

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E
INVESTIGACIÓN



OBTENCIÓN DE UN COMPÓSITO A PARTIR DE
POLIPLOPILENO CON FIBRA DE CARBONO

Para obtener el grado de
Maestro en Ciencias en Ingeniería Química

Presenta
Ing. José David Pérez Rocha

Director de Tesis
Dra. Ana Beatriz Morales Cepeda

Co-Director de Tesis
Dr. Tomás Lozano Ramírez

Ciudad Madero, Tamps; a 11 de Marzo de 2013.

OFICIO No.: U1.234/13
AREA: DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
ASUNTO: AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN
DE TESIS

C. ING. JOSÉ DAVID PÉREZ ROCHA
PRESENTE

Me es grato comunicarle que después de la revisión realizada por el Jurado designado para su examen de grado de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química, se acordó autorizar la impresión de su tesis titulada:

“OBTENCIÓN DE UN COMPÓSITO A PARTIR DE POLIPROPILENO CON FIBRA DE CARBONO”

Es muy satisfactorio para la División de Estudios de Posgrado e Investigación compartir con Usted el logro de esta meta.

Espero que continúe con éxito su desarrollo profesional y dedique su experiencia e inteligencia en beneficio de México.

ATENTAMENTE

“Por mi patria y por mi bien”


M. P. MARIA YOLANDA CHÁVEZ CINCO
JEFA DE LA DIVISIÓN



c.c.p.- Minuta
Archivo

MYCHC J.L. 3/13



Ave. 1° de Mayo y Sor Juana I. de la Cruz, Col. Los Mangos, CP. 89440 Cd. Madero, Tam.
Tel. (833) 357 48 20, Fax, Ext. 1002, e-mail: itcm@itcm.edu.mx
www.itcm.edu.mx



Resumen

En recientes décadas, las fibras de carbono han encontrado grandes aplicaciones en el mercado de aeronaves comerciales y civiles, productos recreacionales, industriales y de transporte. Logrando que los materiales compuestos de fibras de carbono proporcionen ligereza a la matriz de polipropileno. Estos se sitúan idealmente a aplicaciones donde la resistencia, rigidez, bajo peso y costo además de destacadas características de fatiga, son requerimientos importantes hoy en día.

Compositos de polipropileno (PP) reforzados con fibra de carbono (FC) y anhídrido maleico mezclado con polipropileno (MAH) o mejor conocido por su nombre comercial como Polybond 3200, fueron elaborados mediante un mezclador Brabender y un extrusor tipo monohusillo. Los compositos se caracterizaron vía análisis dinámico mecánico (DMA, por sus siglas en inglés), calorimetría diferencial de barrido (DSC, iniciales en inglés), microscopía electrónica de barrido (SEM, abreviaturas inglesas) y las pruebas mecánicas de tensión e impacto tipo Izod.

Se notó que al aumentar la carga del refuerzo en los compositos se aumentó el módulo de almacenamiento y de pérdida, llegando a modificar la temperatura de transición vítrea T_g comparándose con la matriz polimérica. Además, la temperatura de cristalización resultó mayor con el incremento de cantidad de fibra de carbono, lo cuál demuestra una interacción química entre la mezcla. También, los compositos procesados por inyección obtuvieron mayor porcentaje de módulo elástico, esfuerzo a la tensión y deformación a la cedencia comparados con aquellos procesados vía compresión. Aún más, se observó que las fibras inyectadas se adhirieron mejor que las fibras comprimidas, presentando las primeras una destacada orientación y anclaje a la superficie de PP. Por último, la energía de impacto Izod reflejó que los compositos de PP/FC adquirieron elasticidad en vez de resistencia a la fatiga.

Abstract

On recently decades, carbon fibers have been applied in the market of aircraft, common, industrial and transport articles, achieving those compounding materials lightness to the polypropylene matrix. These have an ideal position on uses were resistance, rigid, low weight and cost and stress factors are important requirements today.

Composites of polypropylene (PP) reinforced with carbon fiber (CF) and maleic anhydride grafted with PP (MAH), better known as Polybond 3200, were elaborated through Brabender mixer and mono-screw extruder. These were characterized via Dynamical Mechanical Analysis (DMA), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Scanning Electron Microscopy (SEM) and Tensile and Impact Izod Mechanical Tests.

It was noted that increasing the load of filler of the composites, the Storage Modulus (E') and the Lost Modulus (E'') increased modifying the glass transition temperature (T_g). Furthermore, the crystallization temperature resulted higher increasing the weight of fibers which demonstrated a chemical interaction between them. In addition, the injected composites processed gained greater percentage of Young Modulus, Tensile Stress and Tensile Strain than those compressed composite. Moreover, it was observed that injected fibers were better added than the compressed fibers, which presented a notable orientation and linkage to the PP surface. As a final point, the Impact Izod Test reflected that PP/CF composites acquired elasticity instead of stress resistance.

Índice

Resumen	i
Abstract	ii
Índice	iii
Índice de figuras	v
Índice de tablas	x
Introducción	1
1. Marco teórico	3
1.1 Compósitos	3
1.1.1 Historia de los compositos	4
1.1.2 Clasificación de los compositos	6
1.2 Tipos de fibras	9
1.3 Fibra de carbono	11
1.3.1 Tipos de fibra de carbono	15
1.3.2 Propiedades de la fibra de carbono	15
1.3.3 Fabricación de la fibra de carbono	16
1.3.4 Presentaciones industriales de la fibra de carbono	19
1.3.5 Condiciones de almacenamiento	20
1.4 Técnicas de caracterización	21
1.4.1 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	21
1.4.2 Análisis Mecánico Dinámico (DMA)	23
1.4.3 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	24
1.4.4 Pruebas mecánicas de tensión	25
1.4.5 Pruebas de Impacto	29
2. Metodología	32
2.1 Materiales	32
2.2 Presentación de compositos	34
2.3 Preparación de compositos mediante mezcladora Brabender	35
2.4 Preparación de compositos mediante extrusión	38
	iii

2.5 Técnicas de caracterización	41
2.5.1 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	41
2.5.2 Análisis Dinámico Mecánico (DMA)	41
2.5.3 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	42
2.5.4 Pruebas Mecánicas de Tensión	43
2.5.5 Pruebas de Impacto	44
3. Resultados	45
3.1 Análisis Dinámico Mecánico (DMA)	45
3.2 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	49
3.3 Pruebas Mecánicas de Tensión	50
3.3.1 Probetas moldeadas mediante compresión	50
3.3.1 Probetas moldeadas mediante inyección	51
3.4 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	53
3.5 Pruebas de Impacto	64
Conclusiones	66
Bibliografía	68

Índice de figuras

Figura 1.1. Orientación de la fibra

Figura 1.2. Acomodo de los compositos.

Figura 1.3. Diagrama de los esquemas de carbonización para las mesofases de alquitrán y PAN.

Figura 1.4. Fibra de carbono proveniente de precursor de alquitrán.

Figura 1.5 Fibra de carbono proveniente de precursor PAN.

Figura 1.6 Roving de carbono.

Figura 1.7 Tejidos de carbono con diferentes ppi (punzadas por pulgadas) y, por tanto diferente tamaño de mecha.

Figura 1.8 Tejido de carbono híbrido carbono-aramida.

Figura 1.9 Representación esquemática de un termograma mostrando un endotermo correspondiente a una transición de primer orden como la fusión (T_o = temperatura de inicio de la transición; T_p = temperatura en el pico; T_c = temperatura final de la transición).

Figura 1.10 Representación esquemática de un termograma obtenido por DSC correspondiente a una transición de segundo orden como la transición vítrea (T_{go} = temperatura de inicio de la transición vítrea; T_g = temperatura del punto medio; T_{gc} = temperatura final de la transición).

Figura 1.11 La relación del esfuerzo sinusoidal aplicado a la tensión es mostrada, con la fase de retardo y deformación resultante.

Figura 1.12 Prueba de tensión.

Figura 1.13 Esquema de la respuesta de una barra cilíndrica de metal a una fuerza de tracción de dirección opuesta a sus extremos. (a) Fractura frágil. (b) Fractura dúctil. (c) Fractura totalmente dúctil.

Figura 1.14 Curva de esfuerzo contra deformación (límite elástico).

Figura 1.15 Curva de esfuerzo contra deformación (índice de ruptura).

Figura 1.16 Curva de esfuerzo contra deformación.

Figura 1.17 Ensayo Charpy e Izod.

Figura 1.18 Dimensiones de una probeta de metal.

Figura 2.1 Micrografías electrónicas de barrido de la fibra de carbono: a) diámetro (x1000), b) longitud (x500) y c) espesor (x450).

Figura 2.2 Mezcladora Brabender.

Figura 2.3 Cámara de mezcla.

Figura 2.4 Condiciones de operación y vista general del equipo.

Figura 2.5 Equipo de molienda.

Figura 2.6 Equipo de extrusión de un solo husillo.

Figura 2.7 Temperaturas de calentamiento del extrusor.

Figura 2.8 Tornillo o husillo de transporte para polipropileno.

Figura 2.9 Salida del material extruido.

Figura 2.10 Equipo cortador.

Figura 2.11 Equipo DSC Q2000 y equipo de enfriamiento.

Figura 2.12 Equipo DMA 2980 y equipo de enfriamiento.

Figura 2.13 Equipo SEM JEOL JSM-7600TFE.

Figura 2.14 Equipo POLARON SC502.

Figura 2.15 Equipo Instron 3365 con extensómetro.

Figura 2.16 Impactómetro Izod CEAST con pendulo de 2 Joules.

Figura 3.1 Módulo de almacenamiento (E') del PP sin carga y de los compositos PP/FC con diferentes pesos y composiciones.

Figura 3.2 Módulo de pérdida (E'') del PP sin carga y de los compositos PP/FC con diferentes pesos y composiciones.

Figura 3.3 Perfiles de $\tan \delta$ del PP sin carga y de los compositos PP/FC con diferentes pesos y composiciones.

Figura 3.4 Micrografías de las probetas de tensión por compresión al punto de ruptura:

a) PP/1FC (x430), b) PP/1FC/5MAH (x450), c) PP/3FC (x370), d) PP/3FC/5MAH (x370), e) PP/5FC (x300) y f) PP/5FC/5MAH (x400).

Figura 3.5 Micrografías de las probetas de tensión por inyección en el punto de ruptura:

a) PP/1FC (x230), b) PP/1FC/5MAH (x200), c) PP/3FC (x220), d) PP/3FC/5MAH (x160), e) PP/5FC (x330) y f) PP/5FC/5MAH (x220).

Figura 3.6 Micrografías de las probetas de impacto en el punto de ruptura: a) PP/1FC (x370), b) PP/1FC/5MAH (x400), c) PP/3FC (x650), d) PP/3FC/5MAH (x330), e) PP/5FC (x500) y f) PP/5FC/5MAH (x370).

Figura 3.7 Orientación del composito PP/1FC por: a) compresión (x65), b) inyección (x45) y c) extrusión (x100).

Figura 3.8 Orientación del composito PP/1FC/5MAH por: a) compresión (x100), b) inyección (x55) y c) extrusión (x110).

Figura 3.9 Orientación del composito PP/3FC por: a) compresión (x75), b) inyección (x85) y c) extrusión (x45).

Figura 3.10 Orientación del composito PP/3FC/5MAH por: a) compresión (x130), b) inyección (x85) y c) extrusión (x40).

Figura 3.11 Orientación del composito PP/5FC por: a) compresión (x160), b) inyección (x100) y c) extrusión (x180).

Figura 3.12 Orientación del composito PP/5FC/5MAH por: a) compresión (x270), b) inyección (x180) y c) extrusión (x55).

Figura 3.13 Energía de impacto Izod contra partes por cien de FC de los compositos de PP/FC.

Índice de tablas

Tabla 1.1 Propiedades de diferentes fibras de carbono provenientes de PAN.

Tabla 2.1. Características del polipropileno.

Tabla 2.2 Características de la fibra de carbono.

Tabla 2.3 Características del Polybond 3200.

Tabla 2.4 Diseño de compositos.

Tabla 3.1 Valores de T_g del PP y compositos de PP/FC a diferentes cargas.

Tabla 3.2 Temperaturas de fusión y cristalización del PP y compositos de PP/FC.

Tabla 3.3. Valores de tensión y elongación por compresión.

Tabla 3.4. Valores de tensión y elongación por inyección.

Introducción

La fibra de carbón (FC) es un filamento largo y delgado de 0.005-0.010 mm. de diámetro, compuesta principalmente de átomos de carbono. Los átomos de carbón se enlazan en cristales microscópicos que están más o menos alineados paralelamente al eje largo de la fibra. La alineación del cristal hace a la fibra increíblemente fuerte para su tamaño. Varias miles de fibras de carbón son retorcidas juntas para formar un hilo, que puede ser usado por sí solo o como tejido de una tela.

El hilo o tejido es combinado con un epóxido y se adhiere o moldea para dar forma a varios tipos de materiales compuestos. Los materiales compuestos de fibra de carbón reforzada se utilizan para hacer piezas de aviones y de naves espaciales, partes de autos de carreras, armazón para bicicletas, cañas de pescar, resortes automotrices, mástiles de barcos de vela y muchos otros componentes donde es necesario un material ligero y de alta resistencia.

La materia prima usada para fabricar la fibra de carbón es llamada precursor. Cerca del 90% de las fibras de carbón producidas son hechas de poliacrilonitrilo (PAN), el 10% restante es hecho de rayón o brea de petróleo. Todos estos materiales son polímeros orgánicos que se caracterizan por cadenas largas de moléculas unidas entre sí por átomos de carbono. La composición exacta de cada precursor varía de una compañía a otra y es generalmente considerado un secreto comercial. Durante el proceso de manufactura son usados una variedad de gases y líquidos.

Algunos de estos materiales están diseñados para reaccionar con la fibra y conseguir efectos específicos. Otros materiales son diseñados para no reaccionar o para prevenir ciertas reacciones con la fibra. Al igual que con los precursores, la composición exacta de muchos de estos materiales de proceso son considerados secretos comerciales.

El proceso para hacer las fibras de carbón es parte químico y parte mecánico. El precursor es estirado en largos hilos o fibras y luego se calienta a temperaturas muy altas sin permitir que entre en contacto con el oxígeno. Sin oxígeno, la fibra no se puede quemar. En

cambio, la temperatura alta hace que los átomos en la fibra vibren violentamente hasta que la mayoría de los átomos no-carbonos sean expulsados. A este proceso se le denomina carbonización. (<http://www.quiminet.com>, 2009).

En recientes décadas, las fibras de carbono han encontrado grandes aplicaciones en el mercado de aeronaves comerciales y civiles, productos recreacionales, industriales y de transporte. Logrando que los materiales compuestos de fibras de carbono proporcionen ligereza a la matriz de polipropileno. Estos se sitúan idealmente a aplicaciones donde la resistencia, rigidez, bajo peso y destacadas características de fatiga son requerimientos importantes.

En este estudio de investigación se desea obtener un material reforzado con fibras de carbono a partir de polipropileno (PP) para utilizarlo en productos de transporte, aeronáutica o artículos domésticos, siendo éste de bajo costo y muy usado en el mercado.

En el proyecto de investigación se analizaron concentraciones de 1, 3 y 5 partes por cien (ppc) de FC, así como también un agente para mejorar la mezcla del material, denominado en el mercado como Polybond 3200 o su agente activo, el anhídrido maleico. También se analizaron las propiedades del polipropileno y del agente de mezcla sin carga.

Se observó mediante el análisis de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) la dispersión del material dentro de la matriz polimérica, a su vez el comportamiento físico mediante los análisis de Tensión-Elongación (Máquina Universal) y de Impacto Izod, también el Análisis Dinámico Mecánico (DMA) y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).

El trabajo de investigación describe en el capítulo I qué es un compuesto y su historia, las características de la fibra de carbono, el tipo de material, método de obtención y los procesos de fabricación de la FC. En el capítulo II se describen y detallan los materiales, equipos y metodología empleada para elaborar los compósitos de PP/FC con y sin agente de mezcla. En el capítulo III se presentan mediante el apoyo de gráficas y tablas los resultados obtenidos en la investigación, así como a la conclusión final del proyecto.

1. Marco teórico

1.1. Compositos

Los Materiales Compuestos (M.C.) o compositos, en la ingeniería de diseño se entienden como aquellos materiales integrados por una mezcla o combinación de dos o más micros (10^{-4} a 10^{-2} cm.) o macro ($>10^{-2}$ cm.) componentes que se definen en forma y composición química y que son esencialmente insolubles entre sí. La importancia que bajo el punto de vista de la ingeniería tienen los M.C. es que sus propiedades son superiores o en algún modo más importantes que las de sus componentes considerados individualmente. Muchos M.C. están formados por dos fases: una continua, que se llama matriz y otra fase dispersa integrada por partículas o por fibras (cortas o largas).

El rápido crecimiento en el uso de los M.C. reforzados con fibras de altas características (M.C. avanzados o estructurales) en aplicaciones ingenieriles queda justificado al considerar los altos valores del módulo elástico específico en estos materiales, frente a materiales tradicionales. Las grandes diferencias en los valores de las propiedades que presentan los M.C. avanzados según las distintas direcciones puede ser una seria limitación en algunas aplicaciones por ser el material altamente anisótropo; sin embargo, es también la fuente de una de las ventajas sobresalientes de los M.C., pues permite introducir rigidez y resistencia en un material, donde realmente se requiera. En otras palabras, se introduce un elemento de flexibilidad en el diseño, pero este es una consecuencia más difícil y exigente. En estructuras de diseño ingenieril, el M.C., matriz + fibra se lamina con el objetivo de reunir requerimientos de resistencia a la medida deseada, dando lugar a los laminados. En un laminado las láminas son cada una de las capas formadas por la matriz y las fibras.

Las propiedades de los M.C. reforzados con fibras dependerán: del diámetro y longitud de las fibras, de la fracción en volumen de fibra y de la orientación y ordenación del conjunto de fibras. Las fibras son los responsables de las buenas propiedades mecánicas del material en cuanto a la elevada resistencia mecánica y módulo elástico, pero en general son frágiles. (<http://www.axomaga.com>, 2009)

Estos compuestos se utilizan ampliamente en empaquetamiento, construcción, transportes, etc. Al término de su vida útil, estos productos generan problemas ambientales: almacenamiento, combustibilidad parcial, son una fuente de polución, etc. Todos los aspectos favorables durante el período de uso (estabilidad, resistencia, durabilidad) operan en contra de su destrucción.

