduce los costos de producción hasta en un 30%, reduce el peso de la pieza en hasta un 50%, reduce los costos del sistema a través de la integración de piezas y contribuye a una mayor eficiencia de combustible.

Las cubiertas del motor son otra aplicación frecuente de Nylon 6. En comparación con otros tipos de nylon, los grados de alto flujo de este polímero son más adecuados para esta aplicación porque permite diseños de paredes más delgadas, una mejor apariencia de la superficie y una ventana de procesamiento más amplia debido a su mejor flujo y menores presiones de inyección. Las cubiertas de las válvulas basculantes son otro lugar donde son aplicados y que se encuentran cada vez más en automóviles. Para esta aplicación, Nylon 6 mantiene la resistencia y la rigidez durante la vida útil del vehículo.



Figura 17. Autopartes fabricadas de Lino, cáñamo, sisal, lana y principalmente Nylon 6.

En los contenedores de bolsas de aire, este polímero ofrece integración de piezas y peso reducido en comparación con los contenedores de metal.

En los últimos tiempos, la implementación de este polímero también se está desplegando en partes exteriores de automóviles. Estas incluyen las manijas de las puertas y de la cajuela trasera, los retrovisores exteriores, las rejillas frontales, tapas de combustible, las cubiertas y adornos de las ruedas.

VII. PROCEDIMIENTO Y DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES REALIZADAS

En este apartado se describen los materiales y equipos que se emplearon para preparar las formulaciones estudiadas en este trabajo, así como las técnicas fisicoquímicas y fisicomecánicas que se emplearon para su caracterización. Además, se detallan las concentraciones utilizadas en la adición de un modificador de impacto sobre la matriz de nylon 6 y a la vez la adición de microesferas huecas de vidrio, manteniendo condiciones de operación específicas para lograr el objetivo.

7.1 Diagrama general de la Metodología:

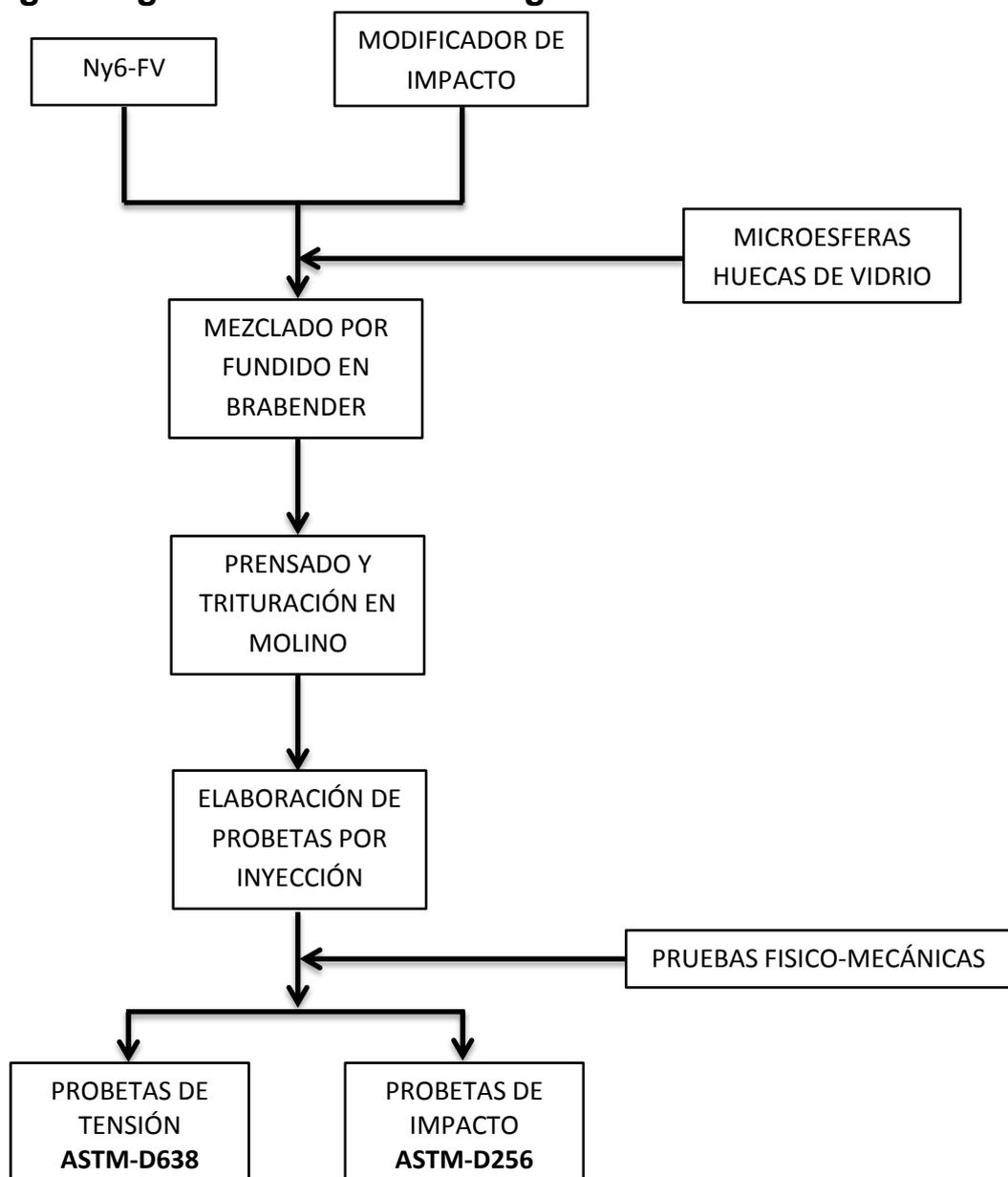


Figura 18. Diagrama general del desarrollo experimental.

7.2 MATERIALES

En la siguiente tabla se mencionan las materias primas y sus características, que se emplearon para llevar cabo las nuevas formulaciones poliméricas:

REACTIVO	DESCRIPCIÓN
Nylon 6	Pellets de Nylon 6 reforzado con 14% de fibra de vidrio (Ny6-FV). Chemlon 214 GH
Modificador de Impacto	Elastómero injertado con anhídrido maleico.
Esferas Huecas de Vidrio	Microesferas huecas de vidrio 3M con un diámetro de 18 μ y densidad de 0.16 gr/cm ³ .

Tabla 4. Características de Materia Prima.

7.3 METODOLOGÍA

Los métodos descritos a continuación son empleados para las formulaciones de Ny6-Fv con modificador de impacto. La concentración del MI varía en un 5, 7,10, 15 y 20% en peso.

7.3.1 MEZCLADO POR FUNDIDO

Este proceso se llevó a cabo de manera semicontinua en una mezcladora marca Brabender, modelo Intelli-torque, equipo que opera de manera semiautomática y que consta de una cámara de mezclado con capacidad de aproximadamente 500 gr (Figura 19). Además, el equipo cuenta con 2 rodillos que ayudan a la fundición del material y al mismo tiempo su mezclado homogéneo (Figura 20).



Figura 19. Mezcladora por fundido marca Brabender.

El control de la temperatura en fundido se monitoreó mediante 3 termopares colocados en distintas zonas. Al equipo se le establecen diversas condiciones de operación como: la temperatura, las revoluciones por minuto (RPM) y el tiempo de procesado.

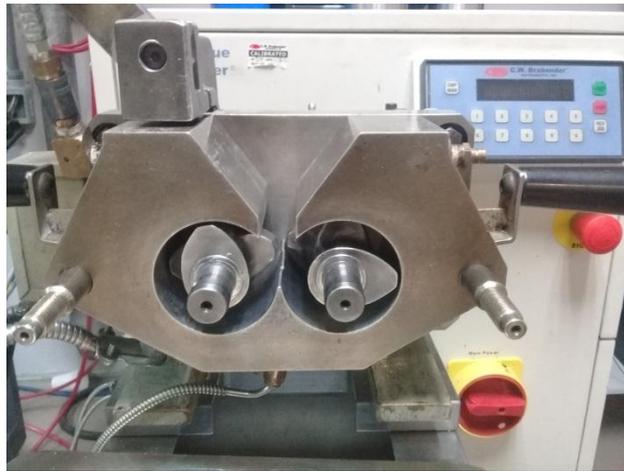


Figura 20. Cámara de mezclado.

Debido a la capacidad insuficiente de la cámara de mezclado, cada muestra se procesó en dos lotes de 350 g cada uno. El Ny6-FV fue secado previo a su procesamiento a una temperatura de 80°C por un tiempo de 24 h dentro de una estufa.

A manera de ejemplo, se pesaron las cantidades de material de acuerdo a las concentraciones establecidas en la Tabla 1. Posteriormente, se establecieron las condiciones de operación en el equipo: Temperatura: 280°C, RPM: 60 y un tiempo: 10 min, previamente descritas.

Una vez estabilizadas las condiciones de procesamiento, se procedió a introducir manualmente la primera parte de Ny6-FV al equipo por la parte superior de la cámara de mezclado, dejándolo fundir completamente por un tiempo de 2 min aproximadamente. Una vez completado este tiempo, se agregó el modificador de impacto, seguido de la segunda parte del Ny6-FV. Con este protocolo de adición se agilizó el proceso de mezclado, ya que se evitó la acumulación de material.

Pasado el tiempo de procesado, la masa fundida se retiró de la cámara de mezclado y posteriormente fue prensada. Debido al endurecimiento rápido del material fundido, éste fue retirado del equipo en cantidades pequeñas para poder ser prensado y evitar que se solidificara nuevamente.



Figura 21. Material fundido y prensado.

7.3.2 REDUCCIÓN DE VOLUMEN DEL MATERIAL

La reducción de volumen del material previamente prensado se llevó a cabo para facilitar el proceso de trituración, pero principalmente para evitar la ruptura de las fibras de vidrio al ser sometidas a este proceso.

Durante esta etapa, el material prensado se recortó en partes pequeñas con ayuda de unas tijeras industriales. Después de tener trozos más pequeños de cada mezcla, se continuó la reducción del volumen de las piezas empleando el uso de un molino de cuchillas para triturar completamente las mezclas y obtener un material fino (Figura 22).

Esto se realizó con el objetivo de tener un buen manejo del material al momento de llevar a cabo la inyección de probetas.

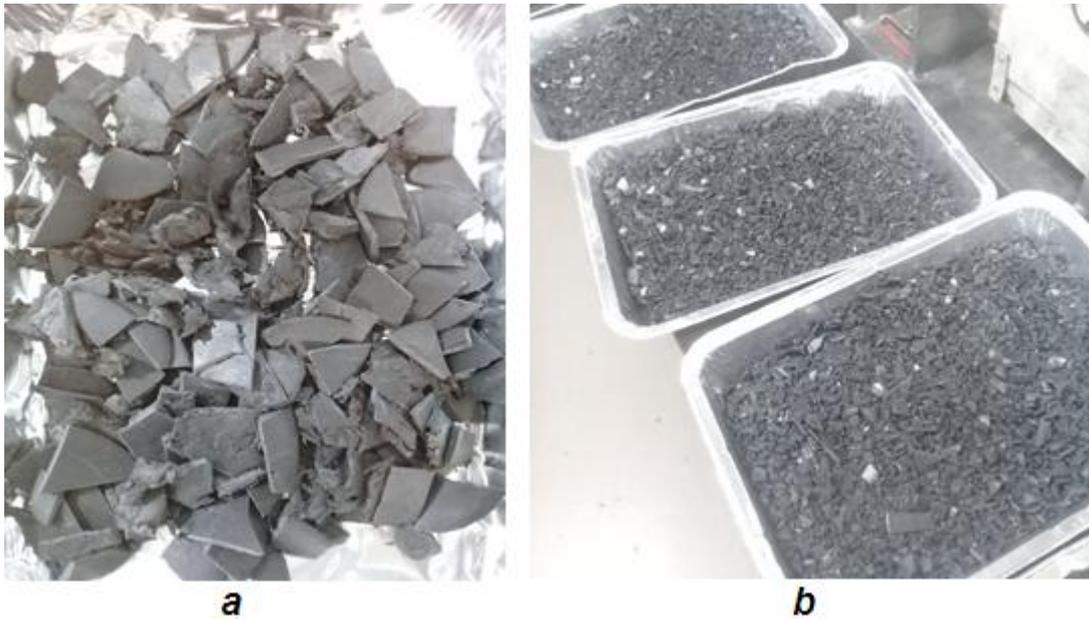


Figura 22. Reducción de tamaño del material. **a)** Material cortado con tijera industrial. **b)** Material triturado en el molino.

7.3.3 INYECCIÓN DE PROBETAS

Se elaboraron 2 tipos de probetas: a) probetas de tensión en ASTM D-638 y b) probetas de impacto en ASTM D-256.

En estas normas se establecen las características y especificaciones de cada probeta para poder cumplir los requerimientos y ser sometidas a pruebas fisicomecánicas.

El proceso de inyección se llevó a cabo en una máquina de moldeo por inyección marca NISSEI, modelo FNX80 (Figura 23); es una inyectora semiautomática en el cual se le establecieron las temperaturas a las que se desea trabajar para volver a fundir el material y elaborar las probetas (Figura 24). La temperatura del molde se manejó a 80°C.



Figura 23. Máquina de moldeo por inyección.

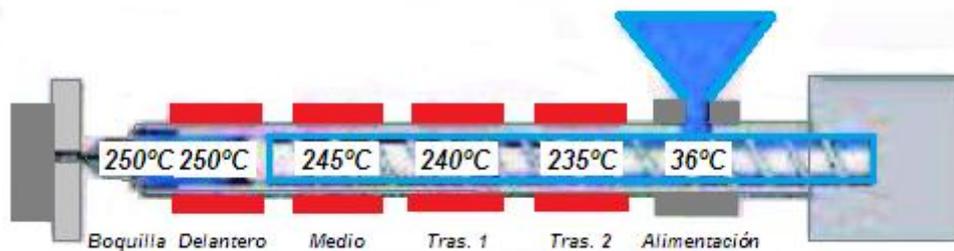


Figura 24. Esquema de las secciones de temperaturas del inyector.

Antes de llevar a cabo la inyección de las probetas, la mezcla Ny6-FV con modificador de impacto fue secada a una temperatura de 80°C por un tiempo de 24 h.

Para estudiar el efecto del procesamiento sobre el material, se llevó a cabo una primera inyección de Ny6-FV sin ningún proceso previo. Después se continuó la inyección con el Ny6-FV puro previamente sometido al proceso de mezclado por fundido, y finalmente se inyectaron las demás mezclas de Ny6-FV con modificador de impacto, las cuales también fueron sometidas previamente al proceso de mezclado por fundido.



Figura 25. Probetas de Tensión e Impacto.

En la **Tabla 5** se hace un resumen de la cantidad de probetas obtenidas por inyección;

Muestra	Modificador de Impacto (%)	Probetas de Tensión (pza.)	Probetas de Impacto (pza.)
1	0% sin proceso en mezclado	10	12
2	0% con proceso en mezclado	10	8
3	3%	10	8
4	7%	11	9
5	10%	12	8
6	15%	11	9
7	20%	11	8

Tabla 5. Cantidad de probetas elaboradas por proceso de inyección.

7.3.4 SELECCIÓN DE PROBETAS PARA SER SOMETIDAS A PRUEBAS MECÁNICAS

Una vez obtenidas todas las probetas se prosiguió a pesarlas, y cortarlas individualmente del soporte.



Figura 26. Registro del peso de las probetas.

Con ayuda de un vernier se midieron las dimensiones de cada una de las probetas. La medición se hizo en la parte media de la longitud total de la probeta; midiendo el ancho y espesor de cada una. En la siguiente tabla se muestran las dimensiones promedio obtenidas de los dos tipos de probetas:

Dimensiones Promedio de Probetas		
Probetas	Ancho (mm)	Espesor (mm)
Tensión	12.96	3.25
Impacto	12.69	3.20

Tabla 6. Dimensiones Promedio de Probetas.

Finalmente la selección de las probetas se hace en base al peso y dimensiones de cada pieza, las cuales deben de conservar valores iguales o cercanos.



Figura 27. Probetas seleccionadas para pruebas fisicomecánicas.

Este desarrollo experimental se procede a llevar a cabo nuevamente para generar las nuevas formulaciones poliméricas, pero ahora adicionando microesferas huecas de vidrio en diferente porcentaje en peso. El porcentaje de modificador se mantiene constante mientras que la concentración de microesferas varía en un 5, 10 y 15% en peso.

7.4 CARACTERIZACIÓN

7.4.1 PRUEBA MECÁNICA DE TENSIÓN-DEFORMACIÓN

Antes de realizar las pruebas mecánicas de tensión e impacto, las probetas fueron sometidas a un proceso de acondicionamiento durante 48 h, a una temperatura de 25°C y humedad del 50%.

Las pruebas se llevaron a cabo en una máquina de ensayos universal marca MTS Criterion, modelo 43 (Figura 28). Se trabajó bajo las siguientes condiciones: 25°C, 50% humedad, velocidad de estiramiento de 5.08 mm/min y una separación inicial de 114.30 mm.



Figura 28. Máquina de ensayos universal MTS Criterion.

7.4.2 PRUEBA MECÁNICA DE IMPACTO

Las pruebas se llevaron a cabo en un equipo de ensayo de impacto (Figura 29). Se trabajó bajo las siguientes condiciones: 25°C, 50% humedad, energía de impacto de 2.788 J, factor de corrección de 0.020 y una longitud del péndulo de 409.687 in.



Figura 29. Equipo probador de impacto.

Previamente a la prueba a realizar, a cada una de las probetas se le realizaron muescas, para facilitar el inicio de la fractura.

7.4.3 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA CON TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Para determinar los grupos funcionales característicos de las microesferas huecas de vidrio, se utilizó un espectrómetro de infrarrojo marca Thermo Scientific, modelo iD7 ATR (Figura 30). El análisis se realizó mediante la técnica de Transmisión utilizando pastilla de KBr. Se trabajó bajo las siguientes condiciones: 100 scans y una resolución de 16 cm^{-1} .



Figura 30. Espectrómetro de infrarrojo.

La muestra de microesferas huecas de vidrio, fueron tomadas a condiciones normales, sin ser sometidas previamente a algún proceso. Para determinar la presencia más específica de otros grupos funcionales en las microesferas, se utilizó la técnica de micro-ATR (Reflectancia Total Atenuada), empleando un equipo marca Thermo Scientific, modelo IS50, con el uso de un cristal de diamante; bajo condiciones de 25 scans y resolución de 4 cm^{-1} .

7.4.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

Para evaluar y obtener una microscopia óptica de las muestras se empleó un equipo marca Topcon, modelo SM-510, con una distancia entre la muestra y la lente de 18 mm (Figura 31).

Figura 31. Equipo para microscopía electrónica de barrido.



Para la preparación de las muestras, se llevaron a cabo fracturas criogénicas, para poder observar la superficie fracturada del material. Posteriormente, se obtuvieron pequeñas piezas de muestras de 0.5 cm aproximadamente donde fueron pegadas y colocados sobre la base redonda del equipo.

Antes de meter las muestras al equipo, estas fueron sometidas a recubrimiento de oro-paladio por 1 minuto, y recubiertas a los costados con plata para ser las muestras mayores conductoras.

7.4.5 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)

Se empleó un equipo de termogravimetría marca TGA de TA instruments, modelo Q500 (Figura 32), para determinar la estabilidad térmica del Nylon-6 y de las nuevas formulaciones obtenidas adicionando el MI y las microesferas huecas de vidrio a la matriz.

Las muestras se sometieron a un calentamiento a una velocidad constante de 10°C/min de una temperatura de 25°C hasta 600°C bajo un flujo constante de nitrógeno de 50 mL/min, posteriormente se elevó la temperatura a la misma velocidad hasta 700°C bajo una atmósfera de oxígeno.



Figura 32. Equipo de termogravimetría.

7.4.6 CALORIMETRÍA DE BARRIDO DIFERENCIAL (DSC)

Se empleó un calorímetro diferencial de barrido marca Discovery DSC series, de TA instruments, modelo 2500 en modo convencional (Figura 33), para llevar a cabo el estudio de las transiciones térmicas de las formulaciones obtenidas. Las muestras fueron sometidas térmicamente a un proceso de calentamiento-enfriamiento-calentamiento. La velocidad de calentamiento fue de 10°C/min desde 25°C hasta la temperatura de fusión de equilibrio (T_m°) donde permanecieron por un lapso de 3 min. y posteriormente fueron enfriadas a una velocidad de 10°C/min hasta una temperatura de 25°C.



Figura 33. Calorímetro diferencial de barrido.

7.4.7 PRUEBAS DE DENSIDAD

Las pruebas de densidad se rigen por la Norma **ASTM D-792-2013**; Métodos de prueba estándar para la densidad y la gravedad específica (densidad relativa) de plástico por desplazamiento. Se emplea el Método de prueba A: para probar plásticos sólidos en agua, establecido dentro de la norma, donde se determina la masa de un espécimen de plástico sólido.

Luego se sumerge en un líquido, se determina su masa aparente en la inmersión y se calcula su gravedad específica (Figura 34).

Se emplea el principio de Arquímedes. Las pruebas se llevan a cabo a una temperatura de 23°C y el líquido utilizado es agua.



Figura 34. Sistema empleado para pruebas de densidad.

VIII. RESULTADOS

En este capítulo se presentan y discuten los resultados obtenidos mediante el desarrollo de nuevas formulaciones poliméricas, presentadas de la siguiente forma; primeramente las mezclas de Ny6-FV con los efectos causados por el empleo de un modificador de impacto, presentando tablas y graficas representado los valores arrojados por la caracterización mecánica empleando pruebas de tensión-deformación y posteriormente la prueba de resistencia al impacto.

Después se presentan los resultados de la caracterización mecánica obtenidos de las mezclas de Ny6-FV/MI con la adición de microesferas huecas de vidrio, estudiando el efecto causado de estas, en la matriz polimérica, analizando el comportamiento de la mezcla.

Finalmente se presentan resultados de otras pruebas necesarias para analizar las propiedades fisicoquímicas de las formulaciones; presentando mediante técnicas espectroscópicas como FTIR y Micro ATR la naturaleza química de las microesferas huecas. Mientras que la presencia y adhesión de las microesferas huecas de vidrio sobre las matriz polimérica se presentan mediante el análisis de SEM y TGA. Y finalmente se presentan los resultados y análisis de la reducción de densidad de los materiales.

8.1 MEZCLAS DE NY6-FV CON MODIFICADOR DE IMPACTO

8.1.1 MASA TOTAL DE LAS MEZCLAS

En la siguiente tabla se registran los gramos totales obtenidos de las mezclas después de su proceso en mezclado por fundido y trituración: mencionando que no se obtienen los 750 gr totales deseados, ya que se pierde cierto porcentaje de material durante su procesado.

Muestra	Modificador de Impacto	Lote	Gramos Totales
1	0%	A	681.9
		B	
2	3%	A	677.9
		B	

3	7%	A	688.5
		B	
4	10%	A	686.6
		B	
5	15%	A	662.5
		B	
6	20%	A	661.8
		B	

Tabla 7. Gramos totales obtenidos de las mezclas Ny6-FV/MI.

8.1.2 PRUEBAS MECANICAS DE TENSION-DEFORMACION

En la siguiente tabla se registran los valores promedios obtenidos de los resultados por la prueba de tensión aplicada a las probetas; donde las propiedades más importantes a considerar son: la resistencia a la tensión, porcentaje de deformación y módulo de elasticidad de las mismas. Mencionando que las mezcla de estas muestras están formadas por Ny6-FV con diferentes porcentajes de modificador de impacto.

Muestra	Resistencia a la tracción (N/mm ²)	Desviación estándar	Carga producida (N)	Nominal Strain at Break (%)	Desviación estándar	Módulo de elasticidad (N/mm ²)	Desviación estándar
0%	87.48	0.3430	3680.41	4.359	0.5198	4363.22	447.0857
0% proc	79.63	0.6742	3265.96	5.206	0.9648	4038.96	22.7652
3%	70.60	1.1401	2973.15	7.303	0.4377	3629.48	62.6416
7%	62.76	1.4334	2642.85	8.683	0.8517	3284.51	116.1976
10%	61.28	0.8526	2474.54	8.215	0.4430	3222.96	81.2480
15%	53.78	1.0553	2206.38	11.315	0.6320	2773.17	97.5437
20%	47.83	0.4131	2003.46	13.910	0.7154	2421.38	46.0151

Tabla 8. Resultados promedio de la prueba de tensión a mezclas de Ny6-FV con modificador de impacto.

En las siguientes figuras se presentan los resultados graficados del comportamiento resultante de las mezclas Ny6-FV con modificador de impacto presentados en la tabla anterior, sometidas a la prueba de tensión:

Como se muestra en la Figura 35, el comportamiento de la gráfica se da de forma descendente. El 14% fibra de vidrio que contiene la matriz de Nylon 6 conduce a un aumento significativo en la tenacidad a la fractura pero a la vez hace que la resistencia a la tensión se reduzca sustancialmente.

El valor de la mezcla de Ny6-FV puro y sin ser procesado tiene un valor de 87 N/mm² aproximadamente, se observa un cambio muy variable al valor obtenido igual de la mezcla de Ny6-FV puro pero sometido al proceso de mezclado por fundido teniendo un valor de 79 N/mm². La resistencia a la tensión es inversamente proporcional al aumento del porcentaje en peso de modificador de impacto adicionado a la matriz de Ny6-FV. La adición de un modificador de impacto reduce la resistencia a la ruptura de la matriz de NY6-FV hasta un 50% comparado con el valor de la matriz original.

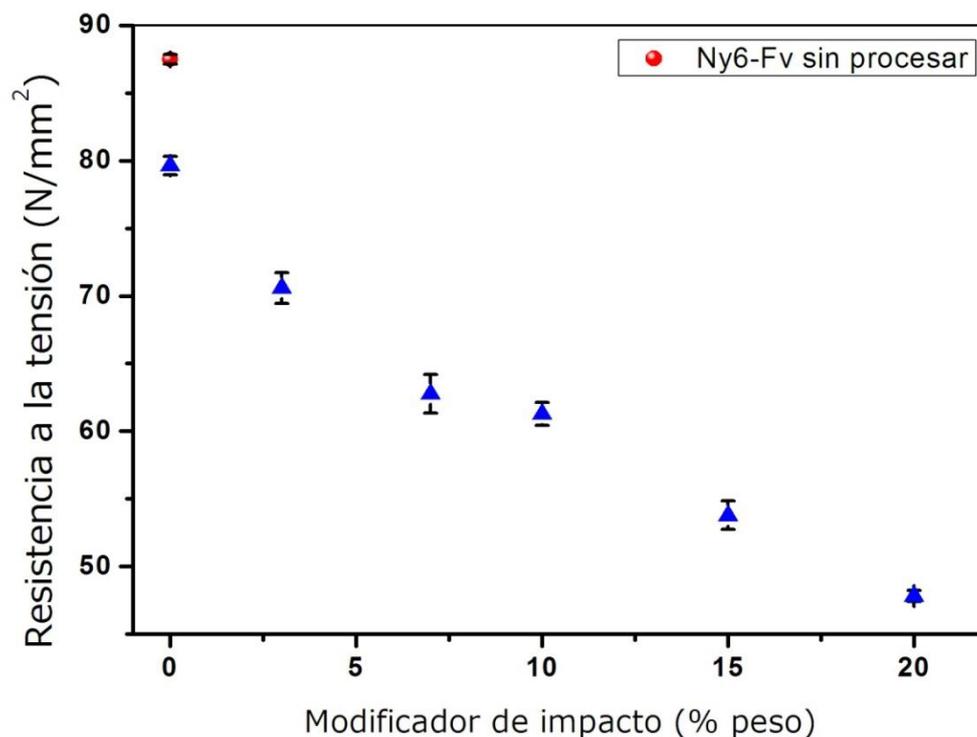


Figura 35. Comportamiento de la mezcla Ny6-FV/MI a la resistencia a la tensión.