Teniendo en cuenta estos inconvenientes, un buen candidato para ser utilizado como matriz es el polipropileno (PP), debido a su bajo costo, inocuidad química, facilidad de procesamiento y altas propiedades mecánicas inherentes. La mejora en el comportamiento mecánico de un material compuesto, ocurre siempre y cuando exista una buena adhesión entre la matriz y el refuerzo. (Krause E., Lucas J.C., 2009).

1.1.1. Historia de los compósitos

Aunque la fibra de vidrio es muy antigua –era conocida por los Egipcios–, la historia de los materiales compuestos es la historia del siglo XX. En 1907, el químico belga Leo Backeland obtuvo por primera vez una resina termoestable. Backeland calentó y aplicó presión en un recipiente especial a un fenol y un formaldehído para obtener una resina líquida que polimerizó y tomó la forma del recipiente. Su nombre, la bakelita. A lo largo de las tres primeras décadas de este siglo se van incorporando el resto de las matrices: las fenólicas, que fueron las primeras en desarrollarse industrialmente para aplicaciones de aislamiento, armamento y bisutería, los poliésteres, los vinil ésteres y los epoxis.

Los materiales compuestos se desarrollan en paralelo con las matrices, ya que como se ha dicho las fibras ya eran conocidas y los tratamientos superficiales de las fibras para que tuvieran la adherencia necesaria para su combinación con las matrices no presentaron excesivas dificultades.

Por lo tanto, los primeros materiales compuestos eran fibras de vidrio combinadas con matrices fenólicas y poliésteres para aplicaciones eléctricas, embarcaciones y placa ondulada.

Los primeros métodos de fabricación fueron los moldeados por contacto a mano. En 1930, se estaban fabricando mediante este método un número elevado de estructuras donde los requerimientos mecánicos no eran elevados, pero había problemas de formas, aislamiento eléctrico y por lo tanto, este tipo de materiales comenzaba a ser una alternativa frente a las tradicionales, acero, hormigón, aluminio o madera.

La inyección con matrices termoestables data de 1940, como una variación de la inyección de materiales termoplásticos. En la década de los cincuenta aparecen las primeras máquinas con tornillo sinfín.

En 1951 aparecen las primeras patentes de métodos automatizados como la pultrusión. La producción arranca en 1956. Desde entonces ha ido en aumento la producción de perfiles para una larga lista de sectores productivos. Por primera vez, se disponía comercialmente de materiales compuestos estructurales ya que la fiabilidad de este proceso, así como la elevada resistencia del perfil lo hacía idóneo para aquellos casos donde no sólo era importante el peso o el aislamiento eléctrico sino también los requerimientos mecánicos.

En paralelo a la pultrusión aparecen otros procesos utilizados hoy en día como el SMC (sheet moulding compound), o pre impregnados de un compuesto por fibras de vidrio, resinas de poliéster y cargas que se conforman mediante prensa en caliente. Tras su aparición a principios de los años cincuenta, sus primeras aplicaciones se realizaron en el sector eléctrico. A comienzos de la década de los setenta, se comenzaron a utilizar en automoción.

También a mediados del siglo XX surge el enrollamiento filamentario y la mayoría de los procesos que tenemos hoy en día.

En los setenta se comienzan a utilizar en Estados Unidos, fibras avanzadas: carbono, boro, aramida en la aviación militar. En ese momento, existían dos campos de materiales compuestos claramente diferenciados:

- El campo de la aeronáutica (elevadas prestaciones, costos muy altos y bajos consumos), donde se trabajaba fundamentalmente con carbono/epoxi y aramida/epoxi y se utilizaba casi exclusivamente el impregnado y el curado en autoclave.
- El campo de la gran difusión (prestaciones bajas, costos razonables y elevados consumos), con aplicaciones en el sector eléctrico, marina, transporte terrestre y construcción. Se utilizaba casi exclusivamente el vidrio/poliéster y como procesos el contacto a mano, la proyección simultánea, el enrollamiento continuo, la pultrusión y el SMC.

Hoy en día, en los albores del siglo XXI, el panorama de los materiales compuestos es muy diferente, ya que hay diferencias entre los dos campos salvo en el tema de normativa y control de calidad. En lo que se refiere a materiales y procesos, han aparecido nuevas tecnologías que han llenado el espacio entre los campos aeronáuticos y de gran difusión y han difuminado las diferencias que existían entre las dos áreas hace cuatro décadas.

En este sentido hay que citar las fibras de carbono de bajo costo, que hacen que su consumo se haya extendido a todos los sectores industriales, la aparición de nuevos procesos como el RTM (Resin Transfer Moulding), cuya aplicación esta completamente generalizada en los sectores aeronáuticos y no aeronáuticos, la disponibilidad comercial de materiales híbridos, la introducción de materiales pre impregnados de bajo costo y la aparición de procedimientos de curado alternativos al autoclave. (Miravete A., 2003).

1.1.2. Clasificación de los compósitos

Clasificación según la forma de los constituyentes

Compósitos fibrosos: el refuerzo es una fibra, es decir, un material con una relación longitud-diámetro muy alta. Las fibras pueden ser continuas o discontinuas (estas últimas pueden ser aleatorias o unidireccionales), figura 1.1. Ejemplo: epoxi con fibra de vidrio.

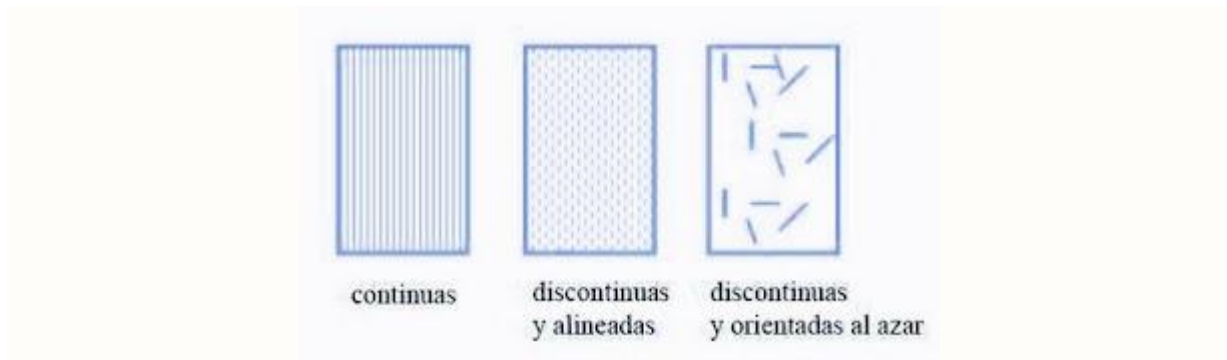


Figura 1.1. Orientación de la fibra

Compósitos particulados: el refuerzo son partículas equiaxiales, es decir, las dimensiones de las partículas son aproximadamente iguales en todas las direcciones. Ejemplo: caucho reforzado con negro de humo.

Compósitos estructurales: son materiales constituidos por la combinación de materiales compuestos y materiales homogéneos. Se clasifican a su vez en materiales laminados (constituidos por apilamiento de láminas paralelas) o paneles sándwich (compuestos de núcleo y tapas), figura 1.2.



Figura 1.2. Acomodo de los compósitos

Clasificación según la naturaleza de los constituyentes

Compósitos de matriz orgánica (polímeros).

- presentan baja densidad
- posibilidad de obtención de piezas complicadas
- son los más utilizados en la actualidad

Entre sus desventajas se incluye la poca resistencia frente al fuego.

Compósitos de matriz metálica (aleaciones de aluminio, titanio y magnesio)

- mayor duración
- elevada conductividad térmica y eléctrica
- no absorben humedad
- mayor resistencia al desgaste

Su principal desventaja es su alto precio

Compósitos de matriz mineral (cerámica): alúmina, CSi (carburo de silicio), etc.

Destacan porque resisten temperaturas elevadas y su principal desventaja su fragilidad y baja resistencia a choques térmicos.

Clasificación según el tamaño de la fase dispersa

Microcompósitos o compósitos convencionales: el tamaño del refuerzo es del orden de la micra (10⁻⁶ m). A pesar de las mejores propiedades mecánicas de estos compósitos, también presentan problemas:

- dificultad de procesado
- no se pueden procesar para obtener láminas o fibras

Estos problemas son consecuencia de la diferencia de tamaño entre el refuerzo y los componentes de la matriz (cadenas de polímero en el caso de los compósitos de matriz orgánica). Esta diferencia da lugar a interacciones débiles entre la matriz y la interfase.

Para evitar este problema y mejorar las interacciones se ha desarrollado un nuevo tipo de composito:

Nanocompósitos: el tamaño del refuerzo es del orden del nanómetro (10⁻⁹ m=10⁻³micras). En este caso, las interacciones matriz-refuerzo se dan a nivel molecular.

(<http://tecnologiadelosplasticos.blogspot.mx>)

1.2 Tipos de Fibras

Las fibras correspondientes a M.C. avanzados pertenecen a cuatro familias principalmente: vidrio, carbono, aramidas y boro.

La matriz da estabilidad al M.C., transfiere las cargas de unas fibras a otras, mantiene su alineación y los protege del deterioro químico, evitando también la propagación de grietas. Las utilizadas en M.C. avanzados son matrices poliméricas, fundamentalmente resinas epoxi y poliéster (termoestable), aunque para determinadas aplicaciones se usan otras matrices poliméricas como las poliamidas, sulfuros de polifenileno o polisulfonas (termoplásticos).

Fibras de altas características: son las utilizadas en M.C. avanzados. Se comercializan en forma de pre impregnado y se conoce con el nombre de “pre-preg” a fin de asegurar el contenido homogéneo de la fibra en el laminado (~65 %). Las fibras (también se reconocen como hilos o hebras), son agrupaciones de unos 3.000 filamentos cada uno de diámetro próximo a 10 micras.

A excepción del sector aeronáutico, el mayor consumo mundial se produce en fibra de vidrio “E” que da la mejor relación propiedades/coste. Solo en el caso de matrices cerámicas o metálicas con temperaturas de servicio superiores a 500 °C es necesario considerar fibras especiales, como las de aluminio o titanio para las que la reactividad fibra/matriz es mínima.

Fibras de vidrio: Se fabrican a partir del vidrio fundido pasando por hileras de gravedad a una determinada temperatura y estiradas en caliente por bobinado a alta velocidad. En el proceso de hilado no cambia la estructura amorfa.

Simultáneamente con el estiramiento se produce el “ensimaje” de las fibras, que consiste en un tratamiento químico superficial que les proporciona mayor resistencia a la tracción de la fibra de vidrio, en ausencia de defectos superficiales y la notoria pérdida de resistencia (el 50 %) debido a la fricción entre fibras, que se origina en la manipulación. Su

carácter amorfo justifica su bajo módulo elástico, sin que sean previsibles mejoras sustanciales. A diferencia de las fibras de carbono y kevlar, las fibras de vidrio son isótropas, consecuencia directa de la estructura tridimensional de la red de vidrio. La resistencia disminuye cuando las fibras se ensayan en ambiente húmedo, debido a la absorción de agua por parte de la superficie del vidrio. Cuando se necesita gran resistencia a la humedad se prefiere un vidrio de boro-silicato; este tiene un contenido en álcalis menor del 0,8 % en todas sus aplicaciones puede considerarse como intocable por el agua. Generalmente se le conoce con el nombre de vidrio de graduación “E” o “Eléctrico”.

Fibras de carbono: También llamadas de grafito, corresponden a una estructura cristalina fuertemente orientada. En su fabricación se parte de una fibra orgánica, poliacrilonitrilo, que se somete a tres etapas (oxidación, carbonización y grafitización).

En la 3ª etapa, grafitización, se reorganiza la estructura del carbono, logrando la del grafito. Cuando más elevada es la temperatura, las fibras obtenidas son de mayor módulo elástico y menor resistencia. En el grafito los átomos de las capas o planos base, se mantienen unidos por enlaces covalentes muy fuertes existiendo fuerzas débiles de Van der Waals entre las capas. Esto significa que las unidades de cristal básico son altamente anisótropas.

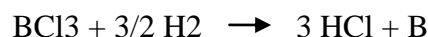
A efectos de comparación, un material compuesto constituido por fibra de carbono de alta resistencia y matriz epoxi, con volumen de fibra del 60 % y en configuración cuasiisótropa, tiene una característica y rigidez equivalentes a una aleación de aluminio de uso aeronáutico con un ahorro en peso del 30 %.

El bajo alargamiento a rotura de estas fibras es fuente de problemas pero da como contrapartida un excelente comportamiento a fatiga.

Aramidas: Las aramidas o poliamidas aromáticas de los que el kevlar (nombre comercial registrado por Dupont) es la más conocida, son fibras orgánicas sintéticas que debido a la gran orientación tienen un módulo y resistencia muy superior a las restantes fibras orgánicas. Estas fibras son tenaces, tienen una buena estabilidad térmica y química y la

máxima resistencia específica entre todas las fibras actuales, lo que hace que sea la fibra de elección en aplicaciones tales como depósitos presurizados en aeronáutica. Los aspectos negativos del kevlar podrían resumirse en una mala resistencia a compresión y gran absorción de humedad (hasta un 5 %) causando problemas de durabilidad en la interfase fibra/matriz.

Fibras de boro: Se obtiene por depósito de boro en fase vapor, sobre un filamento de wolframio (o sílice) a 1300 °C con diámetros de unas centésimas de mm y en atmósfera de hidrógeno para eliminar contaminantes superficiales. En el reactor se obtiene el boro por reacción del tricloruro según la reacción:



Depositándose el boro sobre el alambre. Así se obtienen filamentos de 0,1 a 0,2 mm de diámetro, en los que el boro queda bien adherido al wolframio a través de boruros de wolframio (WB, W2B5, WB4). La calidad de las fibras de boro depende del diámetro, forma y composición del hilo, de las condiciones del reactor y de la uniformidad de la fibra obtenida.

Las propiedades más relevantes de la fibra de boro son una excelente rigidez por unidad de masa y una buena conductividad térmica. Actualmente se utilizan sobre todo en M.C. de matriz metálica. (<http://www.axomaga.com>, 2009).

1.3 Fibra de carbono

Las fibras de carbono fueron utilizadas por Edison en el siglo XIX como filamentos para bombillas. La investigación que dio resultado el uso de las fibras de carbono en los materiales compuestos modernos, se atribuye a los trabajos de principios de los años sesenta de Shindo en Japón, Watt en Inglaterra y Bacon y Singer en los Estados Unidos. Aunque se ha investigado una gran cantidad de materiales como precursores de la fibra de carbono, el poliácronitrilo (PAN), una mesofase de alquitrán y la celulosa (en orden decreciente de uso actual), son los tres precursores que actualmente se utilizan para fabricar las fibras de carbono.

Las fibras que están basadas en el PAN tienen diámetros que oscilan entre 5 y 7 μm , y aquellas cuyo precursor es el alquitrán están basadas entre 10 y 12 μm .

El poliacrilonitrilo es el precursor más común utilizado actualmente para obtener fibras de carbono, y generalmente no es PAN al 100%. Normalmente, es un copolímero que contiene metil acrilato, metil metacrilato, vinil acetato, ácido itanónico, o cloruro de vinilo. El PAN (o su copolímero) es hilado utilizando la técnica de hilado húmedo (la técnica de hilado fundido se ha desarrollado también para el hilado del PAN).

Las fibras se estabilizan en el aire a temperaturas de 200 a 300 $^{\circ}\text{C}$ mientras están siendo alargadas para inducirles la orientación molecular requerida para alcanzar un alto módulo. Entonces, las fibras estabilizadas son carbonizadas a temperaturas superiores a los 1.000 $^{\circ}\text{C}$ en nitrógeno. Se puede utilizar un tratamiento térmico con temperaturas hasta los 3.000 $^{\circ}\text{C}$ para obtener módulos mucho más elevados. El módulo axial de la fibra se incrementa en el tratamiento térmico de temperatura. Los tratamientos térmicos con temperaturas superiores a los 2.000 $^{\circ}\text{C}$ se llevan a cabo en una atmósfera inerte.

La fibra de carbono también se puede preparar mediante la técnica de deposición química de vapor (CVD). En la figura 1.3 se muestra un esquema de la conversión de la mesofase de alquitrán y la del PAN en fibra de carbono. La mesofase líquida cristalina de alquitrán se utiliza para obtener fibras de carbono de alto módulo. Petróleo, carbón mineral, y poli (cloruro de vinilo) son las fuentes comunes del alquitrán utilizado para obtener las fibras de carbono.

La fibra de carbono es un material excepcional para las aplicaciones de estructuras sometidas a cargas repetitivas o fatiga ya que es el único material conocido cuyas propiedades mecánicas apenas son sensibles a la aplicación de una carga cíclica. También en lo que se refiere a su comportamiento en condiciones estáticas, sus propiedades son muy elevadas tanto en las fibras de alto módulo como en las de alta resistencia.

Su densidad es baja (1.6 kg/dm^3), lo cual implica que sus propiedades mecánicas específicas o por unidad de peso sean excepcionalmente elevadas.

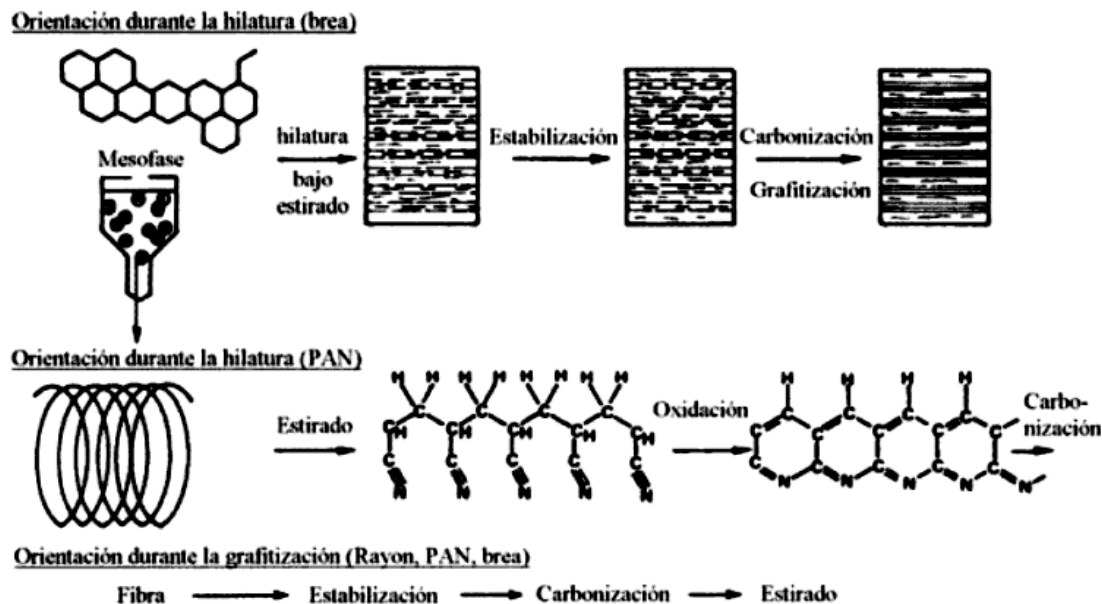


Figura 1.3. Diagrama de los esquemas de carbonización para las mesofases de alquitrán y PAN

Su coste, más elevado que el de las fibras de vidrio, está bajando drásticamente, debido al aumento de la demanda, al ser aplicado en numerosos sectores productivos además del aeroespacial: deporte, transporte terrestre, marina, etc. Su incorporación junto con fibra de vidrio o aramida (materiales híbridos) presentan grandes expectativas, al presentar las tres fibras propiedades complementarias.