Por lo general, en este caso, el módulo de Young se reduce en un 50%. En la Figura 36, se muestra un comportamiento decreciente conforme se aumenta la concentración de modificador de impacto a la matriz original de Ny6-FV. Esto se presenta por que el MI hace al material más rígido y frágil.

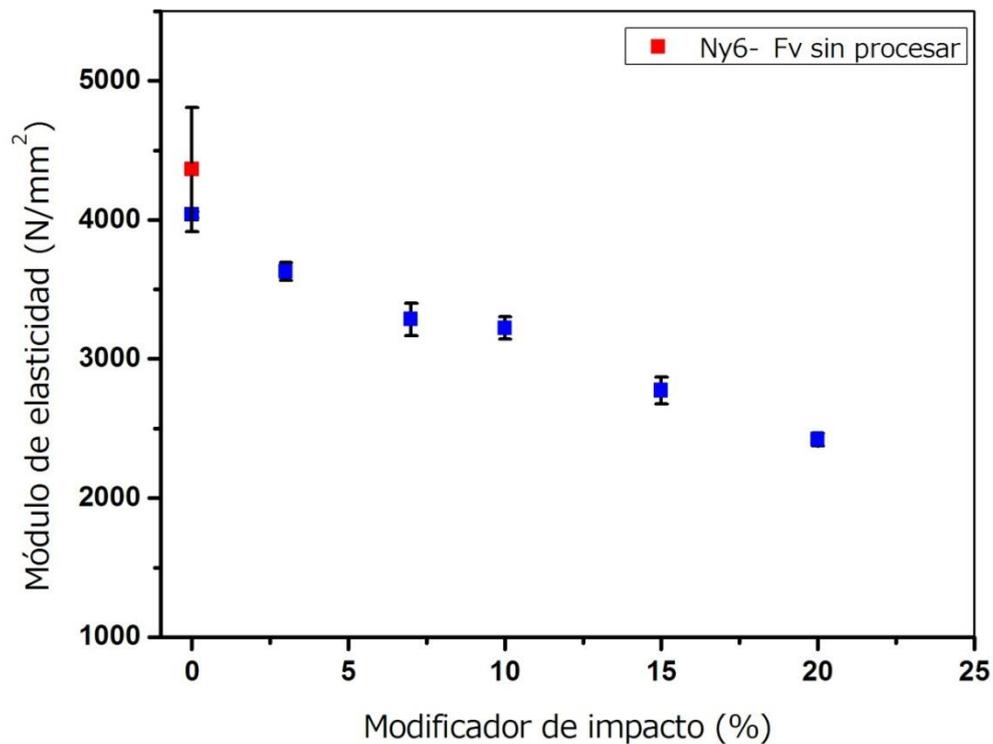


Figura 36. Comportamiento de la mezcla Ny6-FV/MI al módulo de elasticidad.

Por el contrario en la siguiente figura, el porcentaje de deformación presenta una tendencia inversa comparada con las dos propiedades antes mencionadas, esta propiedad crece con forme aumenta la concentración de modificador de impacto, esto sucede ya que el MI hace que la matriz de Ny6-FV sea más flexible y resista más a la deformación aplicada por dos fuerzas en sentido contrario. Se puede observar que comparando el 10% con el 15% en peso de modificador de impacto existe una variación notoria en cuanto al valor en porcentaje de deformación de las mezclas poliméricas.

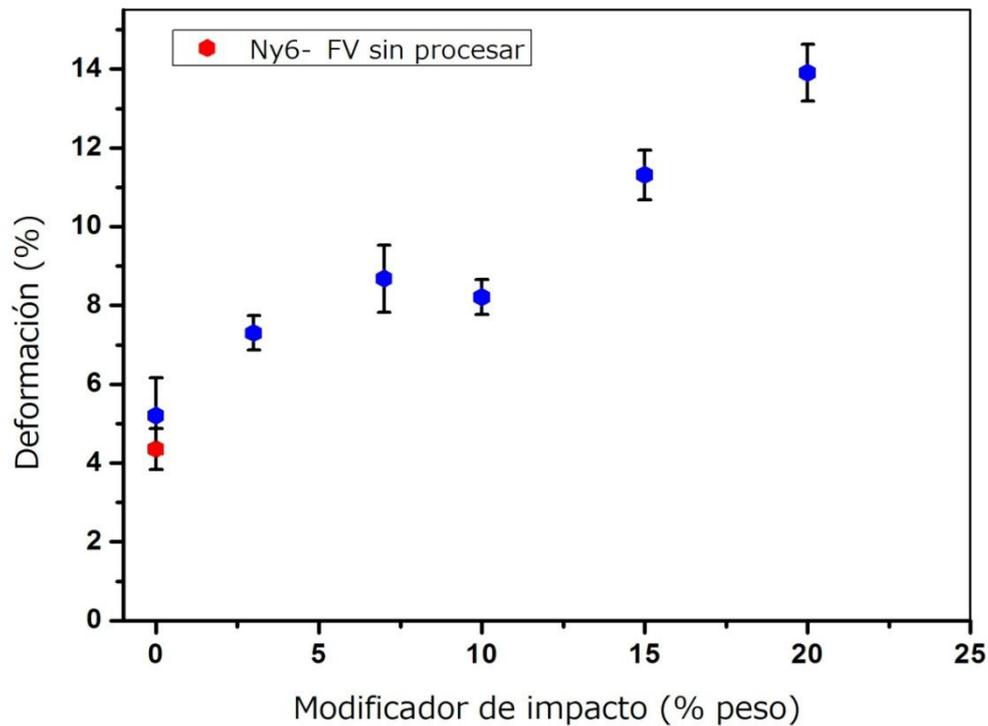


Figura 37. Comportamiento del porcentaje de deformación de la mezcla Ny6-FV/MI.

8.1.3 PRUEBAS MECANICAS DE RESISTENCIA AL IMPACTO

La siguiente tabla arroja el registro de los resultados obtenidos por la prueba de impacto aplicada a las probetas; donde la ruptura de todas las probetas fue de modo parcial. Mencionando que las mezcla de estas muestras están formadas por Ny6-FV con diferentes porcentajes de modificador de impacto.

RESISTENCIA AL IMPACTO (J/mm)							
Muestra	PA6-1.1D	PA6-2.1D	PA6-3.1D	PA6-4.1D	PA6-5.1D	PA6-6.1D	PA6-7.1D
1	0,07	0,056	0,065	0,122	0,145	0,242	0,248
2	0,068	0,047	0,067	0,127	0,157	0,242	0,315
3	0,057	0,041	0,074	0,132	0,149	0,252	0,321
4	0,075	0,042	0,075	0,12	0,151	0,257	0,303
5	0,06	0,048	0,064	0,119	0,161	0,251	0,317
6	----	0,052	----	0,133	----	0,238	0,327
Promedio	0,066	0,04766	0,069	0,1255	0,1526	0,247	0,30516
Desviación	0,007382	0,00575036	0,00514782	0,00609098	0,00638749	0,00737564	0,02910956

Tabla 9. Resultados de la prueba de impacto.

En el siguiente gráfico se presenta el comportamiento resultante de la mezcla Ny6-FV con modificador de impacto sometido a la prueba de impacto:

En la Figura 38 puede observarse que el comportamiento de las mezclas en cuanto a su resistencia al impacto fue incrementando. Los resultados graficados mostraron una variación considerable muy importante en el material por lo cual podemos decir que a mayor adición de porcentaje en peso del MI a la matriz de Ny6-FV mayor será su resistencia al impacto. Como se observa del 10% al 15% se presenta un salto notorio de esta propiedad la cual nos indica que en el rango del 15% de MI se encuentra la concentración óptima.

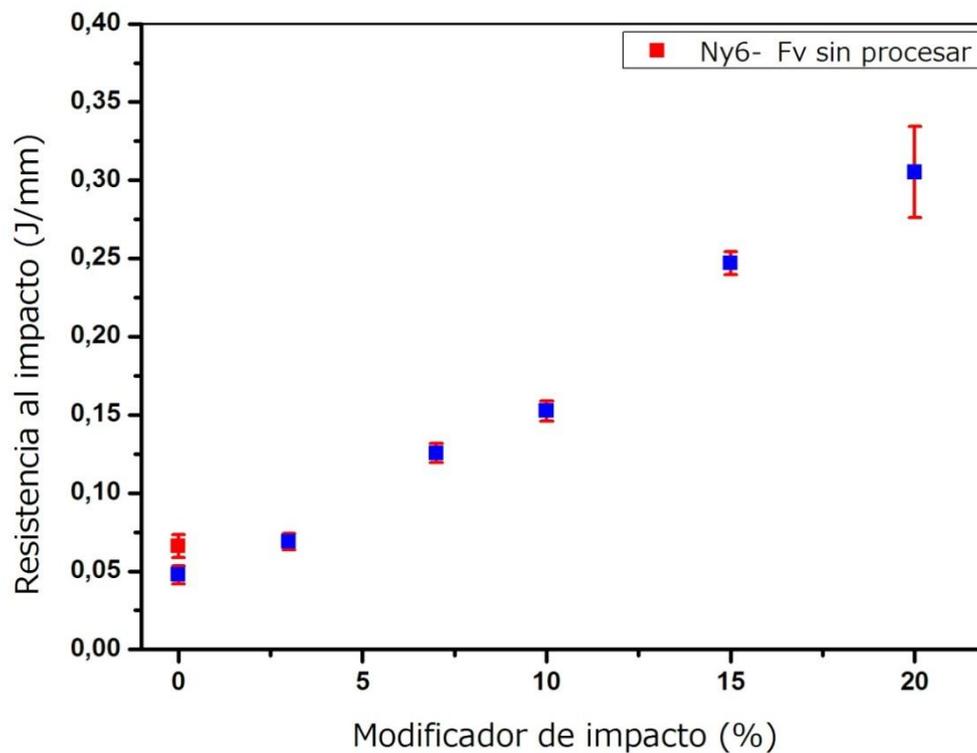


Figura 38. Comportamiento de las mezclas Ny6-FV con MI a la prueba de impacto.

8.2 MEZCLAS DE NY6-FV/15% MODIFICADOR DE IMPACTO Y MICROESFERAS HUECAS DE VIDRIO

8.2.1 REFLECTANCIA TOTAL ATENUADA (MICRO ATR)

El objetivo principal es determinar los grupos funcionales presentes en un compuesto. Se muestra gráficamente los tipos de compuestos orgánicos, así como de muchos inorgánicos obtenidos mediante el análisis de las microesferas huecas de vidrio.

Los vidrios silicatados comunes exentos de impurezas son altamente transparentes hasta aproximadamente 2200 cm^{-1} . A partir de esta longitud de onda se produce una fuerte absorción de los grupos Si-O.

El espectro fundamental del vidrio presenta dos picos de gran amplitud e intensidad cuya posición depende de la composición. La absorción del grupo Si-O está centrada en 448.34 cm^{-1} y 1023.73 cm^{-1} correspondiendo a los modos de vibración en el plano y de tensión asimétrica. Una banda de menor adsorción en 795.35 cm^{-1} es debida a la vibración por tensión simétrica del mismo enlace.

Los vidrios comunes presentan bandas de absorción en el infrarrojo cercano que son debidas a impurezas muy difíciles de eliminar totalmente como hierro y agua.

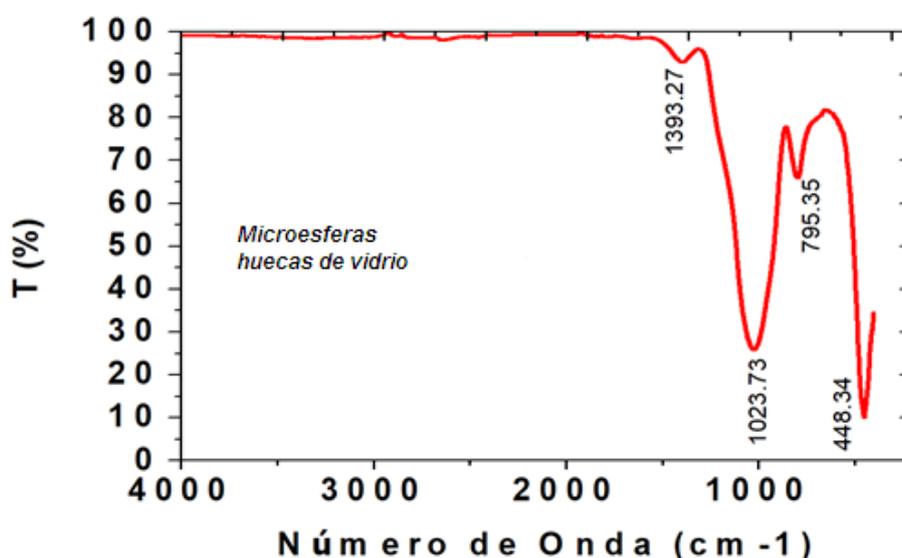


Figura 39. Espectro de las microesferas huecas de vidrio.

8.2.2 MASA TOTAL DE LAS MEZCLAS

En la siguiente tabla se registran los gramos totales obtenidos de las mezclas después de su proceso en mezclado por fundido y trituración: mencionando que no se obtienen los 750 gr totales deseados, ya que se pierde cierto porcentaje de material durante su procesado.

Muestra	Modificador de Impacto	Esferas Huecas de Vidrio	Lote	Gramos Totales
1	15%	5%	A	680.4
			B	
2	15%	10%	A	683
			B	
3	15%	15%	A	678.1
			B	

Tabla 10. Gramos totales obtenidos de las mezclas Ny6-FV/MI con EHV.

8.2.3 PRUEBAS MECANICAS DE TENSION-DEFORMACION

En la tabla 11, se registran los resultados promedios obtenidos por la prueba de tensión aplicada a las probetas; donde las propiedades más importantes a considerar son: la resistencia a la tensión, porcentaje de deformación y módulo de elasticidad de las mismas. Mencionando que las mezcla de estas muestras están formadas por Ny6-FV/MI con diferentes porcentajes de microesferas huecas de vidrio.

Muestra	Resistencia a la tracción (N/mm ²)	Desviación estándar	Carga producida (N)	Nominal Strain at Break (%)	Desviación estándar	Módulo de elasticidad (N/mm ²)	Desviación estándar
5%	54,85	0,5394	2264,21	6,995	0,2772	2992,605	55,645
10%	51,65	0,1224	2131,89	5,287	0,1224	3081,524	52,215
15%	43,83	0,0816	1809,66	4,470	0,1280	3075,568	21,031

Tabla 11. Resultados promedio de la prueba de tensión a mezclas Ny6-FV/MI con microesferas huecas de vidrio.

En las siguientes figuras se presentan los resultados correspondientes al comportamiento resultante de las mezclas Ny6-FV/MI con microesferas huecas de vidrio (5, 10, y 15%) sometidas a la prueba de tensión:

El comportamiento de los módulos de resistencia a la tensión y de elasticidad, mencionando que cada uno obtenido en función del porcentaje en peso de las microesferas, se muestran en las Figuras 40 y 41. La resistencia a la tensión disminuye a medida que aumenta el porcentaje en peso de volumen de las microesferas presentes en la matriz de Ny6-FV/MI, mientras que en la Figura 41 el módulo de elasticidad (Young) presenta un comportamiento en incremento poco variable conforme se aumenta las fracciones de volumen de las microesferas. El comportamiento parece ser razonablemente bueno para las fracciones de bajo volumen de las microesferas (5% y 10%), pero existe una diferencia significativa en la fracción de alto volumen con el 15%.

En la Figura 40, se observa que la mezcla de Ny6-FV con el 15% modificador de impacto, sin la adición de microesferas, mantiene un valor aproximado de 53.78 N/mm^2 , mientras que la mezcla con 5% microesferas huecas de vidrio aumenta un 2% del valor. La mezcla de Ny6-FV/MI sin microesferas comparado con la mezcla de Ny6-FV/MI con 15% microesferas presenta una disminución del 20% en cuanto a su resistencia a la tensión. La fracción volumen óptimo se encuentra entre el 5% y 10%, ya que con el 15% el comportamiento muestra un cambio muy variable de la propiedad.

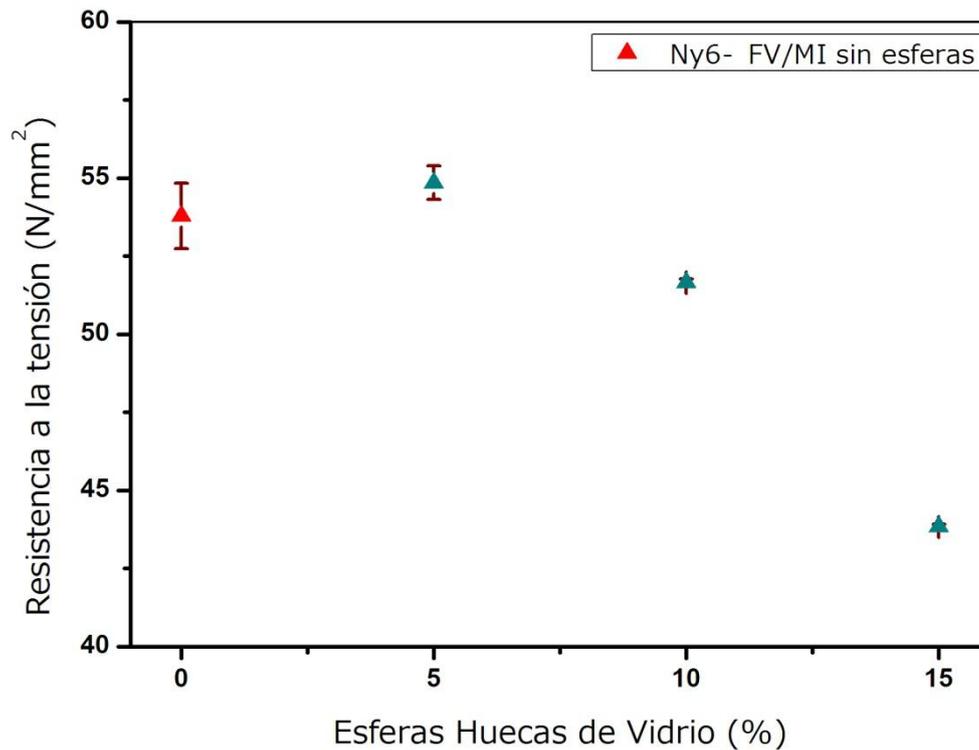


Figura 40. Comportamiento de la mezcla Ny6-FV/MI a la resistencia a la tensión.

Lo contrario sucede con el módulo de elasticidad, en la Figura 41 se observa el incremento del módulo en proporción al incremento de la fracción volumen de la adición de microesferas huecas de vidrio. La mezcla de Ny6-FV con 15% modificador de impacto, sin la adición de microesferas, mantiene un valor aproximado de 2773 N/mm^2 , mientras que la mezcla con 5% microesferas aumenta un 8% del valor. Comparando la mezcla de 10% microesferas con la mezcla de 15% el valor se mantiene casi igual, solo se presenta una disminución aproximada de 0.2% en cuanto su módulo de elasticidad. El comportamiento en cuanto a los valores arrojados fue un poco constante. La fracción volumen que alcanzó mayor valor fue la del 10% adición de microesferas huecas de vidrio con $3,081.5 \text{ N/mm}^2$.

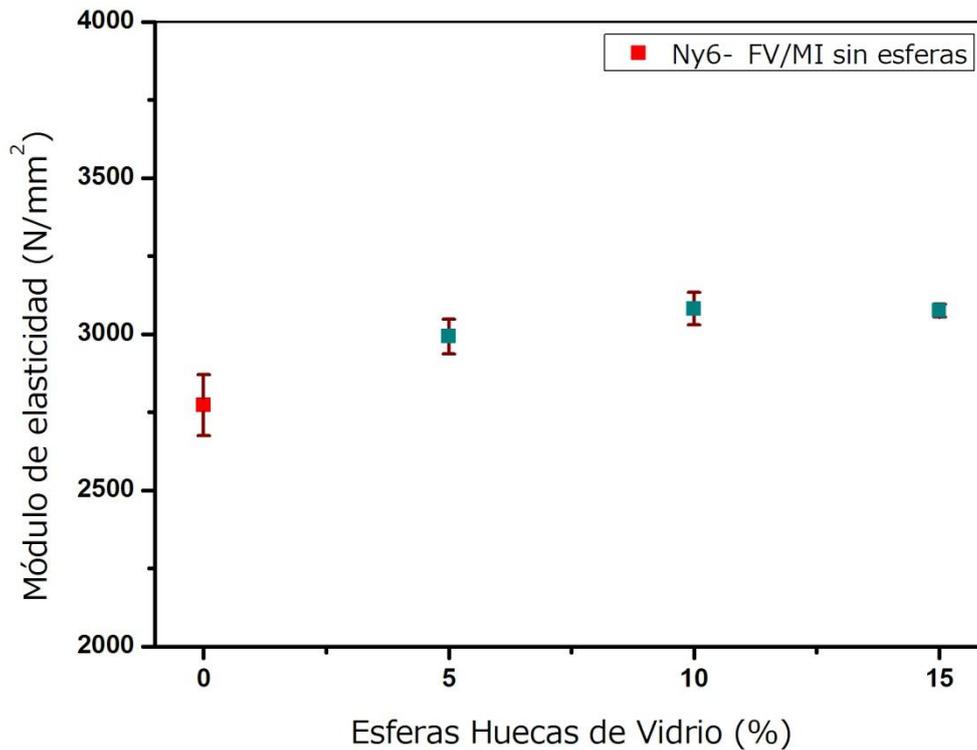


Figura 41. Comportamiento de la mezcla Ny6-FV/MI al módulo de elasticidad.

El comportamiento del porcentaje de deformación es similar al de la resistencia a la tensión. En la Figura 42 se observa la disminución de la deformación en las mezclas. La disminución se presenta proporcionalmente al aumento en fracción volumen de las microesferas. La mezcla de Ny6-FV con el 15% modificador de impacto, sin la presencia de microesferas, mantiene un valor alto aproximado de 11.3 %, comparando este valor con el establecido por la mezcla con 5% microesferas, se presenta una disminución de un 38% del valor inicial. La adición de microesferas a la matriz polimérica con modificador de impacto reduce el módulo de elasticidad, haciendo al compuesto más frágil. El valor de la mezcla Ny6-FV/MI comparado con la mezcla del 15% microesferas presenta una disminución del 60% aproximadamente. La fracción volumen óptimo se encuentra entre el 5% y 10%.

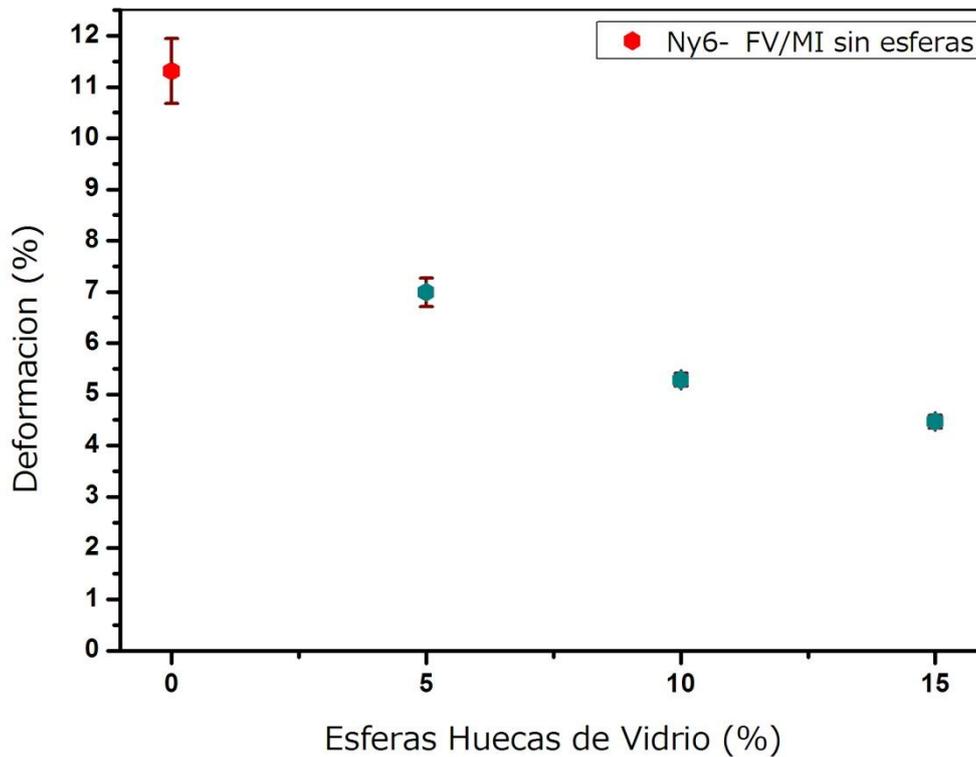


Figura 42. Comportamiento del porcentaje de deformación de la mezcla Ny6-FV/MI.

8.2.4 PRUEBAS MECANICAS DE RESISTENCIA AL IMPACTO

La siguiente tabla arroja el registro de los resultados obtenidos por la prueba de impacto aplicada a las probetas; donde la ruptura de todas las probetas fue de modo parcial. Mencionando que las mezcla de estas muestras están formadas por Ny6-FV/MI con diferentes porcentajes de esferas huecas de vidrio.

<i>RESISTENCIA AL IMPACTO (J/mm)</i>			
<i>Muestra</i>	<i>5%</i>	<i>10%</i>	<i>15%</i>
1	0.156	0.119	0.138
2	0.151	0.135	0.121
3	0.155	0.129	0.119
4	0.150	0.155	0.127
5	0.143	0.121	0.094
6	0.171	0.146	0.120
7	0.161	0.152	0.116
Promedio	0.15528571	0.13671429	0.11928571
Desviación	0.00892028	0.01459126	0.01331308

Tabla 12. Resultados de la prueba de impacto.

En el siguiente gráfico se presenta el comportamiento resultante de la mezcla Ny6-FV/MI con diferentes porcentajes en peso de microesferas huecas de vidrio sometido a la prueba de impacto:

La Figura 43 muestra la fuerza de impacto máxima transmitida a través de la matriz de Ny6-FV/MI medida en función del porcentaje en peso de las microesferas huecas de vidrio.