Entre las fibras de carbono de bajo costo de uso actual se pueden citar las siguientes: Fortadil 510-80K, Toray S 400-70K, Zoltek Panex 33-48K, Graphi 34-48K, Toray T700-24K, Toray T600-24K, Tenax HTS 5631-24K y Tenax STS 5631-24K. Como se aprecia en la nomenclatura de estas fibras, las mechas están compuestas por un número muy elevado de filamentos, desde 24 000 hasta 80 000, valores muy superiores a las mechas estándar que suelen tener entre 5 000 y 12 000. Este es el motivo del bajo costo.

Las fibras de carbono que tienen módulo relativamente bajo (<70 GPa) y una baja resistencia a la tracción (<1 GPa), también son producidas a partir de alquitrán isótropo. Estas fibras de bajo módulo se pueden transformar en fibras de alto módulo mediante tracción de grafitización. Sin embargo, este método de fabricar fibras de carbono de alto módulo es bastante costoso.

En las fibras de carbono altamente orientadas de alto módulo la estructura es gráfica, mientras que las fibras de bajo módulo obtenidas a partir de alquitrán y las fibras de módulo intermedio obtenidas de rayón y de PAN tienen estructuras de grafito turboestrático. En el esquema de la figura 1.3 se puede observar la estructura supermolecular de una fibra de carbono de módulo intermedio. El coeficiente de expansión térmica (CTE) de las fibras de carbono posee una significativa variación no lineal con la temperatura. La conductividad térmica aumenta con el aumento de la perfección del cristal. Poseen una estabilidad relativamente baja a la termo-oxidación, pues el análisis termo gravimétrico de las fibras de carbono en aire da el comienzo de degradación entre los 500 y 700 °C.

Los recubrimientos resistentes a la oxidación tales como el óxido de boro o el carburo de silicio se pueden aplicar sobre la superficie de la fibra de carbono si se desea una estabilidad más elevada a la termo-oxidación. En atmósfera inerte o en nitrógeno, las fibras de carbono pueden soportar temperaturas mucho más elevadas. Pueden ser intercaladas con halógenos y con algunos metales alcalis como el Na, K, y Cs, para introducirles algún tipo de propiedad a las fibras como la conductividad eléctrica.

Para realizar modificaciones en la superficie de las fibras de carbono, se pueden utilizar tratamientos de plasma, tratamiento oxidativo en aire u oxígeno y tratamiento de ácido nítrico. Las fibras de carbono también han sido encoladas con polímeros orgánicos como el polidivinilbenceno, poliamida, poliimida y organosiliconas. La técnica de implementación de un ión también se puede realizar con las fibras de carbono para modificar la superficie. Algunas de las características más representativas de las fibras de carbono son la elevada resistencia específica y rigidez, bajo coeficiente de expansión térmica y baja abrasión, inercia biológica y química, permeabilidad a los rayos X y a las ondas electromagnéticas, resistencia a

la fatiga, auto lubricación, elevada amortiguación, elevada resistencia a al corrosión y alta conductividad eléctrica.

Las fibras de carbono son anisótropas, y la anisotropía de las fibras se incrementa al aumentar el módulo axial. La estructura de las fibras de carbono de alto módulo obtenidas a partir de alquitrán es altamente gráfica (ordenamiento de forma de láminas), mientras que el ordenamiento en forma de láminas no se observa en las fibras de carbono obtenidas a partir de PAN o rayón. Las fibras de carbono de módulo muy elevado (>800 GPa), se obtienen de la mesofase de alquitrán.

1.3.1. Tipos de fibra de carbono

A partir de las temperaturas del tratamiento de calentamiento, se han identificado tres tipos diferentes de fibra de carbono:

- La fibra de carbono de alto módulo (HM) es la más rígida y requiere la mayor temperatura de tratamiento.
- La fibra de carbono de alta resistencia (HR) es la más fuerte y se carboniza a la temperatura que proporciona la mayor resistencia tensil.
- El último tipo de fibra de carbono (III) es la más barata; la rigidez es menor que en las anteriores pero la asistencia es buena. Este tipo tiene la temperatura más baja de tratamiento.

1.3.2. Propiedades de la fibra de carbono

Se distinguen por sus características específicas elevadas, (tabla 1.1). Las fibras HM tienen un módulo específico 70 veces superior al de las aleaciones de aluminio.

Tabla 1.1 Propiedades de diferentes fibras de carbono provenientes de PAN
(Miravete A., 2004)

Designación	Alta resistencia (HR)	Alto módulo (HM)	III
Diámetro de hilo (μm)	8	7	7-8
Densidad (Kg/m^3)	1740-1760	1810-1870	1820
Módulo de elasticidad (GPa)	230	390	290
Resistencia a tracción (GPa)	2,6-5	2,1-2,7	3,1
Elongación a la rotura (%)	2	0,7	1,1
Módulo específico	130	210	160
Coefficiente expansión térmica ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	2,56	2,56	2,56

- Tienen un coeficiente de dilatación muy bajo, lo que permite una gran estabilidad dimensional a las estructuras y una conductividad térmica elevadas.
- Alta rigidez específica y gran resistencia.
- Tienen una resistencia a la fatiga asombrosa, la más elevada hasta ahora conocida.
- Su resistencia al roce es muy baja, lo que condiciona su manipulación.
- No presenta plasticidad, el límite de rotura coincide con el límite elástico.
- Tienen los inconvenientes del costo, la baja resistencia al impacto de baja energía y las diferencias de potencial que engendran al contacto con los metales, que pueden favorecer corrosiones de tipo galvánico.

1.3.3. Fabricación de la fibra de carbono

Las fibras de carbono se fabrican mediante pirolisis controlada y ciclización de precursores de cierta fibra orgánica, el más común de los cuales es el precursor poliacronitrilo (PAN) y el alquitrán; el primero es una fibra sintética y el segundo se obtiene por destilación destructiva del carbón. Existe otro precursor de fibra de carbono que se deriva de materiales provenientes de la celulosa, el rayón.

Precusores de Rayón, como se ha comentado se derivan de materiales provenientes de la celulosa. Actualmente apenas se utilizan, debido a que en el proceso de fabricación, al llegar a la carbonización, se pierde un 75% de la masa de fibra y resulta un proceso mucho más caro que el resto.

Precusores del alquitrán, (figura 1.4), basados en brea o en cloruro de polivinilo (PVC). Las fibras de carbono que derivan de estos precursores son relativamente más baratas ya que tienen una transformación más efectiva que los anteriores precursores.

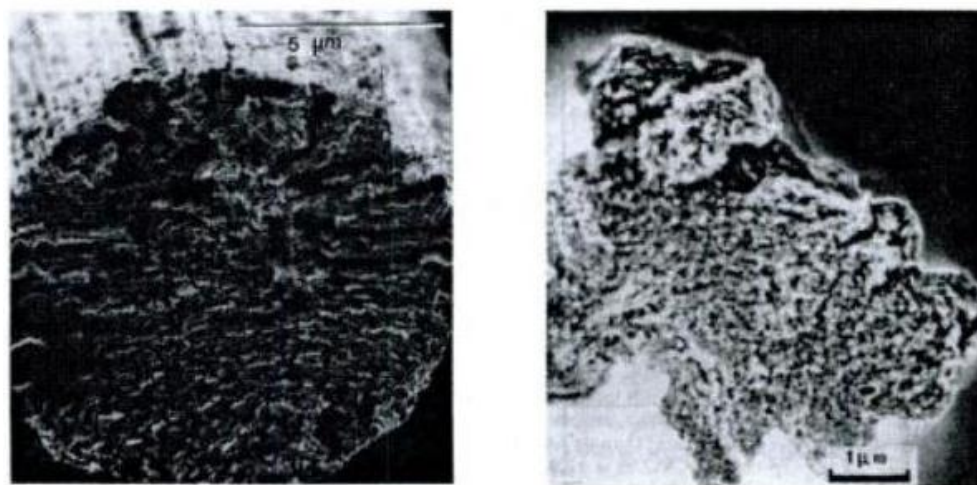


Figura 1.4. Fibra de carbono proveniente de precursor de alquitrán
(Miravete A., 1988,1990)

Precusores PAN, ya se ha dicho que son la base para la mayoría de las fibras de carbono comerciales en la actualidad. La conversión en fibra de carbono al final del proceso de transformación, está entre el 50 y el 55%, (figura 1.5).

Cada tipo de precursor tiene su técnica de procesado pero en general todos siguen una misma secuencia, tomando como base un proceso de fabricación cuyo precursor es el PAN, se pueden distinguir las siguientes etapas: estabilización, carbonización, grafitización y tratamiento de superficie.

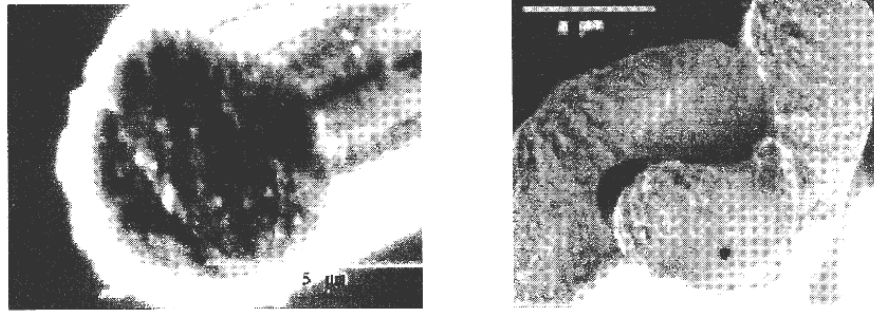


Figura 1.5 Fibra de carbono proveniente de precursor PAN

- A) Estabilización.** En el primer paso de la fabricación de la fibra de PAN (estabilización), un filamento de copolímero de poliacrilonitrilo (PAN) es estirado y pasado a través de un horno de oxidación a baja temperatura para adquirir estabilidad dimensional. Este paso suele denominarse infusible.
- B) Carbonización.** En el siguiente paso de carbonización la estructura interna del polímero se convierte a una alta temperatura más alta (800 °C bajo una atmósfera inerte) en lazos de anillo hexagonales de carbono continuo. Durante el período de calentamiento, muchos elementos diferentes del carbono desaparecen y los cristales de carbono se orientan a lo largo de toda la longitud de la misma.
- C) Grafitización.** En el siguiente tratamiento de calentamiento a más altas temperaturas por encima de 2000 °C (grafitización), el tamaño de los cristales de carbono aumenta y mejora la orientación de los cristales de la fibra.
- D) Tratamiento de superficie.** Finalmente, la fibra pasa a través de una cámara de tratamiento de superficie para promover la adhesión de la fibra.

Otros pasos serían el acabado y el empaquetado, en función de la presentación industrial, para facilitar el manejo de la fibra.

Los pasos de procesamiento para la fibra de precursor de alquitrán son similares, salvo en el paso inicial, en que la fibra se derrite a partir del alquitrán procesado isótropo o anisótropo.

El tamaño y orientación de los cristales, la porosidad de la fibra y su impureza son los principales factores que afectan a las propiedades físicas finales del filamento.

Cuando el tratamiento de calentamiento para la fibra de carbono aumenta, el módulo de elasticidad crece exponencialmente a lo largo de todo el rango de temperatura; el motivo es que la cristalinidad de la fibra aumenta hasta un valor máximo hacia los 1.600 °C y entonces cae hasta un valor constante, mientras la temperatura sube hasta el valor más alto utilizado.

1.3.4. Presentaciones industriales de la fibra de carbono

Son disponibles en diversas presentaciones:

- **Mechas** (500- 100.000 filamentos) y **Roving** (fibra para hilar) (figura 1.6).
- **Tejidos** (unidireccionales o multidireccionales) (figuras 1.7 y 1.8).
- **Pre impregnados** con resina epoxi. (Handbook of composites, 1982).

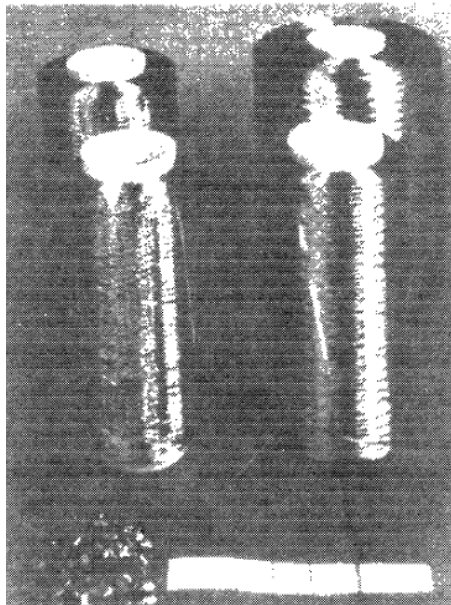


Figura 1.6 Roving de carbono

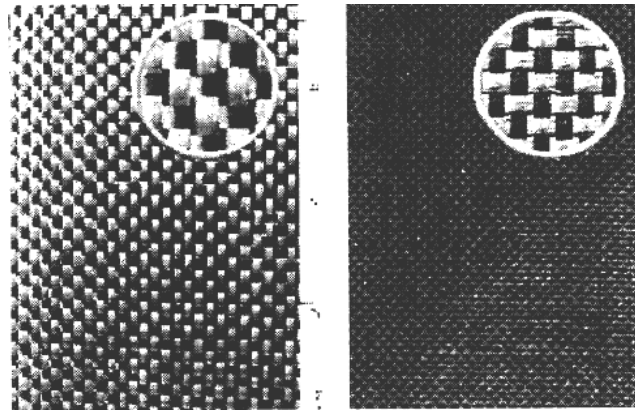


Figura 1.7 Tejidos de carbono con diferentes ppi (punzadas por pulgada) y, por tanto diferente tamaño de mecha

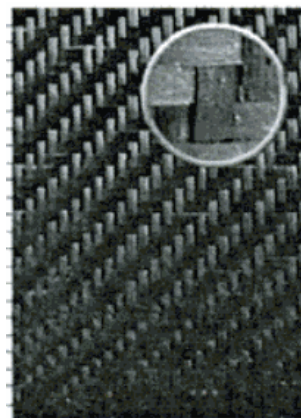


Figura 1.8 Tejido de carbono híbrido carbono-aramida.

1.3.5. Condiciones de almacenamiento

Las fibras de carbono son poco resistentes al roce y al impacto de baja energía, y en función de su presentación, a la temperatura. Es recomendable tener mucha precaución en su manejo.

En el caso de un pre impregnado deberá guardarse en una cámara frigorífica, de forma que sus propiedades no se alteren por un aumento de temperatura. Para los tejidos e hilos es válido lo señalado previamente para las condiciones de almacenamiento de la fibra de vidrio. (Miravete A., 2003).

1.4 Técnicas de caracterización

1.4.1 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido es una técnica termoanalítica que se usa para monitorear los cambios en la energía térmica asociados con las transformaciones físicas y químicas de los materiales como función de la temperatura. Por ejemplo, transiciones de una estructura cristalina a una estructura amorfa en un sólido, reacciones químicas, etc. En ambas transformaciones, el calor es liberado o absorbido. (Rodríguez P., San Martín M.E. y González de la Cruz G., 2001).

Es la técnica más común para determinar transiciones de fase en compuestos inorgánicos, polímeros y alimentos. El método consiste en proporcionar un flujo de calor, a velocidad constante, a la muestra y un material de referencia de composición conocida que se sabe no sufre cambios en el intervalo de temperaturas en que van a hacerse las determinaciones. La transmisión de calor ha de ser instantánea, por eso se trabaja con muestras muy pequeñas. Las muestras se colocan en crisoles que pueden ser cerrados herméticamente, lo que impide que se produzcan cambios de humedad.

Esta técnica se utiliza para detectar cambios endotérmicos o exotérmicos que ocurren durante una medida dinámica en función de la temperatura. Las transiciones de primer orden producen picos (figura 1.9) y las de segundo orden saltos (figura 1.10) en el flujo de calor. La integración de los picos, corregida teniendo en cuenta la velocidad de calentamiento y la cantidad de muestra analizada, proporciona el calor latente de la transición, y la temperatura a la que ésta ocurre puede determinarse como se muestra en la figura 1.9. La figura 1.10 muestra la forma de obtener la temperatura de transición vítrea y el cambio en la capacidad calorífica.

Los termogramas normalmente se obtienen calentando, aunque si lo que interesa es determinar la temperatura a la que se inicia una transición que ocurre al enfriar una muestra, como la congelación, habrá que operar al revés. La velocidad a la que se realiza el barrido de temperaturas es importante, puesto que las transiciones de fase suponen cambios en la movilidad y ordenación molecular y, por lo tanto, los barridos programados han de permitir

que se produzcan los cambios deseados. Por ejemplo, en un proceso de congelación, enfriamientos demasiado rápidos pueden no dar tiempo a que se produzca la ordenación de las moléculas en la estructura que caracteriza a los cristales, obteniéndose en ese caso un líquido subenfriado. (Navarrete Martínez N., 1998).

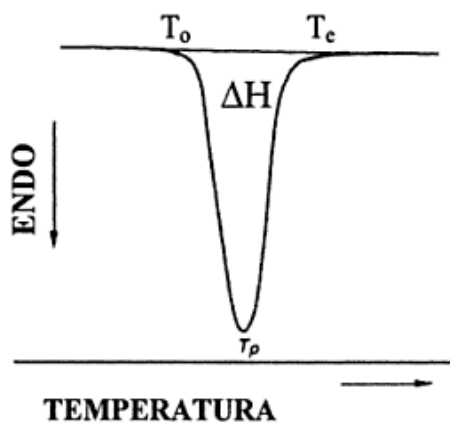


Figura 1.9 Representación esquemática de un termograma mostrando un endotermo correspondiente a una transición de primer orden como la fusión (T_o = temperatura de inicio de la transición; T_p = temperatura en el pico; T_c = temperatura final de la transición)

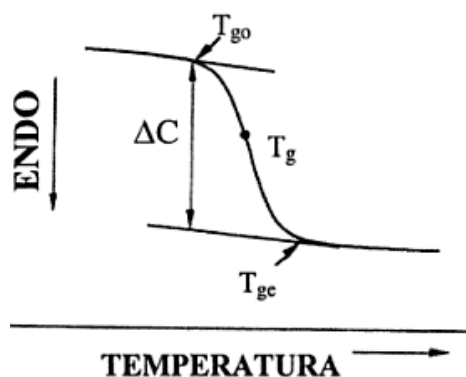


Figura 1.10 Representación esquemática de un termograma obtenido por DSC correspondiente a una transición de segundo orden como la transición vítrea (T_{go} = temperatura de inicio de la transición vítrea; T_g = temperatura del punto medio; T_{gc} = temperatura final de la transición).