Se encuentra una diferencia notoria en la mezcla de Ny6-FV/MI comparado con la mezcla de Ny6-FV/MI con 5% microesferas, se presentó una disminución de la resistencia al impacto de 37% aproximadamente. Mientras que las tres mezclas que contienen la adición de las microesferas varían del valor máximo comparado con el mínimo en un 23%.

Se observa que la fuerza de impacto de los compuestos disminuye al aumentar la fracción de volumen de las microesferas en toda la matriz. Esto indica que el rendimiento de impacto es cada vez más nulo a medida que aumenta la fracción de volumen de las microesferas.

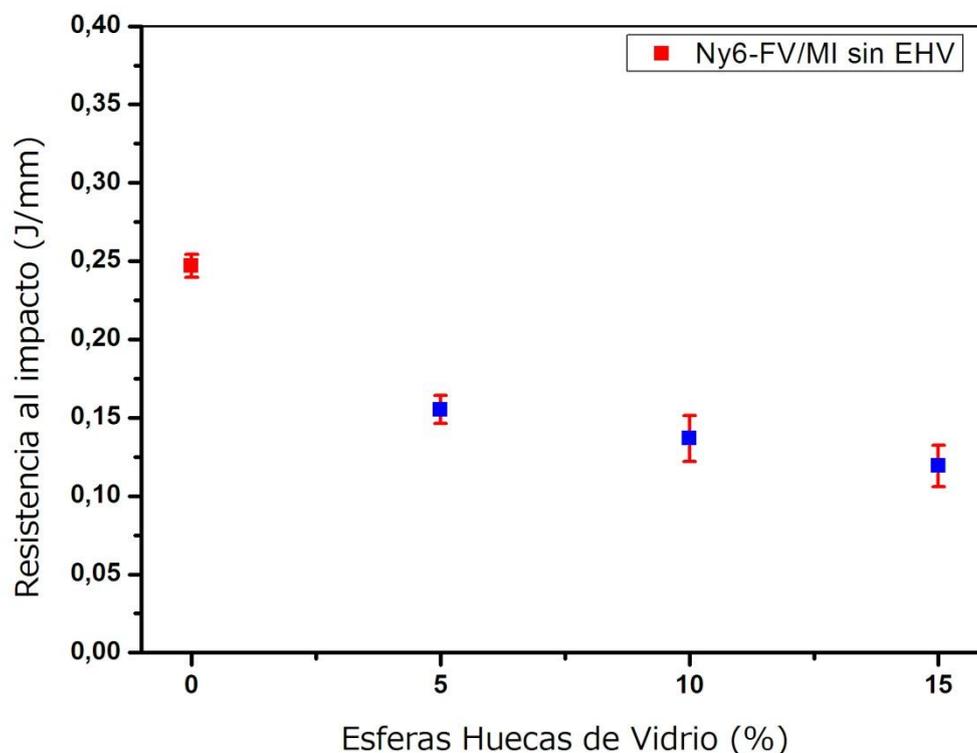


Figura 43. Comportamiento de las mezclas Ny6-FV/MI con EHV a la prueba de impacto.

8.3 EVALUACIÓN DE LA DISPERSIÓN Y ADHESIÓN DE LAS MICROESFERAS HUECAS DE VIDRIO MEDIANTE SEM

Uno de los factores determinantes para la formación de formulaciones de Ny6-FV con buenas propiedades, destacando su reducción en peso, es la dispersión y adhesión de las microesferas huecas de vidrio dentro de la matriz polimérica. El objetivo principal del uso de microscopía electrónica de barrido es el monitoreo de la dispersión de las microesferas y su interacción con el polímero, además de observar el estado físico de las mismas. Para tal efecto se estudió compuestos de Ny6-FV con modificador de impacto y compuestos de Ny6-FV/MI con microesferas huecas de vidrio con el fin de observar el comportamiento de la matriz hacia la adición de las microesferas huecas de vidrio. Todas las muestras fueron observadas mediante fractura criogénica en donde se analizó el corte transversal de cada muestra para ver la dispersión de las microesferas huecas de vidrio dentro del polímero, además de analizar la superficie de la muestra, para ver el efecto causado por el modificador de impacto.

En la Figura 44 se presenta la micrografía correspondiente al compuesto de Ny6-FV/MI con 5% de microesferas huecas de vidrio. Se puede observar la presencia de las microesferas y una buena dispersión de las mismas en toda la matriz, pero además se observa la falta de adhesión de las mismas hacia la matriz de Nylon 6. Lo antes mencionado sugiere que no se obtuvo una compatibilización eficiente de las microesferas huecas de vidrio a nivel microscópica dentro del polímero, pero que las partículas si se encuentran distribuidas a lo largo de la matriz.

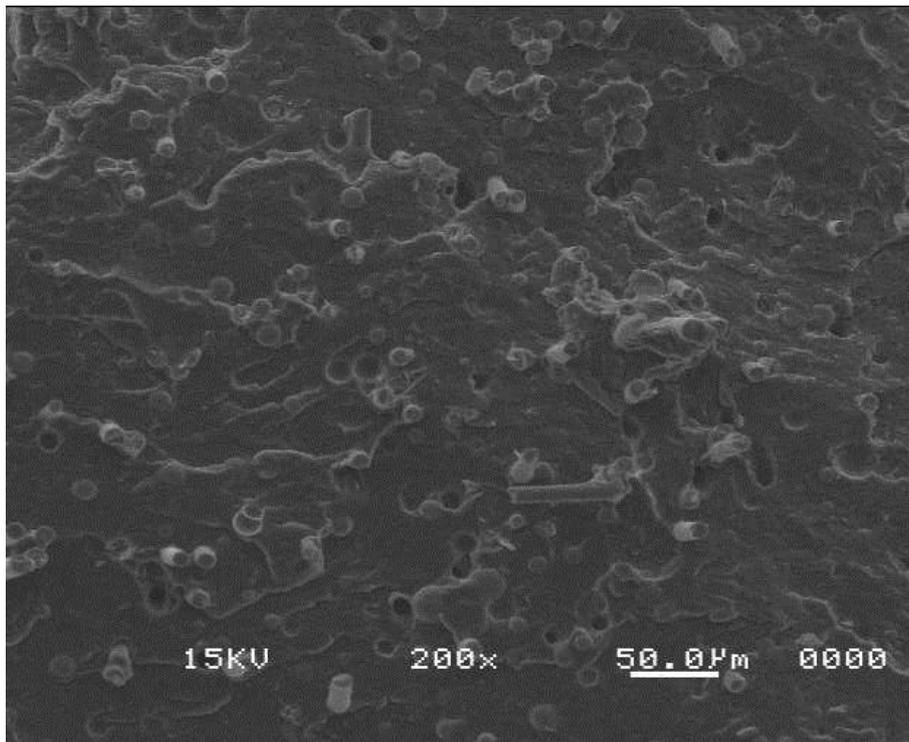


Figura 44. Micrografía SEM del compuesto Ny6-FV/MI con 5% microesferas huecas de vidrio.

En la Figura 45 se presenta la micrografía correspondiente al compuesto de Ny6-FV/MI con 10% de microesferas huecas de vidrio. Se puede observar el aumento de la presencia de las microesferas, manteniendo una buena dispersión en toda la matriz, se observa la fractura parcial y total de algunas esferas huecas de vidrio. Este efecto se presentó a falta de una buena técnica en el procesado o llevar a cabo una modificación superficial de las microesferas para evitar su ruptura, ya que al presentarse dicho fenómeno, se obtienen huecos en la matriz polimérica dando como resultado un compuesto frágil y de baja resistencia. Por otro lado la ruptura de las microesferas durante su proceso, genera la pérdida del aumento de densidad del compuesto, dejando restos de microesferas dispersas por toda la matriz, pero reiterando que las partículas se encuentran distribuidas a lo largo de toda la matriz.

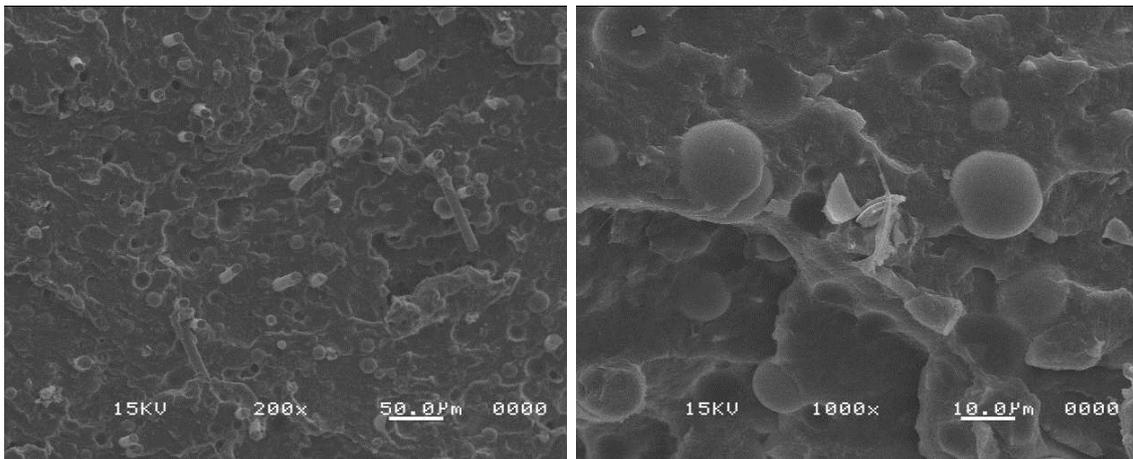


Figura 45. Micrografía SEM del compuesto Ny6-FV/MI con 10% microesferas huecas de vidrio.

En la Figura 46 se presenta la micrografía correspondiente al compuesto de Ny6-FV/MI con 15% de microesferas huecas de vidrio. Se observa el exceso presente de las microesferas en toda la matriz polimérica, la dispersión se lleva a cabo, pero se observa el aumento a la fractura de las microesferas huecas de vidrio; esto indica que las microesferas no son lo suficientemente compatibles con la matriz polimérica y esto les provoca el agrietamiento o ruptura total. La mala adhesión a la matriz se presenta más notoria, e inclusive hace que la matriz genere zonas porosas, las cuales solo rodean superficialmente el contorno de las microesferas dejándolas totalmente sin hacer contacto entre sí.

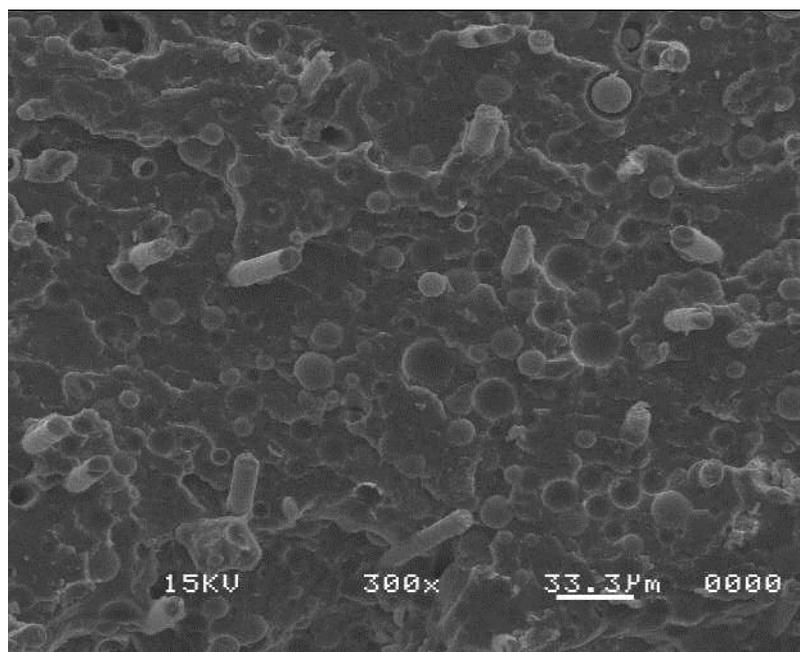


Figura 46. Micrografía SEM del compuesto Ny6-FV/MI con 15% microesferas huecas de vidrio.

8.4 ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO TÉRMICO POR TGA

En la Figura 47 se presentan los datos correspondientes a la estabilidad térmica de las formulaciones poliméricas de Nylon 6. Se observa que a la temperatura de 100°C existe una pequeña pérdida de peso de un 1-2%, la cual se le adjudica a la pérdida de agua presente en el material. Posteriormente en 360°C se empieza a presentar la pérdida más notoria aproximadamente de un 60-70% para las muestras de Ny6-FV/MI con 10 y 15% adición de microesferas huecas de vidrio, en estos casos el porcentaje de pérdida es bajo, debido a que la concentración en peso del polímero es menor, ya que aumenta el porcentaje de microesferas presente en la mezcla. Cabe mencionar que en las mezclas donde se presenta la adición del modificador de impacto, el comportamiento de las gráficas presenta una nueva pérdida de peso del 8-8.5% situada entre los 460° y 500°C comparado con las dos muestras puras de Ny6-FV. Finalmente un 1-2% en peso se genera de residuo, este residuo se hace referencia al vidrio o silicio proporcionado por las fibras de vidrio y microesferas.

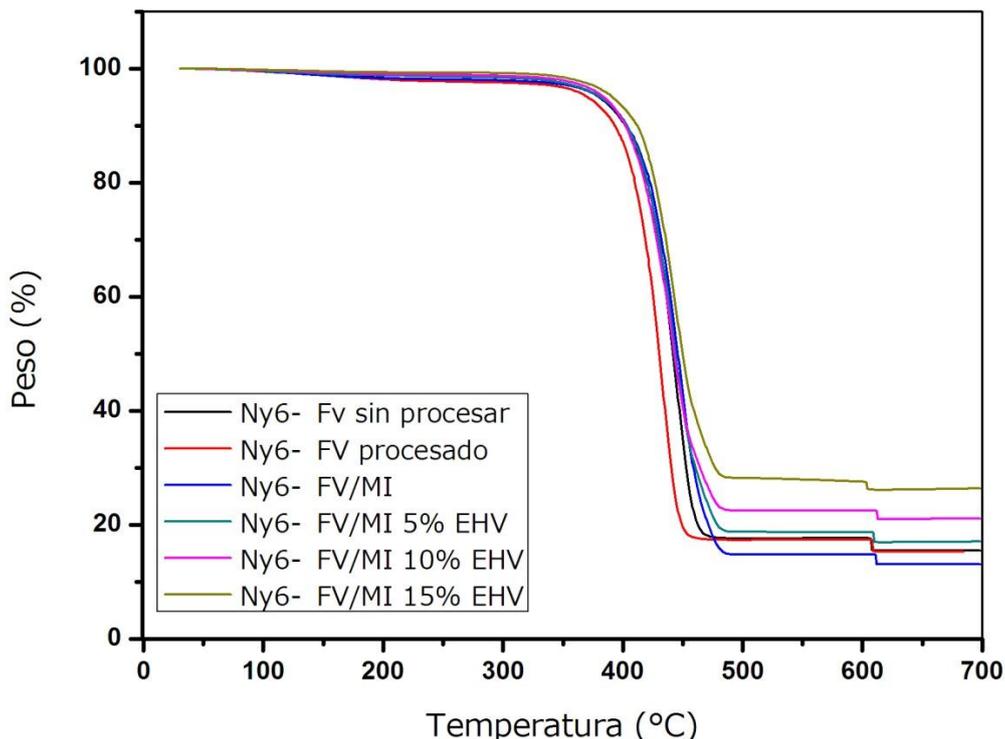


Figura 47. Termograma de la pérdida en peso de las formulaciones poliméricas de Ny6-FV/MI con microesferas huecas de vidrio.

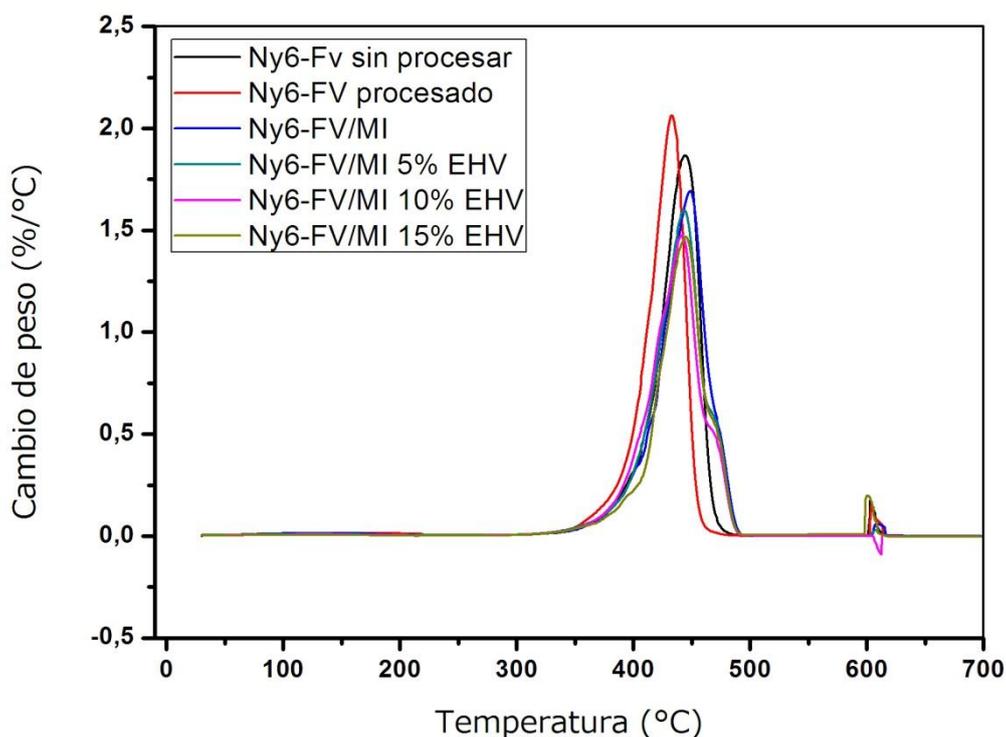


Figura 48. Derivada de la pérdida en peso de las formulaciones poliméricas.

8.5 ANÁLISIS DE DENSIDAD

En la tabla 13, se tabulan los resultados de las densidades obtenidas por cada formulación polimérica.

Muestra	Densidad (Kg/m ³)	Desviación estándar
Ny6-FV sin proceso	1245,6	1,0667
Ny6-FV procesado	1246,1	0,3661
NY6-FV con 15% MI	1171,97	1,1499
Ny6-FV/MI con 5% MHV	1126,2	1,9063
Ny6-FV/MI con 10% MHV	1100,08	0,3335
Ny6-FV/MI con 15% MHV	1064,51	2,5425

Tabla 13. Resultados obtenidos por la prueba de densidad.

En la figura 49 se presentan los resultados de densidad de las diferentes formulaciones poliméricas. Se observa que particularmente solo con adicionar el MI a la matriz de Ny6 este reduce su densidad hasta un 6% comparado con la matriz original.

Con la adición del 15% en peso de microesferas huecas de vidrio se logra un 15 % en la reducción de la densidad del material, superando el porcentaje propuesto por los objetivos.

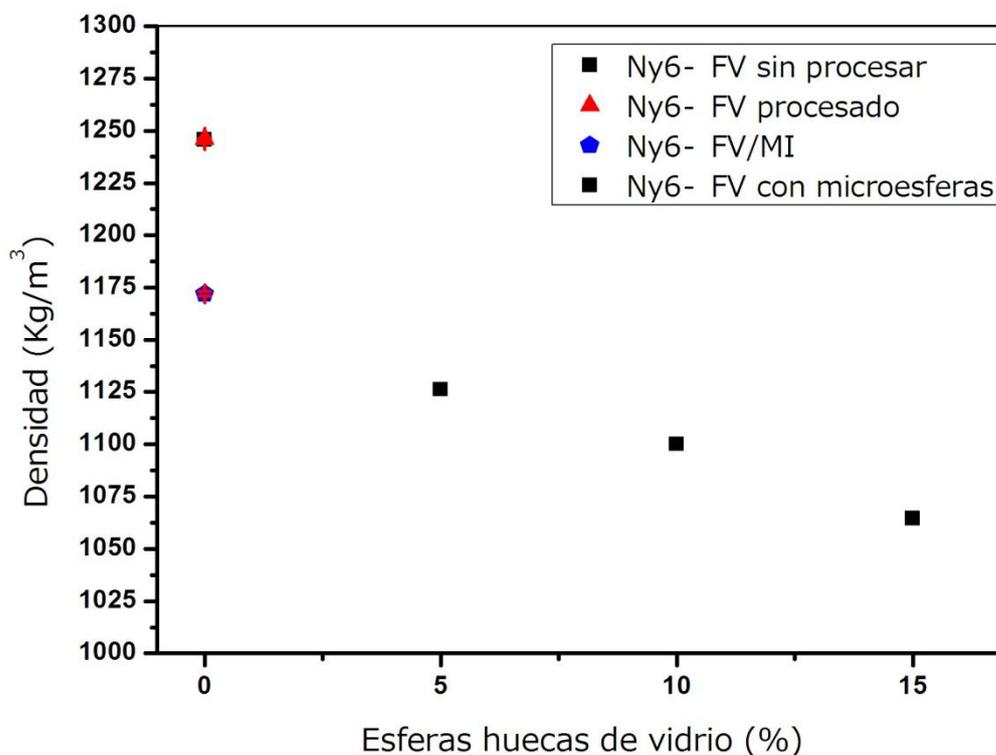


Figura 49. Gráfica de los valores obtenidos por densidad.

A manera de resumen se presenta la siguiente tabla de resultados finales:

Formulaciones	% MI	Pruebas mecánicas				Prueba de Densidad (Kg/cm3)
		Resistencia a la tensión (N/mm2)	% de Deformación	Módulo de elasticidad (N/mm2)	Resistencia al Impacto (J/mm)	
Mezclas Ny6-FV con modificador de impacto	0	87.48	4.359	4363.2	0.066	1245,6
	3	70.60	7.303	3629.4	0.069	
	7	62.76	8.683	3284.5	0.1255	
	10	61.28	8.215	3222.9	0.1526	
	15	53.78	11.315	2773.1	0.247	1171,97
	20	47.83	13.910	2421.3	0.3051	
Mezclas Ny6-FV/15% MI con Microesferas huecas de vidrio	% MHV					
	5	54.85	6.995	2992.6	0.1552	1126,2
	10	51.65	5.287	3081.5	0.1367	1100,08
	15	43.83	4.470	3075.5	0.1192	1064,51

IX. CONCLUSIÓN

Los polímeros de ingeniería, principalmente el Nylon 6, ofrecen una gran oportunidad a los fabricantes de automóviles y sus proveedores para la fabricación de nuevas formulaciones con el mejoramiento en sus propiedades mecánicas, físicas y térmicas en comparación con las formulaciones poliméricas comunes. Actualmente, el objetivo es desarrollar nuevas formulaciones las cuales sean competitivas y con buen rendimiento para poder ser empleadas en el mercado dentro del sector automotriz. El reforzamiento de estos polímeros brinda excelentes propiedades al ser adicionadas junto a la matriz polimérica original.

En este trabajo se pudo obtener la preparación de nuevas formulaciones a base de Nylon 6 con un modificador de impacto y microesferas huecas de vidrio mejoradas en sus propiedades bajo todas las condiciones de pruebas que se llevaron a cabo. El proceso de mezclado por fundido es una de las técnicas óptimas para el trato de las microesferas huecas de vidrio, ya que se mantiene un cizallamiento controlado durante el proceso, para evitar rotura por completo de las microesferas. Durante el proceso de mezclado por fundido, el material presentó un cambio en su consistencia al adicionar el modificador de impacto, el material fundido se volvió un poco más viscoso y maleable.

El mejoramiento de la tenacidad del compuesto se vio mejorada hasta un 50% más, comparado con su valor inicial, este cambio se presentó de una resistencia al impacto de 0.066 J/mm arrojado por el material puro de Ny6-FV comparado con el valor de 0.247 J/mm obtenido por la mezcla de Ny6-FV/15% MI y un 10% de microesferas huecas de vidrio. Este mejoramiento de se debe a la buena elección de incorporación de un modificador de impacto. Cumpliendo totalmente con lo especificado en la norma TL-52625, donde se logra cumplir con los requisitos de valor límite y tolerancia que se puede encontrar en el compuesto.

Por otro lado mediante la adición de microesferas a la matriz polimérica se logró la disminución de la densidad en valores muy altos y aceptables. Se comprobó que solo con la adición del modificador de impacto las mezclas reducían una densidad de hasta un 5% comparado con la densidad del material puro, variando de un valor de 1245.6 a 1171.9 Kg/cm³. Por lo tanto se

esperaba que con la incorporación de las microesferas este valor disminuyera favorablemente. Así con la adición de cualquier porcentaje en peso de microesferas huecas de vidrio sobre la matriz se lograría un porcentaje notorio en la reducción de la densidad, por lo que la densidad del material puro fue de 1245.6 Kg/cm^3 comparado con la densidad de la mezcla de Ny6-FV/15% MI con 10% microesferas que fue de 1100.08 Kg/cm^3 , presentando una reducción de peso de hasta un 12%, superando el porcentaje propuesto por los objetivos.

Mediante la adición del modificador de impacto las propiedades fueron mejoradas, el porcentaje de deformación y la resistencia al impacto, como era de esperarse incrementaron su valor. Presentado un incremento de hasta 5 veces más su valor comparado con la matriz de Nylon 6 original, por lo cual podemos decir que a mayor adición de porcentaje en peso del MI a la matriz de Ny6-FV mayor será su resistencia al impacto. Por lo contrario la resistencia a la tensión y su elasticidad disminuyeron, esto se presenta, ya que el MI hace al material más rígido y frágil.

Por otro lado la adición de las microesferas huecas de vidrio redujeron los valores antes obtenidos en el porcentaje de deformación y la resistencia al impacto. Era un fenómeno que se suponía iba a presentarse, la disminución fue de hasta un 60% comparado con el valor inicial, mientras que la resistencia de impacto de los compuestos disminuye al aumentar la fracción de volumen de las microesferas en toda la matriz. Esto indica que el rendimiento de impacto es cada vez más nulo a medida que aumenta la fracción de volumen de las microesferas.

Por medio de SEM se pudo observar la buena dispersión de las microesferas por toda la matriz polimérica, pero gracias a esta prueba se observó que las microesferas presentaban pequeñas fisuras y rupturas parciales en muchas de ellas, resaltando que debido a esto las propiedades podían ser modificadas en valores negativos a los esperados. Al igual se observó la falta de adhesión que estas tenían con la matriz, dejando huecos y desprendimientos fáciles al ser sometidas a una fuerza de tracción, esto se le atribuye a obtener la reducción de valores bajos en cuanto a la resistencia a la tensión y el porcentaje de deformación obtenidos.

Finalmente se determina que la incorporación de estas nuevas formulaciones son aceptables y eficientes para ser promovidas dentro de la industria automotriz, ya que presenta en sus propiedades; mejoramientos y valores modificados a favor.