1.4.2 Análisis Mecánico Dinámico (DMA)

El análisis mecánico dinámico, también conocida como DMA, es una técnica en la que se aplica una pequeña deformación a una muestra de manera cíclica. Esto permite que la respuesta de los materiales al estrés, la temperatura, la frecuencia y otros valores sean estudiados. El término también se utiliza para referirse al analizador que realiza la prueba. DMA también se llama DMTA para Análisis Térmico Mecánico Dinámico.

El DMA funciona aplicando una deformación sinusoidal a una muestra de geometría conocida. La muestra puede someterse mediante un esfuerzo controlado o una tensión controlada. Para un esfuerzo conocido, la muestra se deformará a cierta cantidad. En DMA esto se hace sinusoidalmente. Qué tanto se deforma está relacionada con su rigidez. Un motor de fuerza se utiliza para generar la onda sinusoidal y esto es transmitido a la muestra a través de un eje de accionamiento. Una preocupación ha sido siempre el cumplimiento de este eje de accionamiento y el efecto de cualquier estabilizador para mantenerlo en su posición.

El DMA mide la rigidez y el amortiguamiento, éstos son reportados como módulo y tangente delta. Debido a que se aplica una fuerza sinusoidal, se puede expresar el módulo de almacenamiento como un componente en fase y el módulo de pérdida un componente fuera de fase, (figura 1.11). El módulo de almacenamiento, también E' o G' , es la medición del comportamiento elástico de la muestra. La relación del módulo de pérdida con el módulo de almacenamiento es el tangente delta y es a menudo llamado amortiguamiento. Esta es una medición de disipación de energía de un material. (PerkinElmer Inc., 2008).

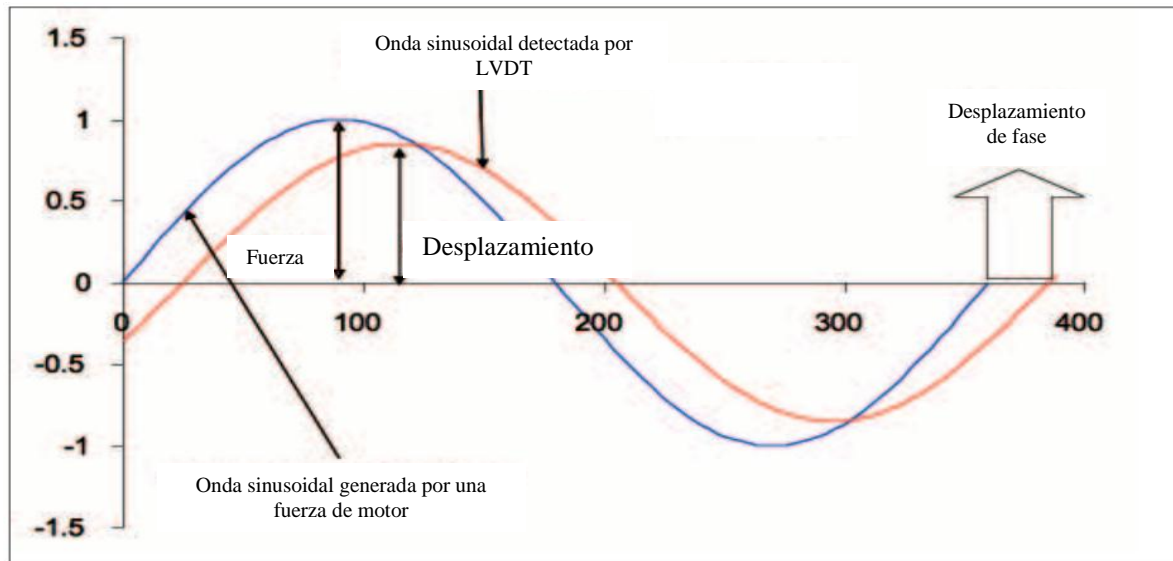


Figura 1.11 La relación del esfuerzo sinusoidal aplicado a la tensión es mostrada, con la fase de retardo y deformación resultante.

(<http://www.perkinelmer.com>, 2008)

1.4.3 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido permite la observación y caracterización superficial de materiales orgánicos e inorgánicos en escalas nanométricas y micrométricas; además de tener la capacidad de obtener imágenes tridimensionales de superficies en un amplio rango de materiales debido a que tiene una alta resolución y una gran profundidad de campo. El mayor uso de la microscopía electrónica de barrido es el de obtener imágenes topográficas a muy altas magnificaciones. (<http://www.cyti.com.mx/sem.asp>, 2012)

El SEM, utiliza electrones en lugar de luz para formar una imagen. Para lograrlo, el equipo cuenta con un dispositivo (filamento) que genera un haz de electrones para iluminar la muestra y con diferentes detectores se recogen después los electrones generados de la interacción con la superficie de la misma para crear una imagen que refleja las características superficiales de la misma, pudiendo proporcionar información de las formas, texturas y composición química de sus constituyentes. Presenta la ventaja, frente a las demás técnicas, de poder observar el sector que se está analizando, así como la posibilidad de obtener imágenes de dicha zona. Las muestras se preparan de forma seca, sólida y conductora de corriente

eléctrica. Las muestras aislantes son recubiertas con una película delgada de un material conductor (C, Au, Cr) y existe la posibilidad de perder información al recubrir la superficie de la muestra. (<http://www.icmm.csic.es>, 2012)

1.4.4 Pruebas mecánicas de tensión

Se denomina prueba de tensión al ensayo que permite conocer las características de un material cuando se somete a esfuerzos de tracción., (figura 1.12). El objetivo es determinar la resistencia a la rotura y las principales propiedades mecánicas del material que es posible apreciar en el diagrama carga-deformación. Estas propiedades son Limite elástico, Punto de fluencia, Limite de fluencia, Resistencia a la fatiga y Punto de fractura.

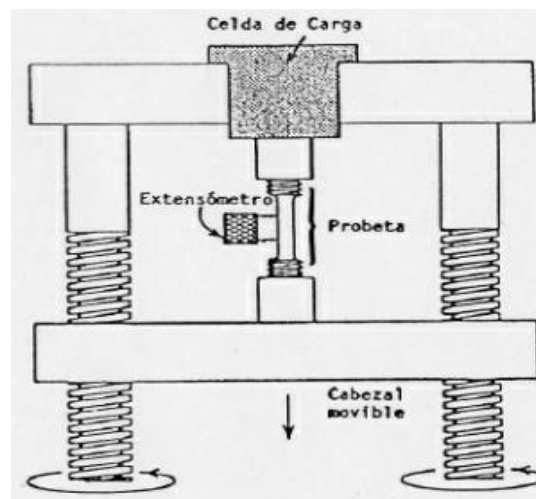


Figura 1.12 Prueba de tensión

Las propiedades fundamentales de los materiales son:

Cohesión: Es la resistencia que oponen los átomos a separarse unos de otros.

Elasticidad: Es la capacidad que tienen los materiales de recuperar su forma original, cuando cesa la causa de la deforma.

Plasticidad: Es la capacidad que tienen los materiales de sufrir deformaciones permanentes sin que se fracturen. (<http://es.scribd.com/PRUEBAS-MECANICAS>, 2008).

El ensayo de tensión consiste en estirar una muestra (probeta) maquinada bajo ciertos requerimientos a una velocidad de deformación constante hasta su rotura; midiéndose como una variable dependiente, la carga necesaria para producir una deformación de la probeta. (Ver figura 1.13).

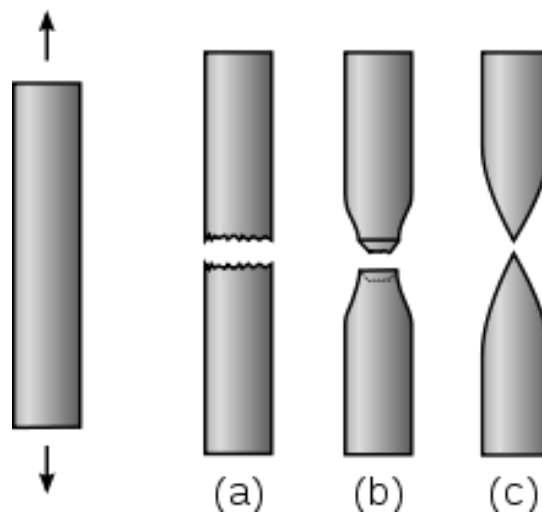


Figura 1.13 Esquema de la respuesta de una barra cilíndrica de metal a una fuerza de tracción de dirección opuesta a sus extremos. (a) Fractura frágil. (b) Fractura dúctil. (c) Fractura totalmente dúctil.

Con los resultados obtenidos se grafica una curva de carga contra elongación (figuras 1.14 y 1.15) que generalmente se registra como valores de esfuerzo y deformación unitaria.

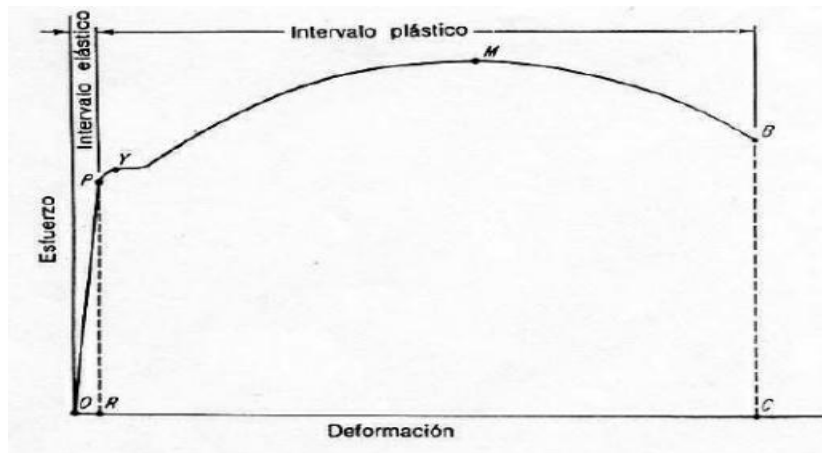


Figura 1.14 Curva de esfuerzo contra deformación (límite elástico).

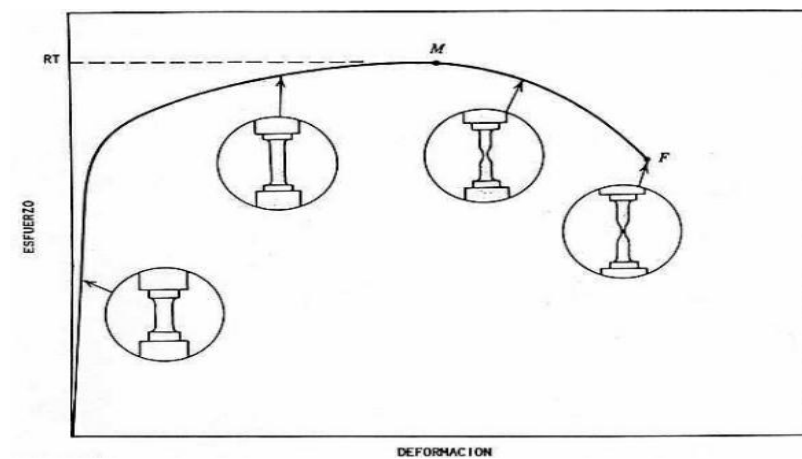


Figura 1.15 Curva de esfuerzo contra deformación (índice de ruptura).

El esfuerzo y la deformación de uso en ingeniería se definen mediante las siguientes ecuaciones:

a) Límite elástico: Es el punto máximo hasta donde el material a ensayar presenta un comportamiento elástico.

$$\sigma = E\xi$$

σ : Esfuerzo

ξ : Deformación

E: Módulo de Young o de Elasticidad

b) Punto de cedencia o fluencia: Es el punto donde el material sufre una deformación sin que se incremente el esfuerzo.

La deformación indica qué tanto se deforma cada unidad de longitud del metal para cierto esfuerzo aplicado. Si la pieza metálica tiene una longitud de 10 plg se multiplica la deformación (unitaria) por 10 para determinar el valor total de la variación de longitud de la pieza, suponiendo que se deforme uniformemente. (Ver figura 1.16).

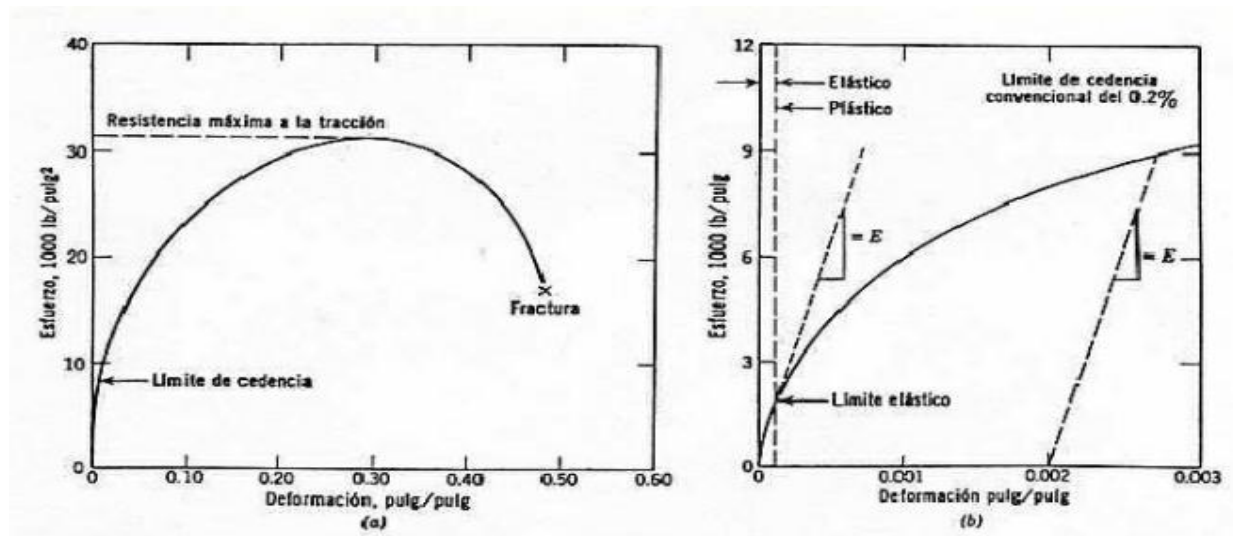


Figura 1.16 Curva de esfuerzo contra deformación.

En lo que se refiere a las unidades, se suele utilizar la libra-fuerza por pulgada cuadrada (psi) y el mega pascal (MPa) para el esfuerzo. Las unidades para la deformación pueden ser plg/plg, cm/cm, o bien m/m.

c) Resistencia mecánica: Corresponde a la carga máxima que puede soportar un material antes de quebrantarse.

$$RT = \frac{\text{Carga Máxima}}{\text{Área Inicial}} = \frac{P_{\max}}{A_0} \qquad L.E. = \frac{\text{Carga de Cedencia}}{\text{Área Inicial}} = \frac{P_{\text{ced}}}{A_0}$$

Donde RT = Resistencia máxima a la tracción

y L.E. = Límite elástico

$$\% \text{ Elongación} = \frac{l_f - l_o}{l_o} \times 100 \quad \% \text{ Reducción Area} = \frac{A_o - A_f}{A_o} \times 100$$

Donde A_o es el área original de la sección transversal de la muestra antes de iniciar la prueba, l_o es la distancia original entre las marcas de calibración y l es la distancia entre las marcas después de aplicar la fuerza F . Para representar los datos de un ensayo de tensión se utiliza normalmente la curva esfuerzo-deformación.

1.4.5 Pruebas de Impacto

Es una prueba dinámica que permite predecir en cierta forma el comportamiento dúctil o frágil de un material a una temperatura específica. Si el ensayo se realiza sobre un intervalo de temperaturas (de temperatura ambiente a menores) determina el rango de la temperatura de transición dúctil-frágil de un material.

El ensayo determina la energía absorbida por una probeta (ranurada) durante su fractura; esto se denomina, como tenacidad del material. Se tienen dos tipos de ensayo de impacto referidos como Charpy e Izod. El ensayo de impacto Charpy emplea probetas con tres tipos de ranuras: en “V”, “ojo de cerradura” y en “U”; mientras que el de tipo Izod sólo utiliza la ranura en “V”.

Las máquinas utilizadas para el ensayo de impacto (figura 1.17) consisten fundamentalmente de un péndulo provisto de un martillo que se eleva hasta una altura h . La probeta se coloca en la vertical del eje de giro del péndulo, en un soporte adecuado (figura 1.18). Al liberar el péndulo, cae y rompe la probeta, ascendiendo hasta una altura h . La energía absorbida durante la rotura se expresa en Joules (J) ó ft-lb. (<http://es.scribd.com/TIPOS-DE-ENSAYOS>, 2008).