X. COMPETENCIAS DESARROLLADAS Y/O APLICADAS

- ✓ Operación y control de procesos en industrias químicas con base en el desarrollo tecnológico de acuerdo a las normas de higiene y seguridad, de manera sustentable.
- ✓ Colaboración en equipos interdisciplinarios en el ámbito laboral, con actitud innovadora, espíritu crítico, disposición al cambio y apego a la ética profesional.
- ✓ Utilización de las tecnologías de la información y comunicación como herramientas para la realización de las actividades.
- ✓ Comunicación en forma oral y escrita de manera expedita y concisa.
- ✓ Poseer actitud creativa y emprendedora.

XI. BIBLIOGRAFÍA

- [1] U. Polit and C. D. E. Catalunya, “ESTUDIO ESTRUCTURAL DE NYLONS,” 1998.
- [2] K. H. Su, J. H. Lin, and C. C. Lin, “Influence of reprocessing on the mechanical properties and structure of polyamide 6,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 192–193, pp. 532–538, 2007.
- [3] C. H. Huang, Y. Le Tan, Z. X. Guo, and J. Yu, “Reducing water sorption of injection-molded polyamide 6 bars by polymerization-induced diffusion of styrene and grafting with polystyrene,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 135, no. 18, pp. 1–11, 2018.
- [4] K. Marchildon, “Polyamides - Still strong after seventy years,” *Macromol. React. Eng.*, vol. 5, no. 1, pp. 22–54, 2011.
- [5] J. N. (DuPont) Weber, “Polyamides,” *Kirk-Othmer Encycl. Chem. Technol.*, 2011.
- [6] “Proyecto de desarrollo de tecnología.,” 2018.
- [7] S. Polat, A. Avci, and M. Ekrem, “Fatigue behavior of composite to aluminum single lap joints reinforced with graphene doped nylon 66 nanofibers,” *Compos. Struct.*, vol. 194, no. April, pp. 624–632, 2018.
- [8] McKeen W. Lawrence, “Properties of the film of plastics and elastomers,” *Polyamides*, 2012.
- [9] C. Guo, L. Zhou, and J. Lv, “Effects of expandable graphite and modified ammonium polyphosphate on the flame-retardant and mechanical properties of wood flour-polypropylene composites,” *Polym. Polym. Compos.*, vol. 21, no. 7, pp. 449–456, 2013.
- [10] E. Duemichen, U. Braun, R. Kraemer, P. Deglmann, and R. Senz, “Thermal extraction combined with thermal desorption: A powerful tool to investigate the thermo-oxidative degradation of polyamide 66 materials,” *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, vol. 115, pp. 288–298, 2015.
- [11] K. Saeed and S. Y. Park, “Preparation of multiwalled carbon

- nanotube/nylon-6 nanocomposites by in situ polymerization," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 106, no. 6, pp. 3729–3735, 2007.
- [12] C. D. E. Estructuras, "Capítulo 3," pp. 7–48.
- [13] C. C. E. J. Seymour Raimond B., *Polymer Chemistry*, 6th ed. 2003.
- [14] H. Tohmyoh, Y. Ito, K. Eguchi, W. Daido, J. Utsunomiya, and Y. Nakano, "Creep Behavior of Glass-Fiber-Reinforced Nylon 6 Products," 2011.
- [15] F. T. Ibáñez-Gutiérrez, S. Cicero, I. A. Carrascal, and I. Procopio, "Effect of fibre content and notch radius in the fracture behaviour of short glass fibre reinforced polyamide 6: An approach from the Theory of Critical Distances," *Compos. Part B Eng.*, vol. 94, pp. 299–311, 2016.
- [16] J. Holbery and D. Houston, "Natural-fibre-reinforced polymer composites in automotive applications," *J. Miner. Met. Mater. Soc.*, vol. 58, no. 11, pp. 80–86, 2006.
- [17] M. Mai, "Essential Work of Fracture (EWF) Analysis for Short Glass Fiber Reinforced and Rubber Toughened Nylon-6," vol. 4, no. 3, pp. 558–569, 2006.
- [18] F. T.R.M, F.Dias, and da S. A.B., "MECHANICAL PROPERTIES EVALUATION OF GLASS FIBER AND HOLLOW GLASS BUBBLE REINFORCED POLYAMIDE 6 COMPOSITES," *22º CBECiMat - Congr. Bras. Eng. e Ciência dos Mater. Natal, RN, Bras.*, no. 5, pp. 4885–4895, 2016.
- [19] N. M. Barkoula, B. Alcock, N. O. Cabrera, and T. Peijs, "Fatigue properties of highly oriented polypropylene tapes and all-polypropylene composites," *Polym. Polym. Compos.*, vol. 16, no. 2, pp. 101–113, 2008.
- [20] M. Beltrán Rico and A. Marcilla Gomis, "Tema 2. Tipos de plasticos, aditivación y mezclado," *Tecnol. polímeros procesado y propiedades*, p. 276, 2012.
- [21] Z. Yu, Y. Ou, Z. Qi, and G. Hu, "Toughening of Nylon 6 with a Maleated Core-Shell," pp. 1987–1994, 1998.

- [22] & J. W. van der W. R. J. Gaymans, "core-shell impact modifiers," vol. 35, no. 17, pp. 3658–3664, 1994.
- [23] K. Chiou, S. Wu, H. Wu, and F. Chang, "Compatibilization and Elastomer Toughening of Polyamide- 6 (PA6)/ Poly (phenylene ether) (PPE) Blends," vol. 6, no. October 1998, pp. 23–32, 1999.
- [24] R. A. Ruhno and B. W. Sands, "Hollow Spheres," *Handb. Fill. Plast.*, 1987.
- [25] C. Capela, J. D. Costa, and J. A. M. Ferreira, "Test conditions effect on the fracture toughness of hollow glass micro-sphere filled composites," *Strain*, vol. 44, no. 2, pp. 141–146, 2008.
- [26] M. Xanthos, "Glass and Ceramic Spheres," *Funct. Fill. Plast.*, pp. 381–385, 2005.
- [27] H. S. Kim and M. A. Khamis, "Fracture and impact behaviours of hollow micro-sphere / epoxy resin composites," vol. 32, pp. 1311–1317, 2001.
- [28] M. Oldenbo, S. P. Fernberg, and L. A. Berglund, "Mechanical behaviour of SMC composites with toughening and low density additives," vol. 34, pp. 875–885, 2003.
- [29] N. M. Barkoula, B. Alcock, N. O. Cabrera, and T. Peijs, "Fatigue Behavior of Polyamide 66/Glass Fiber Under Various Kinds of Applied Load," *Polym. Polym. Compos.*, vol. 16, no. 2, pp. 101–113, 2008.

XII. ANEXO I. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

I.I PROPIEDADES MECÁNICAS

El estudio de las propiedades mecánicas se refiere a la respuesta de un cuerpo cuando se le somete a una fuerza externa, la cual genera relaciones del tipo tensorial con la deformación que sufre esta materia.

Los polímeros con alta resistencia mecánica tienen altos grados de cristalinidad, entrecruzamiento o una alta temperatura de transición vítrea; mientras que los polímeros con alta elongación y con poca resistencia mecánica, tienen características contrarias.

Solamente se pueden ejercer tres tipos de fuerzas mecánicas que afectan a los materiales cuyos tipos principales de ensayos de esfuerzos son:

- A) Ensayo de Compresión B) Ensayo de Tracción C) Ensayo de cizalla o cortadura

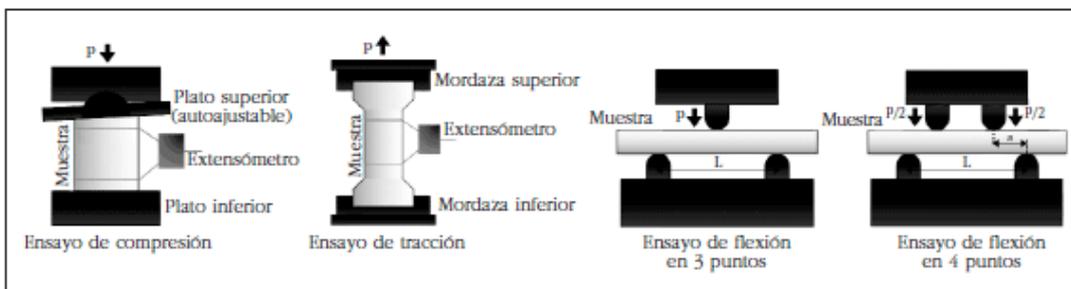


Figura I.I Representación esquemática de los principales ensayos mecánicos.

Las pruebas mecánicas consideran estas fuerzas por separado o combinadas. Las pruebas de tracción, compresión y cizalla sirven sola para medir una fuerza, mientras que las de flexión, impacto y dureza implican dos o más fuerzas simultáneas.

I.II RESISTENCIA A LA TRACCIÓN

La resistencia a la tracción o tenacidad es el máximo esfuerzo que un material puede resistir antes de su rotura por estiramiento desde ambos extremos con temperatura, humedad y velocidad especificadas.

El ensayo de tracción de un material consiste en someter a una probeta normalizada a un esfuerzo axial de tracción creciente hasta que se produce la rotura de la probeta. Este ensayo mide la resistencia de un material a una fuerza estática o aplicada lentamente.

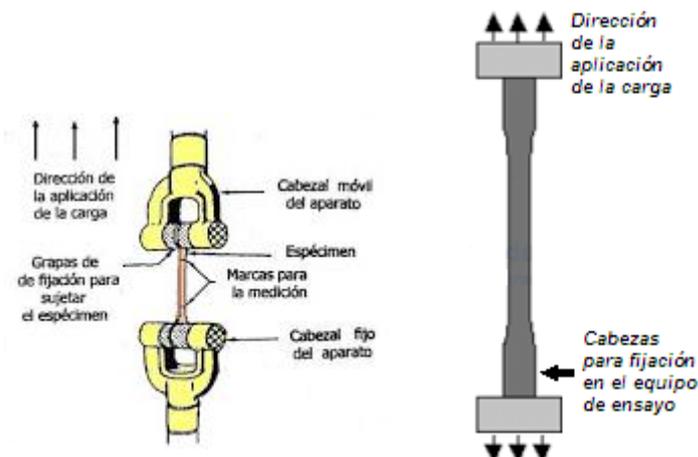


Figura I.II Principio del ensayo de tracción.

Se dice que un polímero tiene resistencia a la tracción si soporta cargas axiales que tienden a alargarlo. Se define como el cociente entre la fuerza necesaria para romper la muestra sobre área de la sección transversal, por lo tanto, representa la medida de la capacidad de un polímero a resistir los esfuerzos de estiramiento.

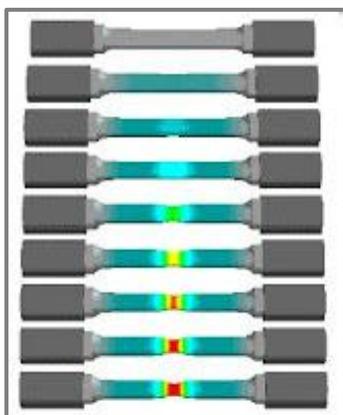


Figura I.III Evolución de las probetas durante el ensayo de tracción (la zona central es la que soporta mayor deformación, y por esa zona se romperá).

En el ensayo a la tracción se mide la deformación (alargamiento) de la probeta entre dos puntos fijos de la misma a medida que se incrementa la carga aplicada, y se representa gráficamente en función de la tensión (carga aplicada dividida por la sección de la probeta). En general, la curva tensión-deformación así obtenida presenta varias zonas ante un esfuerzo de tracción (Figura I.IV):

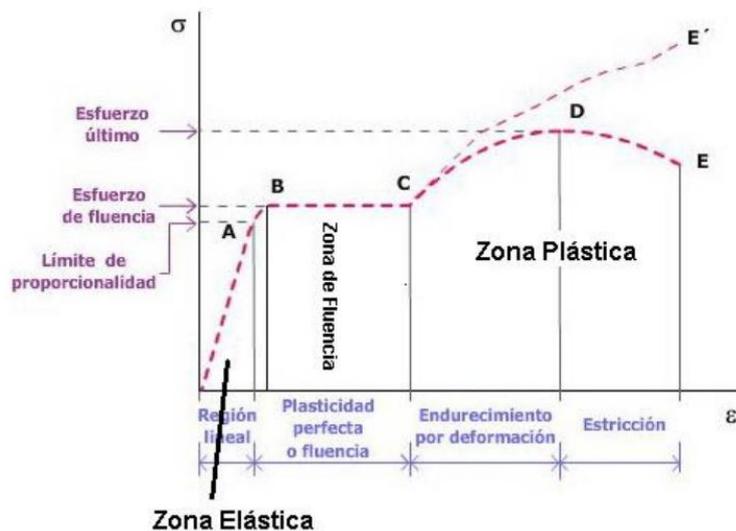


Figura I.IV Gráfica del comportamiento que presenta un material ante un esfuerzo de tracción.

Zona Elástica (OB): Se caracteriza porque al cesar las tensiones aplicadas los materiales recuperan su longitud inicial.

Zona Plástica (BE): En esta zona se ha rebasado la tensión del límite elástico y, aunque dejemos de aplicar tensiones de tracción, el material ya no recupera su longitud inicial y la longitud final será mayor que L_0 .

Zona de Proporcionalidad (OA): Aplicable ley de Hooke.

Zona de no proporcionalidad (AB)

Zona de deformación plástica uniforme o zona de límite de rotura (CD): Se consigue grandes alargamientos con un pequeño incremento de la tensión. El punto es el límite de rotura, a partir de allí la probeta se considera rota aunque no lo esté.

Zona de rotura o zona de deformación plástica localizada (DE): Las deformaciones son localizadas y, aunque disminuye la tensión, el material se deforma hasta la rotura. En el punto D, la probeta se ha fracturado. La sección de la probeta se reduce drásticamente.

El comportamiento de fluencia (BC) es similar al flujo de un líquido viscoso, y los materiales que muestran fluencia se denominan viscoelásticos.

I.III RESISTENCIA AL IMPACTO

La resistencia al impacto es una de las propiedades mecánicas más importantes de un polímero y se entiende como la resistencia de un plástico a la fractura por el choque de una carga.

La resistencia al impacto está relacionada con la temperatura del polímero por lo que la temperatura de prueba afecta significativamente la tenacidad del polímero. La resistencia al impacto también está relacionada con la velocidad de carga aplicada. Generalmente cuanto más alta es la velocidad de carga, el polímero fallará más fácilmente como un material quebradizo debido a la falta de tiempo para que las fuerzas intermoleculares sean efectivas.

La resistencia al impacto de los plásticos se mide comúnmente mediante pruebas en las que se permite que un péndulo con un borde de impacto masivo golpee la muestra. A partir del desplazamiento del péndulo después de romper el espécimen, la resistencia al impacto se puede calcular como la energía requerida para provocar la ruptura. El espécimen de plástico a menudo se muesca en un esfuerzo por mejorar la reproducibilidad del modo de falla.

Las pruebas de impacto comúnmente utilizadas para materiales rígidos son las Izod (ASTM D256) y Charpy (ASTM D256).

La prueba de impacto Izod es la prueba de impacto más común. Es una prueba de péndulo en la que a éste se hace caer de una posición

horizontal a una vertical haciendo un recorrido de 45° para golpear una muestra sostenida en una abrazadera.

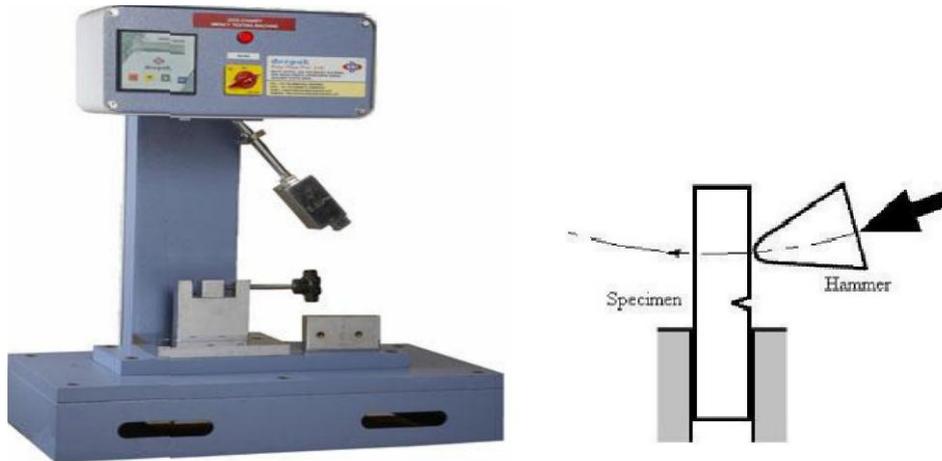


Figura I.V Representación esquemática del principio empleado en la prueba de impacto.

El péndulo rompe la muestra, y la distancia que recorre más allá de la muestra es una medida de la energía absorbida al romper la muestra. El valor calculado a partir de esta prueba se expresa generalmente en Joules por cm de ancho de muestra.

I.IV MÓDULO DE ELASTICIDAD

Se denomina módulo de elasticidad a la razón entre el incremento de esfuerzo y el cambio correspondiente a la deformación unitaria. Si el esfuerzo es una tensión o una compresión, el módulo se denomina módulo de Young y tiene el mismo valor para una tensión que para una compresión, siendo una constante independiente del esfuerzo siempre que no exceda de un valor máximo denominado límite elástico. Tanto el módulo de Young como el límite elástico, son naturalmente distintos para las diversas sustancias.

El hecho de que la variación de deformación unitaria sea directamente proporcional a la variación de esfuerzo, siempre que no se sobrepase el límite elástico, se conoce como ley de Hooke.

Un esfuerzo cambia la longitud de una barra una distancia ΔL dada por:

$$\boxed{\frac{\Delta L}{L} = \frac{1}{E} \frac{F}{A}}$$

donde L es la longitud de la barra y A su sección. E es el módulo de Young, que nos da el grado de rigidez del material.

El cociente $\Delta L/L = \epsilon$ se conoce como deformación. La fuerza por unidad de área se denomina esfuerzo y se denota por $\sigma = F/A$.

El límite elástico es el esfuerzo máximo para el que la deformación es reversible. El régimen lineal es aquel en el que se verifica la ecuación anterior. Existe un esfuerzo de rotura para el que el sólido no resiste tanta deformación y se rompe. El módulo de Young E posee unidades de N/m^2 .

I.V ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FTIR)

Es una de las técnicas espectroscópicas más comunes utilizada para identificar todo tipo de compuestos orgánicos, así como de muchos inorgánicos. Simplemente, es la medición de la absorción de las diferentes frecuencias de IR de una muestra que está colocada en la trayectoria de un haz de infrarrojo. El objetivo principal de éste análisis es determinar los grupos funcionales de un compuesto. Cada grupo funcional absorbe en una frecuencia característica este tipo de radiación.

Principio empleado en un Espectro Infrarrojo:

- La energía IR produce vibraciones moleculares.
- Cada tipo de enlace químico, vibra a una frecuencia específica de manera natural.
- Cuando la frecuencia de la luz IR alcanza la frecuencia de vibración del enlace, se produce la absorción.
- La cantidad de energía absorbida es proporcional a la fortaleza del enlace.
- Un conjunto de absorbancias IR para una muestra, está referida como su espectro IR.

Por consecuencia cada muestra tiene un espectro IR único: de manera que un espectro IR puede servir como huella dactilar de un compuesto.

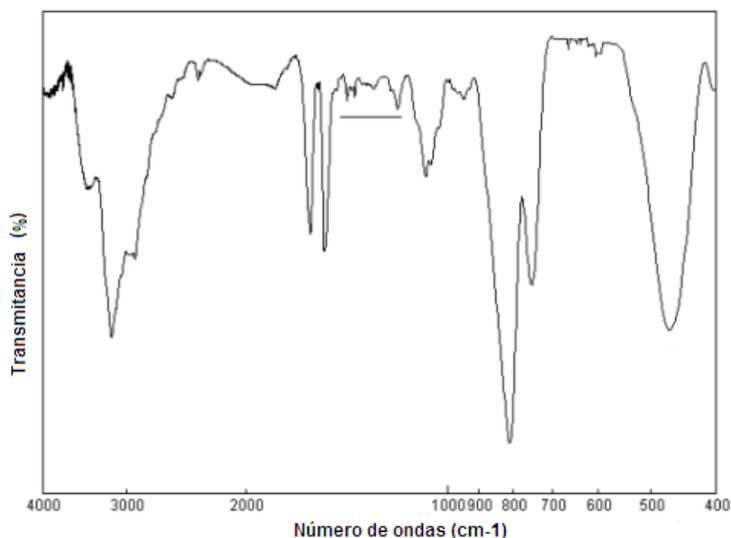


Figura I.VI Representación gráfica de un espectro IR de una muestra.

Interpretación de espectros IR:

- La frecuencia que absorben los grupos funcionales corresponde a la fortaleza del enlace, cuanto más fuerte es el enlace, absorbe a frecuencias más altas, y viceversa.
- Cada grupo funcional absorbe a una determinada frecuencia, de manera que es posible elucidar la estructura química del material con su espectro IR.

I.VI REFLECTANCIA TOTAL ATENUADA (MICRO ATR)

La técnica de reflectancia total atenuada (ATR) está bien establecida en la espectroscopia FTIR para la medición directa de muestras sólidas y líquidas sin preparación de muestras. La técnica requiere un buen contacto entre la muestra y un cristal hecho de un material que transmite radiación IR y tiene un alto índice de refracción.

Cuando el haz de infrarrojos entra en el cristal en el ángulo crítico, se produce una reflexión interna. En cada reflexión, la radiación IR continúa más allá de la superficie del cristal y entra en la muestra. La profundidad de penetración depende de los índices de refracción del cristal y la

muestra, el ángulo de incidencia del haz y la longitud de onda de la radiación IR.

El uso de un cristal de diamante da oportunidad para el análisis de una amplia gama de muestras, incluidas; ácidos, bases y agentes oxidantes, resistente a los rasguños y la abrasión, costosa, la absorción intrínseca de aproximadamente 2300 a 1800 cm^{-1} limita su utilidad en esta región (5% de transmisión).

I.VII MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

La microscopia electrónica de barrido o SEM se basa en el principio de la microscopia óptica en la que se sustituye el haz de luz por un haz de electrones. Con esto conseguimos hasta los 100 \AA , resolución muy superior a cualquier instrumento óptico.

Su funcionamiento consiste en hacer incidir un barrido de haz de electrones sobre la muestra. La muestra (salvo que ya sea conductora) está generalmente recubierta con una capa muy fina de oro o carbón, lo que le otorga propiedades conductoras. La técnica de preparación de las muestras se denomina “sputtering” o pulverización catódica.

Al alcanzar el haz la superficie de la muestra se generan principalmente las siguientes partículas:

- Electrones retrodispersados (e1)
- Electrones secundarios (e2)

Además de radiación electromagnética (rayos X) y otras partículas menos significativas.



Figura I.VII Microscopio Electrónico de Barrido actual.

El microscopio se encuentra internamente equipado con unos detectores que recogen la energía y la transforman en las siguientes imágenes y datos:

- Detector de electrones secundarios: (SEI – Secondary Electron Image) con los que obtenemos las imágenes de alta resolución.
- Detector de electrones retrodispersados: (BEI – Backscattered Electron Image) Con menor resolución de imagen pero mayor contraste para obtener la topografía de la superficie.
- Detector de energía dispersiva: (EDS – Energy Dispersive Spectrometer) detecta los rayos X generados y permite realizar un análisis espectrográfico de la composición de la muestra.

I.VIII ANÁLISIS TERMO GRAVIMÉTRICO (TGA)

El Análisis por Termo Gravimetría (Thermo Gravimetric Analysis TGA) se define como la técnica en que se mide el porcentaje del peso de una muestra frente al tiempo o a la temperatura mientras se somete a un programa de temperatura controlado en una atmósfera específica. Lo habitual es que se produzca una pérdida de peso, sin embargo también es posible que haya una ganancia de peso en algunos casos. La atmósfera puede ser estática o dinámica con un caudal determinado (también se emplean condiciones de presión reducida) y los gases más habituales son N₂, aire, Ar, CO₂. También se usan H₂, Cl₂, o SO₂.

Una característica fundamental de la técnica TGA es que sólo permite detectar procesos en los que se produce una variación de peso tales como descomposiciones, sublimaciones, reducción, desorción, absorción, mientras que no permite estudiar procesos como fusiones, transiciones de fase. El resultado de un análisis de TGA suele ser presentado en forma de gráfica conocida como termograma o curva termogravimétrica.

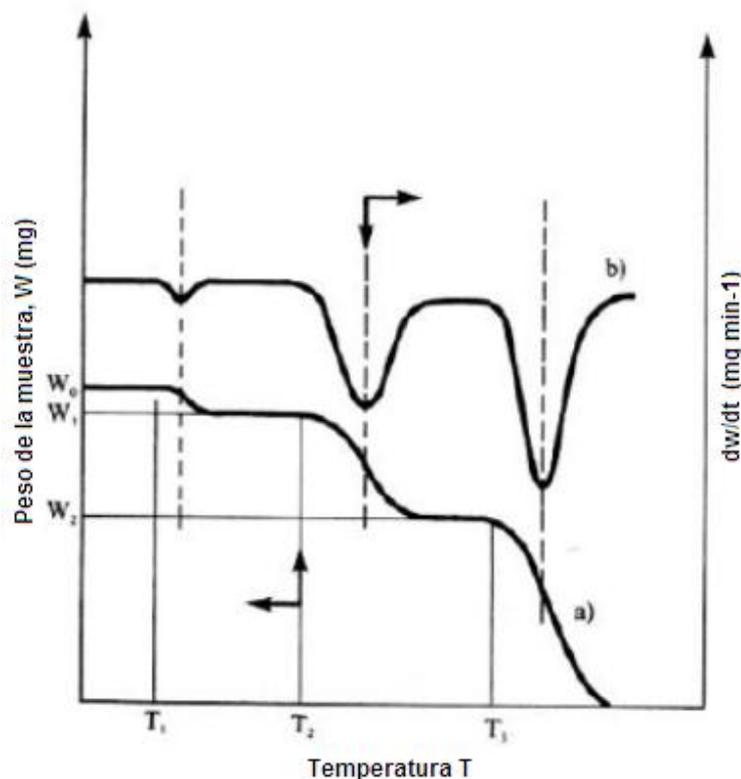


Figura I.VIII Termograma diferencial (curva superior, eje derecho) y convencional (curva inferior, eje izquierdo).

I.IX CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido (Differential Scanning Calorimetry DSC), es una técnica experimental dinámica que permite determinar la cantidad de calor que absorbe o libera una sustancia, bien cuando es mantenida a temperatura constante durante un tiempo determinado, o cuando es calentada o enfriada a velocidad constante, en un determinado intervalo de tiempo, con la ventaja adicional que actualmente puede ser utilizada en amplios rangos de temperatura que van desde los $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta aproximadamente 800° c . Esta técnica permite el estudio de aquellos procesos en los que se produce una variación entálpica, determinando las temperaturas donde ocurren cambios físicos o químicos, puntos de cristalización y ebullición, entalpías de reacción y determinación de otras transiciones de primer y segundo orden.