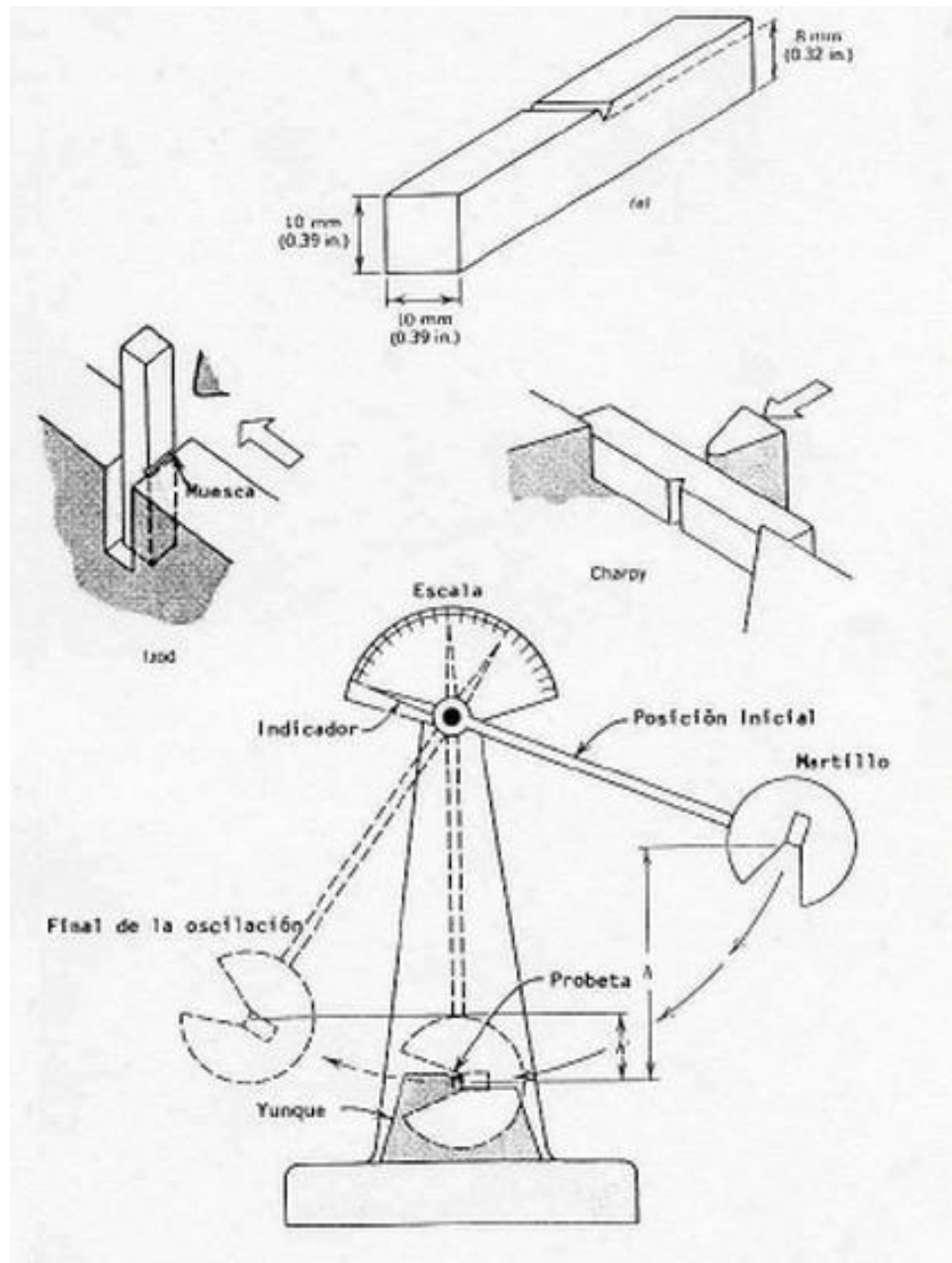


Figura 1.17 Ensayo Charpy e Izod

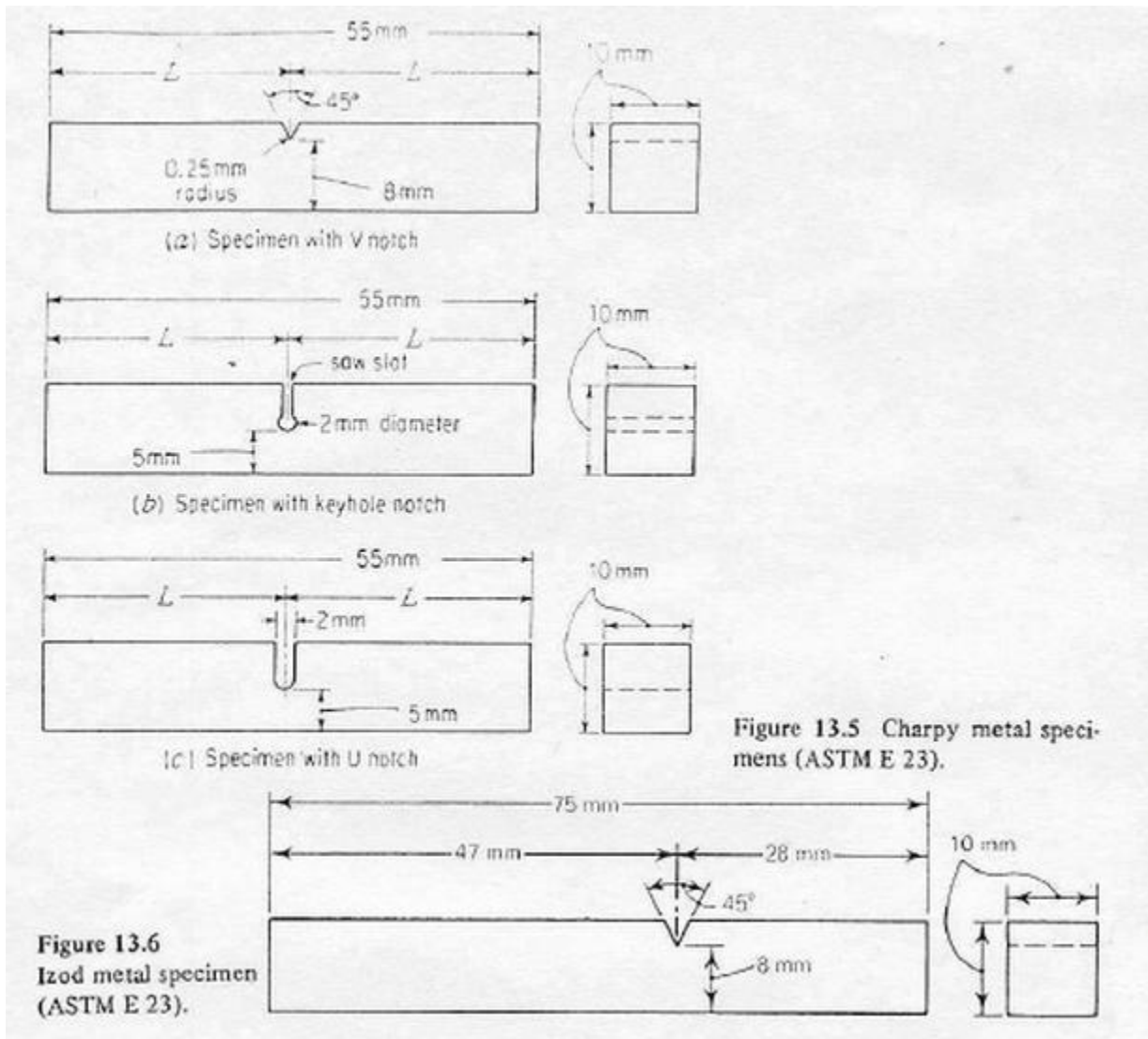


Figura 1.18 Dimensiones de una probeta de metal.

2. Metodología

2.1 Materiales

Los materiales empleados para la elaboración de los compósitos son los siguientes:

Polipropileno

El polipropileno (PP) es un termoplástico semicristalino adquirido con la compañía Indelpro con código XH1760. Las propiedades del material se muestran en la tabla 2.1.

Tabla 2.1. Características del polipropileno

Propiedad	Valor
Temperatura de fusión	173 °C
Temperatura de degradación	286 °C
Índice de fluidez	3.0 dg/min
Resistencia a la tensión	35 MPa
Módulo de flexión	1500 MPa
Alargamiento en el punto de cedencia	11 %
Densidad	0.90-0.93 gr/cm ³

Fibra de carbono

La fibra de carbono (FC) es una fibra micrométrica de poliácronitrilo (PAN), fue adquirida con la compañía Asbury Carbons y las características se presentan en la tabla 2.2.

Tabla 2.2 Características de la fibra de carbono

Propiedad	Valor
Grado	AGM-99
Diámetro	7-9 micrones
Densidad	1.79-1.85 gr/cm ³
Carbón	>99%
Esfuerzo de tensión	3600-3900 MPa
Módulo de Young	220-260GPa
Resistividad	0.0014 ohm-cm
Longitud	150 micrones (molida)

La fibra de carbono tiene un diámetro y longitud promedio de 9 y 150 micrones respectivamente, ver figura 2.1.

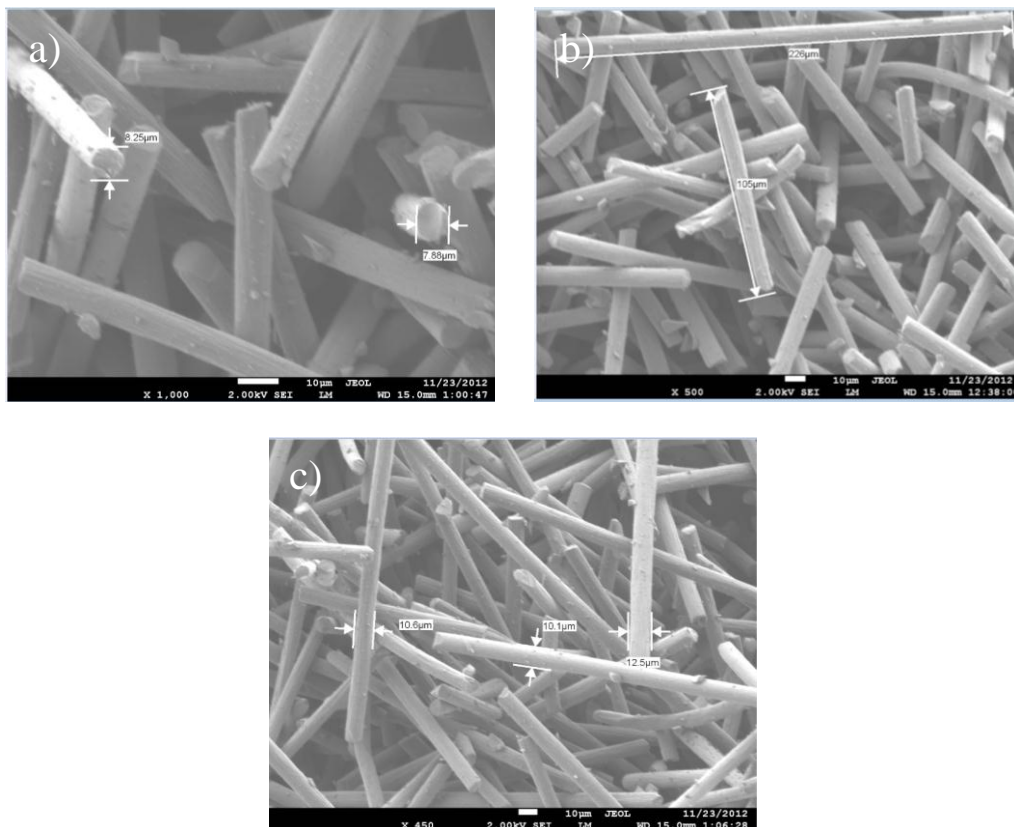


Figura 2.1 Micrografías electrónicas de barrido de la fibra de carbono: a) diámetro (x1000), b) longitud (x500) y c) espesor (x450).

Polybond 3200

Es un material compuesto de polipropileno y anhídrido maleico, en la tabla 2.3 se observan las principales características.

Tabla 2.3 Características del Polybond 3200.

Propiedad	Valor
Cantidad	1% peso
Índice de fluidez	115 gr/10 min
Densidad	0.91 gr/cm ³
Punto de fusión	157 °C

2.2 Preparación de compósitos

La preparación de las mezclas se realizó mediante el uso de un equipo de mezcla Brabender con el objetivo de mejorar la dispersión del material y que no existiera aglomeración al momento de realizar la extrusión.

El diseño de los compósitos se observa en la siguiente tabla 2.4. El número uno se refiere al polipropileno virgen para comparar el desempeño de los demás materiales, el compuesto dos fue elaborado a partir de polipropileno y anhídrido maleico (MAH), después en los compósitos del tres al cinco son aquellos sin presencia de MAH y los restantes con presencia de este.

Tabla 2.4 Diseño de compósitos.

No.	Composito	Cantidad de PP	Cantidad de FC	Cantidad de Polybond	Temperatura de extrusión y rpm
1	PP	100 gr.			200 ± 10 °C a 50 rpm
2	PP/MAH	100 gr.		5 gr.	200 ± 10 °C a 50 rpm
3	PP/1FC	100 gr.	1 gr.		200 ± 10 °C a 50 rpm
4	PP/3FC	100 gr.	3 gr.		200 ± 10 °C a 50 rpm
5	PP/5FC	100 gr.	5 gr.		200 ± 10 °C a 50 rpm
6	PP/1FC/5MAH	100 gr.	1 gr.	5 gr.	200 ± 10 °C a 50 rpm
7	PP/3FC/5MAH	100 gr.	3 gr.	5 gr.	200 ± 10 °C a 50 rpm
8	PP/5FC/5MAH	100 gr.	5 gr.	5 gr.	200 ± 10 °C a 50 rpm

2.3 Preparación de compósitos mediante mezcladora Brabender

En primer lugar se mezclaron los materiales en el equipo con el fin de obtener materiales concentrados de polipropileno con fibra de carbono, también se mezcló en este el composito PP/5MAH.

Se pesaron los materiales para las diferentes concentraciones a utilizar y se mezclaron las sustancias en un Plastógrafo (Brabender) con flechas contra rotativas tipo “roller blades”, (figura 2.2).



Figura 2.2 Mezcladora Brabender.

En primer lugar se fundió el polipropileno en la cámara de mezcla, (figura 2.3), después se introdujo la cantidad medida de MAH y enseguida la de FC. Se realizó el mismo procedimiento para los demás compositos: introducir primero el polipropileno y luego la sustancia requerida, la fibra de carbono o simplemente el Polybond 3200.



Figura 2.3 Cámara de mezcla.

Las condiciones de operación fueron a 200 ± 10 °C, 60 rpm y un tiempo de residencia de 10 min., (figura 2.4).



Figura 2.4 Condiciones de operación y vista general del equipo.

Al final se retiró la mayor cantidad de mezcla fundida, se limpió el equipo y se procedió a moler el material ya seco en un equipo triturador, (figura 2.5).



Figura 2.5 Equipo de molienda.

2.4 Preparación de composites mediante extrusión

Se trabajó con un extrusor marca Beutelspacher mono husillo o un solo tornillo con controladores de temperatura de 4 cámaras de mezcla, se manejó a 400 rpm. En la figura 2.6 se observa el equipo, la tina de enfriamiento y la cortadora de polipropileno para darle forma de pellets al material final.



Figura 2.6 Equipo de extrusión de un solo husillo.

El equipo se trabajó a una temperatura promedio de 200 °C, pero en la figura 2.7 se observa que la temperatura no es la misma en las zonas de mezclas, debido a las resistencias o a que no se alcanza el set point deseado. Además de que el material no es sometido a una temperatura solamente, si no gradualmente hasta alcanzar la temperatura final deseada.



Figura 2.7 Temperaturas de calentamiento del extrusor.

El procedimiento de extrusión se realizó con el fin de obtener las relaciones de 0, 1, 3 y 5 partes por cien (ppc) de polipropileno con fibra de carbono (PP/FC). Para el caso de los compositos con agente de compatibilidad y para obtener el composito a 1 ppc, se introdujeron a la tolva 404 gramos de material (400 PP/ 4FC/5 MAH); cabe mencionar que la fibra de carbono ya estaba tratada con MAH pero solo se menciona para diferenciar una de otra. Para obtener el composito a 3 ppc se introdujeron 412 gramos de material (400 PP/12 FC/5 MAH) y para el de 5 ppc fueron 425 gr. (400 PP/25 FC/5 MAH). Lo mismo se realizó para los compositos de fibra de carbono sin tratar con MAH.

El tipo de tornillo utilizado para realizar la extrusión se observa en la figura 2.8, el cuál es un husillo de transporte y no tanto de mezcla. Este tipo de husillo es usado para materiales suaves como el polipropileno, ya que existen otros husillos para diferentes tipos de materiales, como es el caso del PVC, que es un material más duro y maltrata el tornillo del extrusor.



Figura 2.8 Tornillo o husillo de transporte para polipropileno.

El material es empujado a través de las zonas de mezcla hasta la salida, (figura 2.9).



Figura 2.9 Salida del material extruido.

Después el material es enfriado en la tina hasta que el hilo de polipropileno con fibra de carbono es cortado en la peletizadora, (figura 2.10). Dependiendo de las revoluciones por minuto de la cortadora el material extruido es fino o grueso, si son altas las rpm el material tiende a ser fino o delgado, si son bajas las rpm el material es grueso.

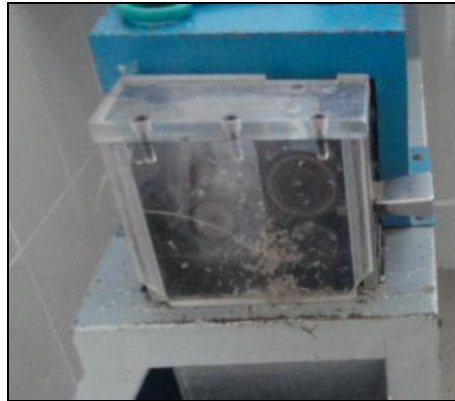


Figura 2.10 Equipo cortador.

Al final el material es almacenado en bolsas de plástico para su uso posterior, a simple vista el material no presentó una diferencia notable debido a la tonalidad oscura, pero al momento de trabajar con los compositos se observó como los de 1 ppc presentan una tonalidad más clara en comparación con las demás. A continuación se explican las caracterizaciones realizadas a los compositos.

2.5 Técnicas de caracterización

2.5.1 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

El equipo que se manejó, fue un DSC Q2000 TA Instrument, (figura 2.11), este equipo está dotado de un control programado para ascenso y descenso de temperatura. Se realizaron dos calentamientos y dos enfriamientos con incrementos de temperatura de 10°C/min en un rango de temperaturas de -30 a 200°C. Se pesaron en una balanza gravimétrica las muestras, estas deben ser de 5 a 10 mg., se encapsulan en una porta muestras de aluminio y se sellan.



Figura 2.11 Equipo DSC Q2000 y equipo de enfriamiento.

2.5.2 Análisis Mecánico Dinámico (DMA)

El análisis se realizó en el equipo DMA modelo 2980 TA Instruments, (figura 2.12). Se elaboraron las muestras conforme a la norma ASTM D4065, con una geometría de 35x12x1.6 mm de longitud, anchura y espesor respectivamente, las cuales se analizaron en un rango de temperatura de -50 a 120 °C, con una rampa de 5 °C y una frecuencia de 1Hz.



Figura 2.12 Equipo DMA 2980 y equipo de enfriamiento.

2.5.3 Microscopía Electrónica de barrido (SEM)

El análisis se desarrolló en el equipo JEOL JSM-7600TFE, (ver figura 2.13), donde se observó la dispersión de las fibras de carbono en el polipropileno en sus diferentes aplicaciones, como en los pellets, moldes de tensión e impacto; con la finalidad de comparar las técnicas de inyección, compresión y extrusión. Además, las muestras se recubrieron de oro mediante un equipo de carga de plasma POLARON SC502, (figura 2.14), ya que las fibras de carbono no conducen suficientes electrones, para llevar a cabo la prueba.



Figura 2.13 Equipo SEM JEOL JSM-7600TFE

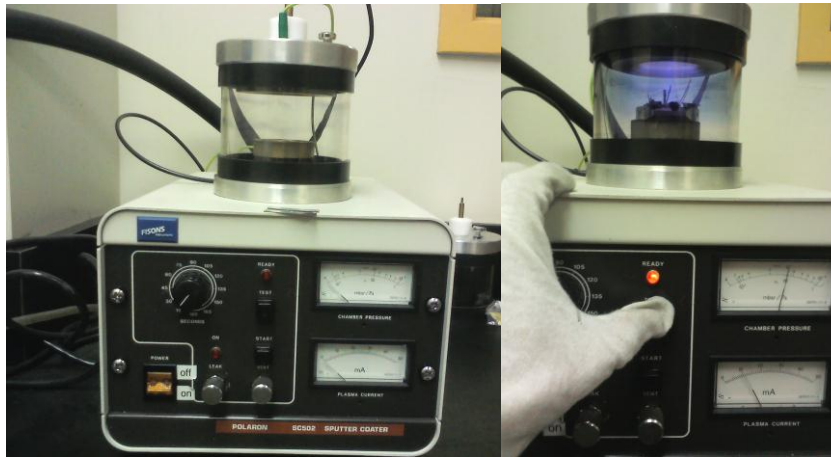


Figura 2.14 Equipo POLARON SC502

2.5.4 Pruebas mecánicas de tensión

La prueba fue conducida mediante una máquina de prueba universal Instron 3365, (figura 2.15), de acuerdo a la norma ASTM D 638-03 con extensómetro dinámico, una carga de 5 kilo-néwtones a una velocidad de 5mm/ min a temperatura ambiente donde se analizaron 3 y 5 probetas moldeadas mediante compresión de 3x3x9 mm. e inyección de 1.5x3x9 mm. respectivamente.

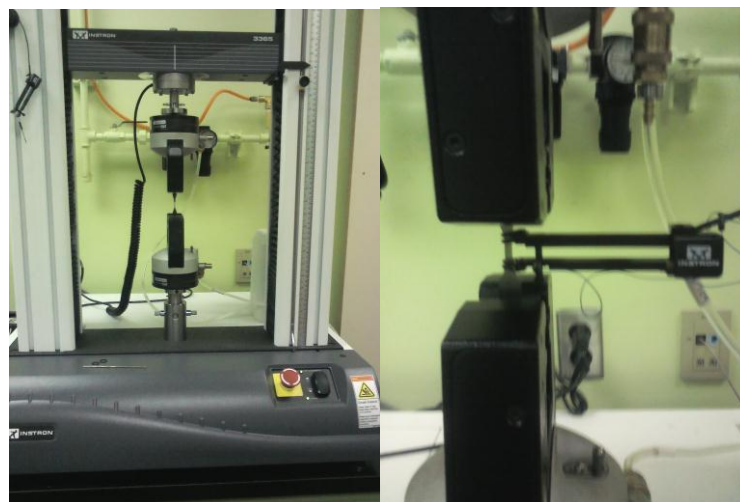


Figura 2.15 Equipo Instron 3365 con extensómetro.

2.5.5 Pruebas de Impacto

Para esta prueba se analizaron diez probetas de cada compuesto en un Impactómetro Izod CEAST, (figura 2.16), de acuerdo a la norma D 256-04 con un péndulo de 2 Joules. Se determina que una probeta sufrió una fractura completa, si se separó en dos partes, parcialmente, si permanece la parte superior pero solo de una esquina, al menos 90° ; una incompleta fractura, menos de 90° y que no sufrió fractura.

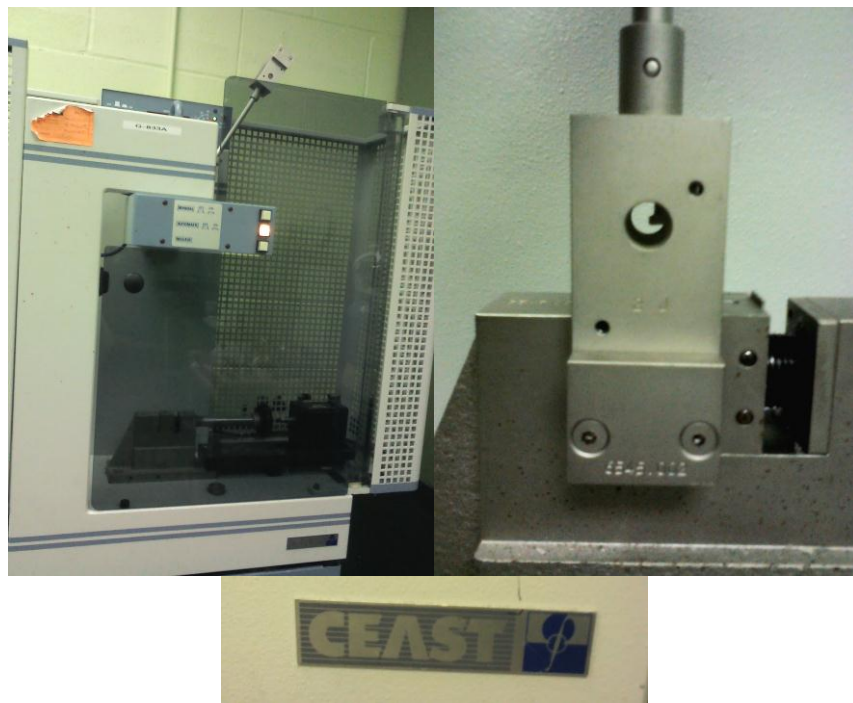


Figura 2.16 Impactómetro Izod CEAST con péndulo de 2 Joules.

3. Resultados

3.1 Análisis dinámico mecánico (DMA)

El módulo de almacenamiento de los composites de polipropileno con fibra de carbono a diferentes pesos en función de la temperatura a una frecuencia de 1Hz son mostrados en la figura 3.1. Se muestra el dato mecánico dinámico del polipropileno para propósitos de comparación. El módulo de almacenamiento (E') de los composites a 1, 3 y 5 partes por cien (ppc) de fibra de carbono es comparado con y sin anhídrido maleico. Comparándolos a -25, 25 y 75 °C se observa que la incorporación de la fibra de carbono al polipropileno aumenta hasta un 50% el esfuerzo del material.

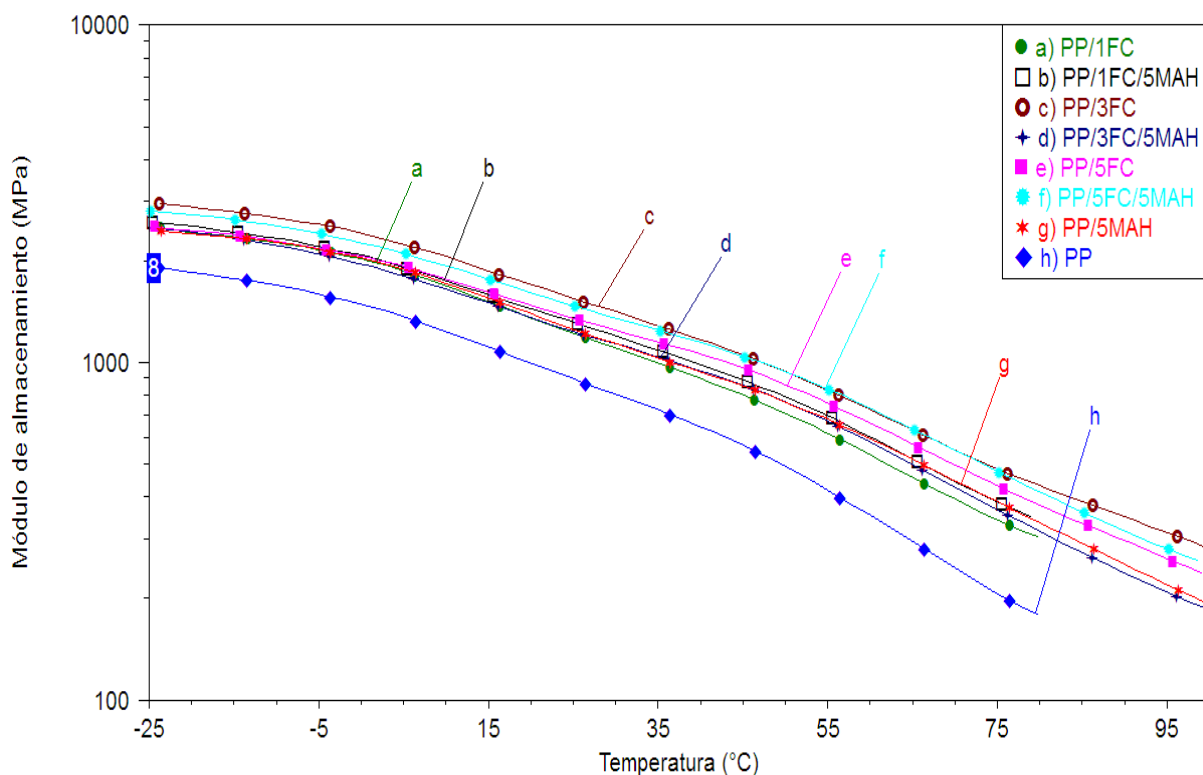


Figura 3.1 Módulo de almacenamiento (E') del PP sin carga y de los composites PP/FC con diferentes pesos y composiciones.

La gráfica del polipropileno (PP) se muestra por debajo de las demás, a -25°C el módulo de almacenamiento es 2000 MPa, 875 MPa a 25 °C y 200 Mpa a 75 °C.

Cuando el PP es reforzado con la fibra de carbono, el módulo de almacenamiento aumenta a 3000 (50%), 1500 (80%) y 400 (100%) MPa a -25, 25 y 75 °C, para el composito PP/3FC. El composito PP/5FC/5MAH presenta 2750, 1550 y 400 MPa a -25, 25 y 75 °C respectivamente, es decir, aproximadamente el mismo porcentaje que el composito de 3 ppc sin modificar. Se esperaría que cada composito con cargas similares obtuviera resultados cercanos entre sí, pero lo que si se presenta es un incremento en comparación con el PP sin relleno. Los valores de los compositos restantes son muy cercanos entre ellos, no presentan variación significativa como los descritos anteriormente. En general está gráfica demuestra como aumenta el esfuerzo del material.

El módulo de almacenamiento es mayor cuando la movilidad es limitada o restringida. Mientras la temperatura se acerca a la región de la temperatura de transición vítrea, existe una gran caída en los valores del módulo de almacenamiento indicando la transición de fase, desde el estado rígido vítreo donde las moléculas son restringidas hasta a un mayor estado flexible plástico donde las cadenas moleculares tienen una mayor libertad de movimiento. E' es la propiedad más importante a evaluar cuando se determina la capacidad que porta la carga de un material compuesto.

El módulo de pérdida (E''), de los compositos PP/FC y del PP sin relleno son presentados en la figura 3.2. El E'' del polipropileno puro aumenta con la adición de fibra de carbono para los compositos con y sin anhídrido maléico. Esto indica una mayor viscosidad del resultado de la restricción del movimiento molecular debido a la presencia de las fibras.

E'' indica la capacidad del material de disipar la energía, a menudo en forma de calor o reordenamiento molecular cuando existe una deformación. Esto indica la naturaleza viscosa del polímero (Green J., Wilkes, 1995). Mientras más fibras se incorporan, mas lento el flujo y más alto el modulo de perdida. Las curvas muestran amplios picos en los rangos de temperatura de -20 a 20 °C representando la región de transición en estado vítreo a plástico. La máxima disipación de calor por unidad de deformación ocurre a la temperatura donde E'' es máxima. Por encima de la región de transición de fase, la disminución en el módulo de pérdida es amplia, indicando un descenso en la viscosidad.

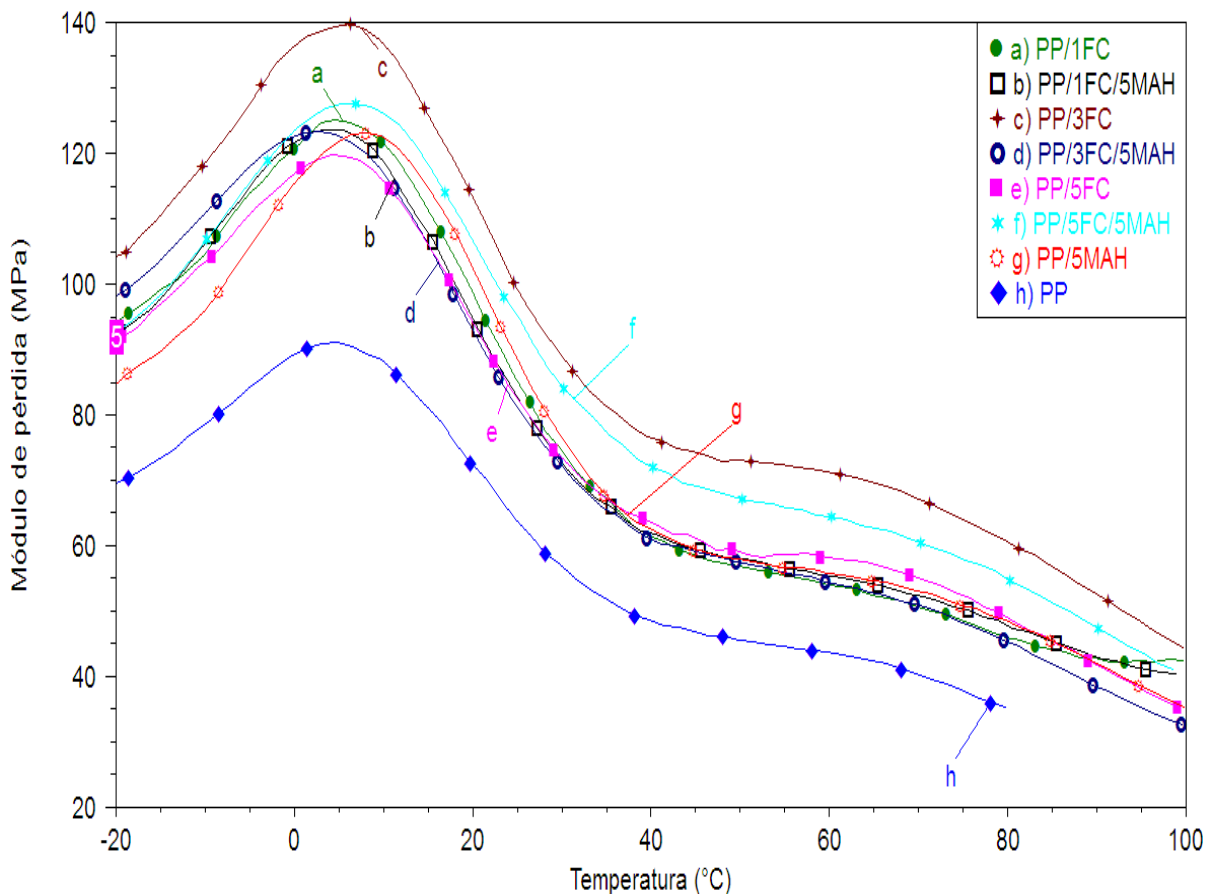


Figura 3.2 Módulo de pérdida (E'') del PP sin carga y de los composites PP/FC con diferentes pesos y composiciones.

A $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, E'' de los composites aumenta a comparación del PP puro, a 20 y $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ sigue siendo mayor el módulo de pérdida. Como se observa en la figura 3.2, a $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ el E'' de los composites PP/FC con 1, 3 y 5 ppc con y sin polybond fue aumentando a comparación del E'' del PP puro mientras el pico de temperatura del modulo de perdida es muy cercana a la T_g del composito, de ahí, puede concluirse que los composites preparados con fibra de carbono cambian el valor de T_g a una temperatura mayor.

En la figura 3.3, la grafica de las curvas de $\tan \delta$ se muestra esparcida en un rango de -10 a $30\text{ }^{\circ}\text{C}$.

De acuerdo a Harris B. y col., 1993, la incorporación de las fibras reduce la altura del pico $\tan \delta$ debido a la restricción del movimiento de las moléculas del polímero.

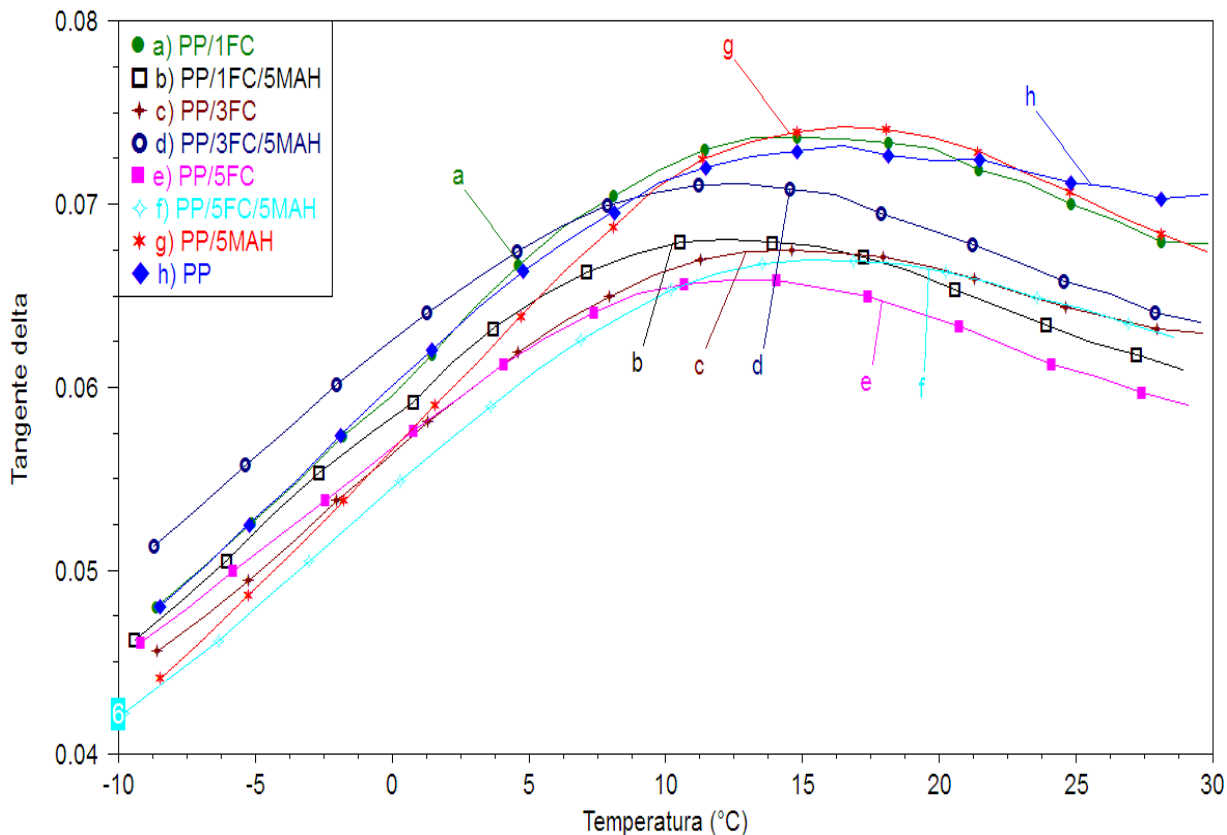


Figura 3.3 Perfiles de $\tan \delta$ del PP sin carga y de los composites PP/FC con diferentes pesos y composiciones.

El valor del pico del $\tan \delta$ es comúnmente tomado como la temperatura de transición vítrea, T_g , del material. Los valores de T_g de los composites caracterizados se muestran en la tabla 3.1. La T_g de los composites de PP/FC comparado con la T_g del PP no muestra cambio considerable, sin embargo el valor de T_g para el composite con mayor carga y modificado con polybond resultó mayor, lo que hace suponer que aumentando la cantidad de carga de fibra de carbono, aumenta el valor de T_g (Rezaei F. y col., 2009). Es decir, esta prueba ofrece una directa aproximación para evaluar la adhesión matriz-fibra basada en la contribución de la interface al pico de amortiguamiento del $\tan \delta$. (Sarasua R. y col., 1995).

Tabla 3.1 Valores de T_g del PP y composites de PP/FC a diferentes cargas.

Material	T_g °C
Polipropileno	16
PP/1FC	13
PP/1FC/5MAH	12
PP/3FC	14
PP/3FC/5MAH	12
PP/5FC	12
PP/5FC/5MAH	15
PP/5MAH	16

3.2 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Los valores de las temperaturas de fusión y cristalización se muestran en la tabla 3.2., donde se realizaron dos corridas de calentamiento y enfriamiento. Los resultados obtenidos para los composites de PP/FC con y sin MAH no muestran cambio significativo al ir aumentando la cantidad de carga a comparación del PP puro, incluso realizando dos calentamientos y dos enfriamientos. La adición del refuerzo a la matriz no afecta la temperatura de fusión, pero, para la temperatura de cristalización va en incremento al ir aumentando la cantidad de carga. Todo lo anterior tiene probablemente ese efecto debido a la interacción de nucleación. (Karsli N.G., Aytac A., 2011).

Tabla 3.2 Temperaturas de fusión y cristalización del PP y composites de PP/FC.

Material	Temp. de fusión °C	Temp. de cristalización °C
Polipropileno	158 y 156	116 y 107
PP/5MAH	158 y 156	113 y 103
PP1FC	161 y 160	116 y 105
PP1FC5MAH	160 y 158	116 y 106
PP3FC	160 y 160	116 y 105
PP3FC5MAH	159 y 157	118 y 110
PP5FC	160 y 160	118 y 109
PP5FC5MAH	159 y 159	119 y 111

Sin embargo, si a una matriz de polímero cristalina es cargada con fibras, las fibras tendrán el potencial de modificar las características de cristalización del polímero. Ya se ha realizado un gran esfuerzo en investigar el efecto de los rellenos en las características de cristalización de varios polímeros termoplásticos. (Nagae S. y col., 1995, Sukhanova T.E. y

col., 1995). Zhang y col., 2000, estudiaron el efecto de las cargas de HDPE y fibras de carbono en la morfología, cristalización y comportamiento de fusión del iPP, encontraron que la morfología de las mezclas de iPP/HDPE fue fuertemente afectada debido a la adición de FC, pero el pico de temperatura de cristalización y el punto de fusión del iPP no son alterados significativamente por la mezcla. Sin embargo, el grado de cristalinidad del iPP en las mezclas se redujo. De acuerdo a lo anterior, es importante conocer el porcentaje de cristalización de los compositos, pero, debido a que no existe una diferencia notable, no se considera calcular este parámetro.

3.3 Prueba de tensión

Para fines de comparación, se realizó esta prueba a dos tipos de probeta, una moldeada mediante el proceso de compresión, la otra mediante el proceso de inyección.

3.3.1 Probetas moldeadas mediante compresión

Los resultados obtenidos del análisis de tensión y elongación para las muestras moldeadas mediante compresión se muestran en la tabla 3.3.

Tabla 3.3. Valores de tensión y elongación por compresión.

Material	Módulo Elástico (MPa)	Esfuerzo en la cedencia (MPa)	Elongación en la cedencia (%)	Esfuerzo a la ruptura (MPa)	Elongación en la ruptura (%)
Polipropileno	1362	37	11	20	91
PP/5MAH	1796	37	7	25	62
PP/1FC	1846	40	9	15	80
PP/1FC/5MAH	1825	40	8	19	83
PP/3FC	2137	43	6	26	11
PP/3FC/5MAH	2286	43	6	29	13
PP/5FC	2376	44	5	36	10
PP/5FC/5MAH	2283	44	5	38	11

En la tabla 3.3. se observa como el esfuerzo de tensión aumenta incrementando el nivel de carga de fibra de carbono. El nivel de carga de fibra desempeña un importante comportamiento en el esfuerzo de los compositos, debido a que las fibras de carbón tienen

mayor esfuerzo que la matriz de polipropileno. (Rezaei F. y col., 2008). El esfuerzo de tensión del composito con mayor cantidad de fibra y con agente de mezcla se incremento aproximadamente un 20% comparado con los compositos de polipropileno. Se ha reportado que una fuerte adhesión interfacial entre la fibra de carbono y una matriz dúctil resulta un mejoramiento en el esfuerzo de tensión y el esfuerzo de cedencia en los compositos de polímero (Chand S., 2000). Es claro que con estos resultados modificando el PP con MAH mejora la adhesión de los materiales entre la fibra de carbono y el polímero.

También se muestra el modulo elástico de los compositos preparados. El modulo elástico de la fibra de carbono es mayor que aquella matriz de PP y PP modificado; en otras palabras el modulo elástico de los compositos se incrementa al aumentar la fibra de carbono a un 68% aproximadamente.

Es más adhiriendo compatibilizador a la matriz se incrementa el valor del modulo elástico. Incluso se observa que los valores de elongación al punto de cedencia y ruptura disminuyen al incrementar la carga de fibra de carbono y de anhídrido maleico. La adición de un relleno rígido o fibra restringe la movilidad de las cadenas moleculares del polímero debido a que las moléculas no pueden moverse libremente.

Por otra parte, los valores del esfuerzo a la ruptura aumentan al incrementar los valores de carga, la matriz de PP presentó un valor de 20 MPa mientras que el composito con mayor carga y modificado resultó capaz de soportar 38 MPa antes de quebrarse. Puede ser por la formación de micro rupturas en los compositos (Rowell R.M. y col., 1999). Se sabe que, cuando el punto de ruptura en el espécimen llega a un nivel crítico especialmente alrededor de las fibras, la matriz no puede resistir la carga aplicada y luego, la ruptura inicia en esas regiones (Fu S.Y. y col., 2000, Ozkoc G. y col., 2005).

3.3.2 Probetas moldeadas mediante inyección

En la tabla 3.4 se muestran los resultados obtenidos para los datos de modulo elástico, esfuerzo de tensión y porcentaje de elongación de las probetas procesadas mediante inyección.

Tabla 3.4. Valores de tensión y elongación por inyección.

Material	Modulo Elástico (MPa)	Esfuerzo de tensión a la cedencia (MPa)	Elongación a la cedencia (%)	Esfuerzo a la ruptura (MPa)	Elongación en la ruptura (%)
Polipropileno	1893	57	16	57	1168
PP/5MAH	1268	55	14	55	1288
PP/1FC	1409	48	15	48	854
PP/1FC/5MAH	1287	58	15	58	1186
PP/3FC	1859	60	13	60	1144
PP/3FC/5MAH	1556	49	10	49	935
PP/5FC	2284	55	12	55	1056
PP/5FC/5MAH	1781	38	10	38	864

En la tabla 3.4 se analiza que el valor del módulo elástico para el polipropileno es mayor que algunos composites modificados, menos aquel composite con mayor carga sin compatibilizante, esto quiere decir que las probetas sufrieron mayor elasticidad a excepción del composite PP/5FC. Por otra parte, el esfuerzo de tensión y por ende el esfuerzo de ruptura son mayores para el composite con 3 ppc sin modificar comparado con el PP, no se muestra un patrón de incremento al ir incrementando la cantidad de fibra de carbono, se piensa que es debido a la propiedad elástica del material, por que tanto pudo haber soportado mayor carga sin estirarse o se estiro lo suficiente como para no oponer resistencia. Es decir, el material se va deformando en menor porcentaje al ir incrementando la cantidad de carga, pero, varía conforme a la modificación del material.

Comparando los valores del módulo elástico para el polipropileno entre las probetas procesadas mediante compresión e inyección, se observa que se incrementa un 39%. Para el composite PP/5FC cuyos valores en ambos casos es mayor el módulo, disminuye alrededor de 4%, lo cual es mínimo. El esfuerzo de tensión por inyección también muestra un incremento de 55% para el PP y un 36% para aquel valor máximo de los composites con fibra de carbono, a su vez, el porcentaje de deformación aumenta con este método de procesamiento.

Cabe mencionar que las probetas mediante compresión fueron realizadas manualmente, las inyectadas fueron procesadas mediante un equipo de inyección, de acuerdo a esto se prefiere trabajar con el equipo de inyección en vez de las prensas manuales de compresión.

3.4 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El análisis de las micrografías se efectuó de tres maneras, la primera, las muestras procesadas por compresión, la segunda, aquellas realizadas mediante inyección y la tercera a los pellets creados por medio de extrusión. Se analizaron las probetas que fueron caracterizadas por tensión e impacto en el punto de ruptura. Aún más, se analizó la orientación de las fibras para conocer si se logró una buena dispersión, sin aglomeraciones, y si se reforzó el material o composites de polipropileno con fibras de carbono, también en el punto de ruptura en la sección transversal.

En la figura 3.4 se muestran las secciones transversales de las probetas de tensión procesadas por compresión para los diferentes composites de PP/FC.

Como se exhibe en esta, los composites sin agente de mezcla (lado izquierdo) presentan una mayor abertura a comparación de aquellos composites con agente de mezcla (lado derecho), esto quiere decir, la fibra de carbono presenta una mayor adherencia debido a la introducción del MAH a la matriz de polipropileno.

En la figura 3.5 se muestran las micrografías SEM de los composites elaborados por inyección y estudiados en la prueba de tensión al punto de ruptura.

Esta despliega similitud entre cada uno de los composites, pero, comparando estos con los de la figura 3.4, los composites procesados por inyección presentan mejor acomodo en la matriz de polipropileno, esto luce en la figura 3.5 f), donde las fibras son cubiertas por la matriz, lo que deslinda menor capacidad de separarse las fibras de carbono a el material polimérico al ser procesadas, lo anterior también se visualiza en la figura 3.5 d), cuya adherencia esta fuertemente ligada entre el refuerzo y la resina macromolecular.

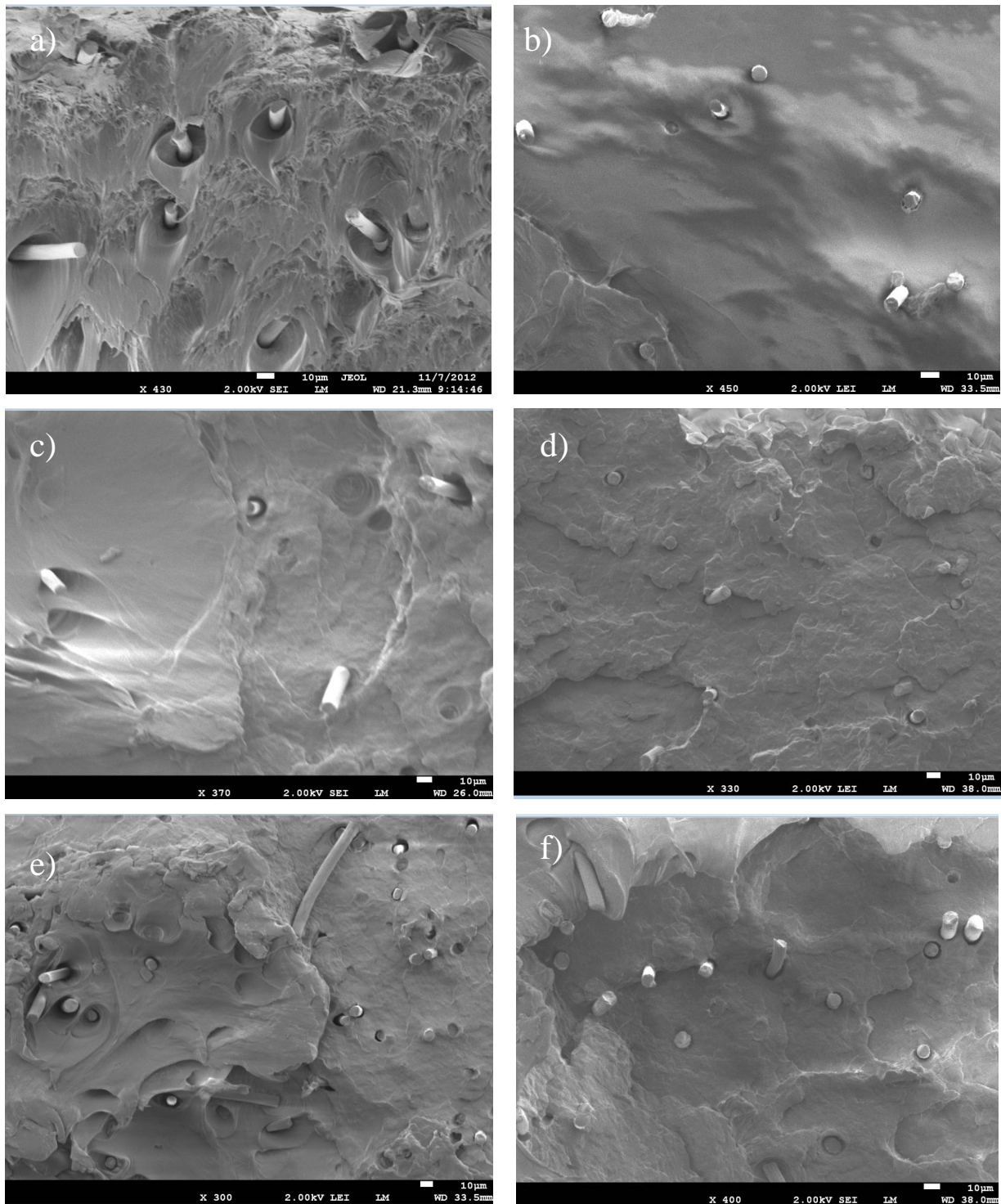


Figura 3.4 Micrografías de las probetas de tensión por compresión al punto de ruptura:

a) PP/1FC (x430), b) PP/1FC/5MAH (x450), c) PP/3FC (x370),

d) PP/3FC/5MAH (x370), e) PP/5FC (x300) y f) PP/5FC/5MAH (x400).

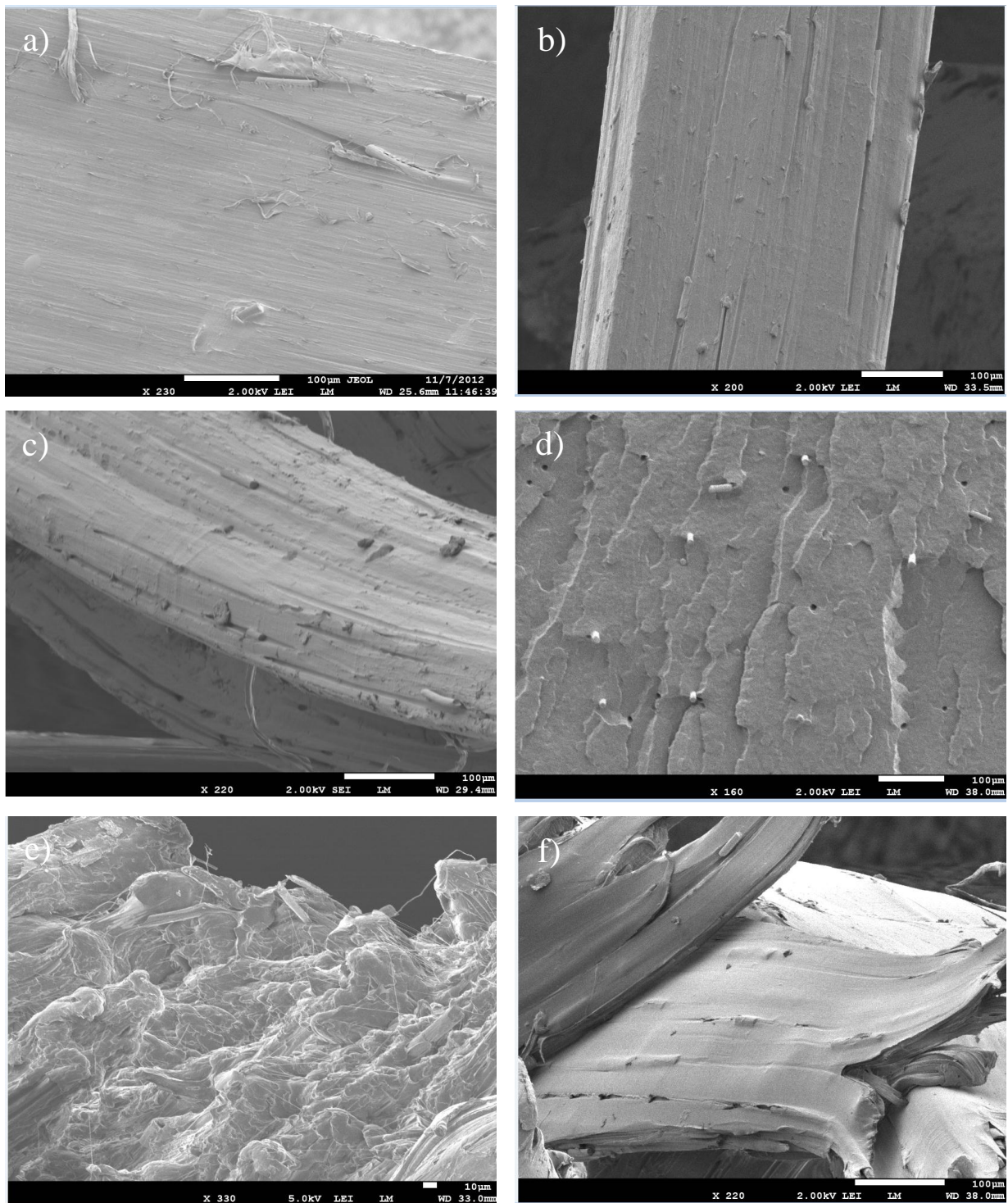


Figura 3.5 Micrografías de las probetas de tensión por inyección en la sección longitudinal en el punto de ruptura: a) PP/1FC (x230), b) PP/1FC/5MAH (x200), c) PP/3FC (x220), d) PP/3FC/5MAH (x160), e) PP/5FC (x330) y f) PP/5FC/5MAH (x220).

Las probetas de impacto Izod fueron analizadas en la figura 3.6, para observar la fractura de las fibras de carbono.

Las fibras de carbono presentan una fuerte adhesión a la matriz polimérica. Comparando cada uno de los compositos entre sí, a) y b) no muestran diferencia destacable, no lucen aberturas visibles, por otra parte, en c) si presentan separación las fibras, en cambio en d) aunque una fibra está sobre la superficie, esta se fracturó, que es lo que se busca en las probetas de impacto, no se separó de la resina.

Las rupturas al final de la fibra apoyan el hecho que las fibras han tenido mayor quebrantamiento que desacoplamiento, lo que afirma una mejor adhesión (Rezaei F. y col., 2008). En e) y f) a pesar de poseer mayor carga, no presentan diferencia notable, lo cuál es destacable, por que se pensaría que al contener mayor carga habría mayor aglomeración de fibras.

La orientación de las fibras de carbono en las probetas analizadas por compresión e inyección ambas después de la tensión y en los pellets después de la extrusión, se observan de las figuras 3.7 a la 3.12.

En estas es notable la dispersión de las fibras de carbono a lo largo de la superficie de polipropileno, dependiendo de este factor, se modifican las propiedades mecánicas del composito, esto se muestra en las tablas 3.3 y 3.4, donde es notable como el valor del esfuerzo de tensión en los compositos procesados por inyección es mayor que aquellos por compresión, esto nos da a entender que el proceso de inyección ayuda a una mejor dispersión comparado con el proceso de compresión. También se vislumbra que no existe una aglomeración a subrayar entre las fibras de carbono y la matriz en los compositos inyectados y comprimidos, a su vez, que las fibras están concentradas dentro de los pellets y no fuera de estos como se aprecia en la figura 3.8 c).

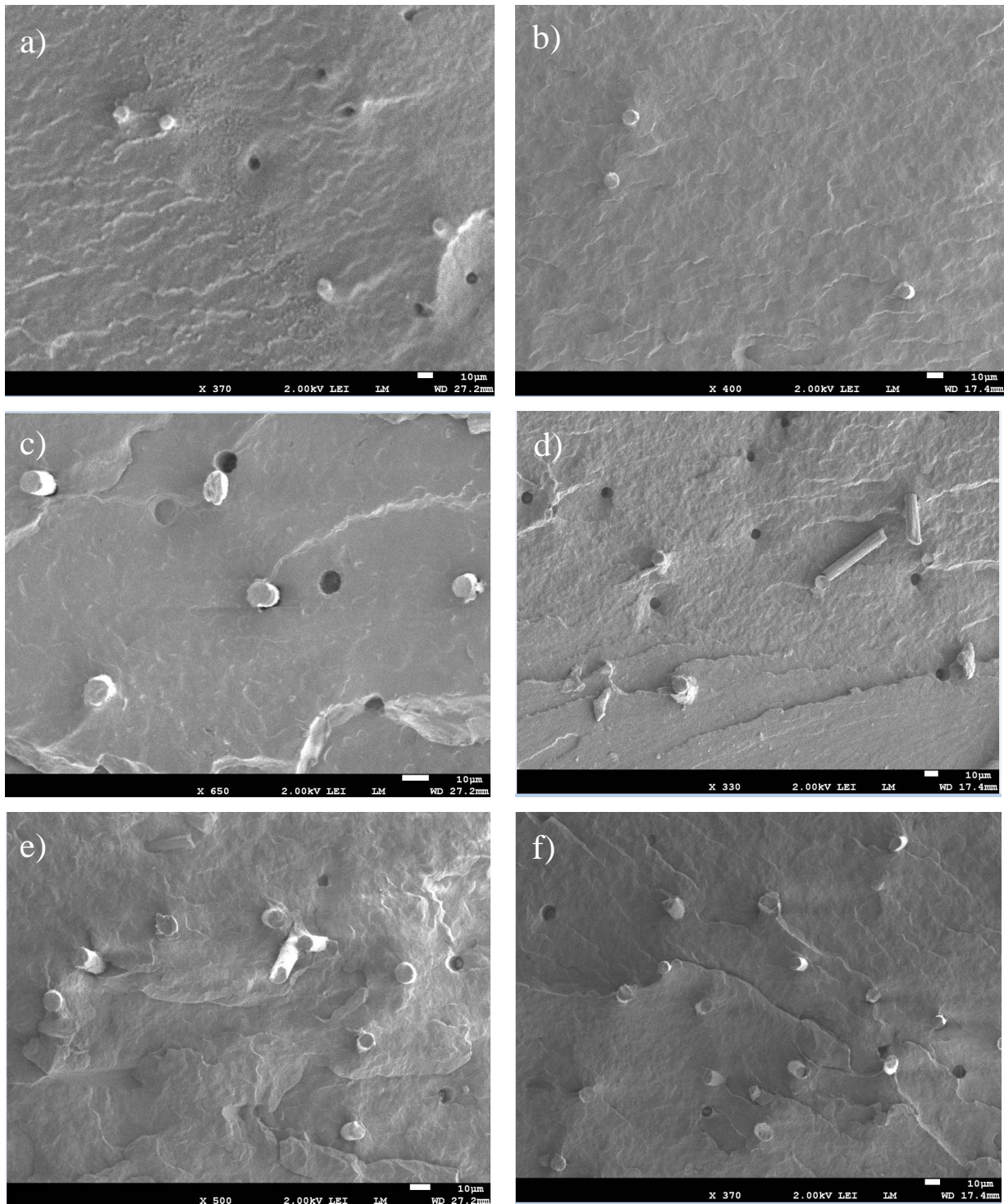


Figura 3.6 Micrografías de las probetas de impacto en la sección transversal en el punto de ruptura: a) PP/1FC (x370), b) PP/1FC/5MAH (x400), c) PP/3FC (x650), d) PP/3FC/5MAH (x330), e) PP/5FC (x500) y f) PP/5FC/5MAH (x370).

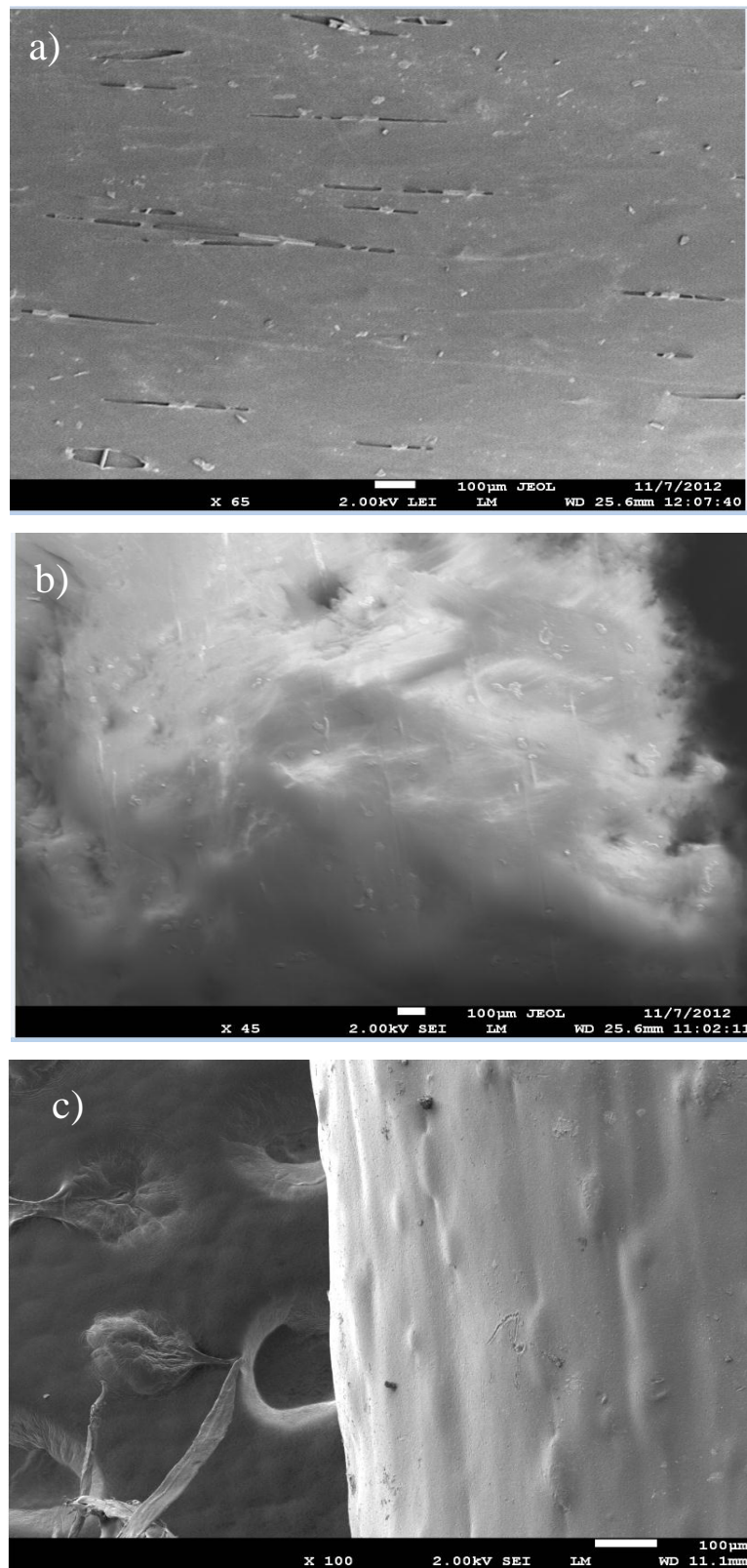


Figura 3.7 Orientación del compuesto PP/IFC por: a) compresión (x65), b) inyección (x45) y c) extrusión (x100).

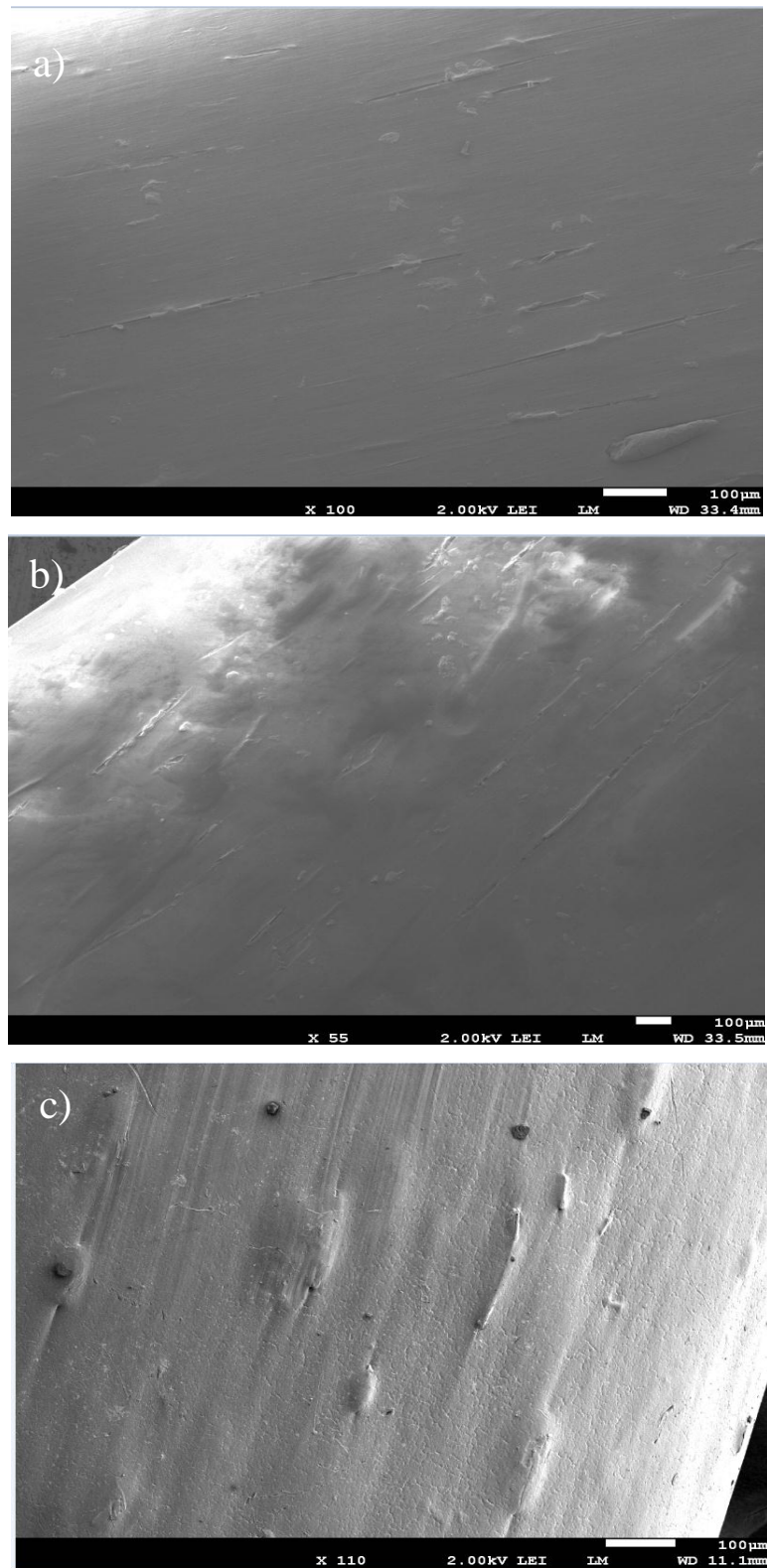


Figura 3.8 Orientación del compuesto PP/1FC/5MAH por: a) compresión (x100), b) inyección (x55) y c) extrusión (x110).

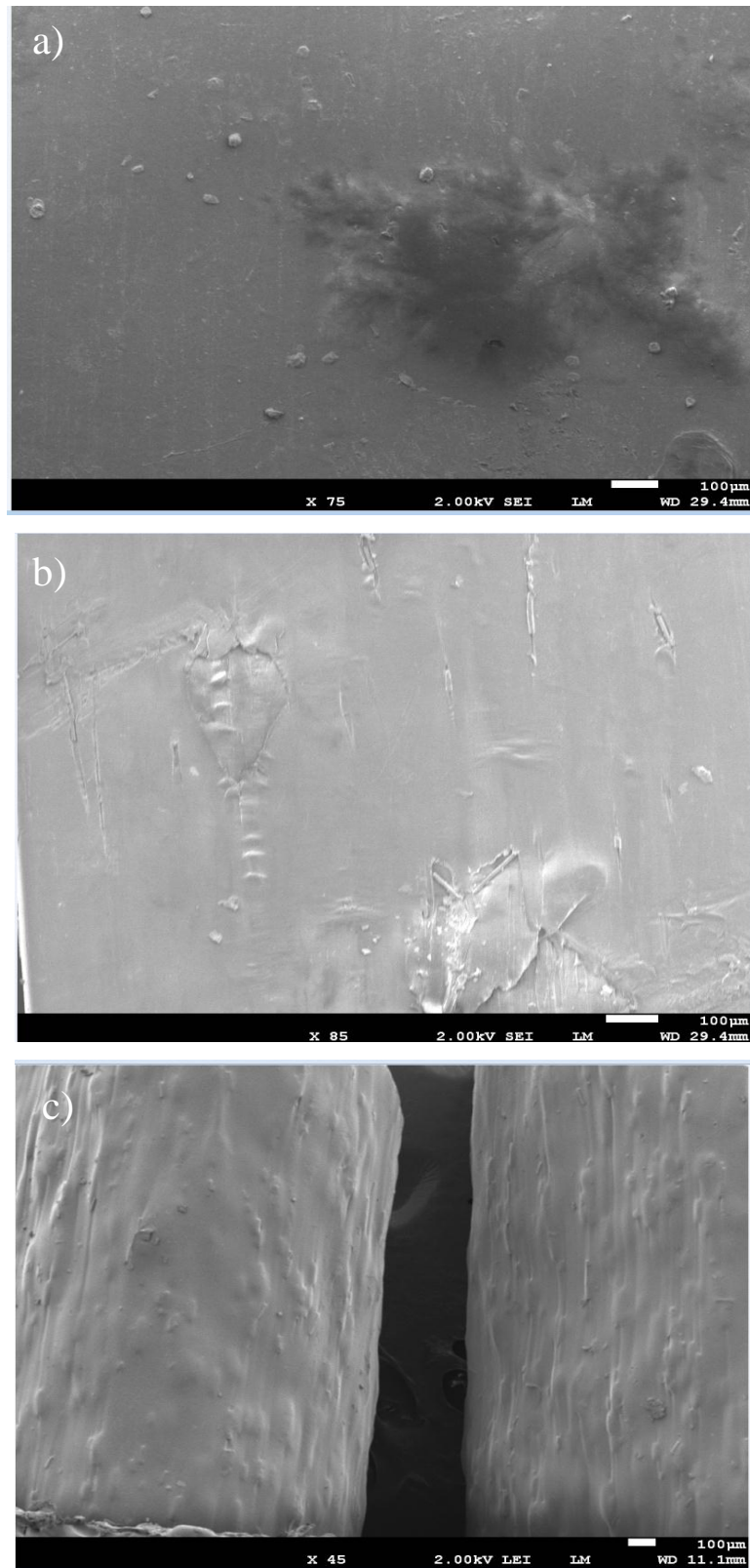


Figura 3.9 Orientación del compuesto PP/3FC por: a) compresión (x75), b) inyección (x85) y c) extrusión (x45).

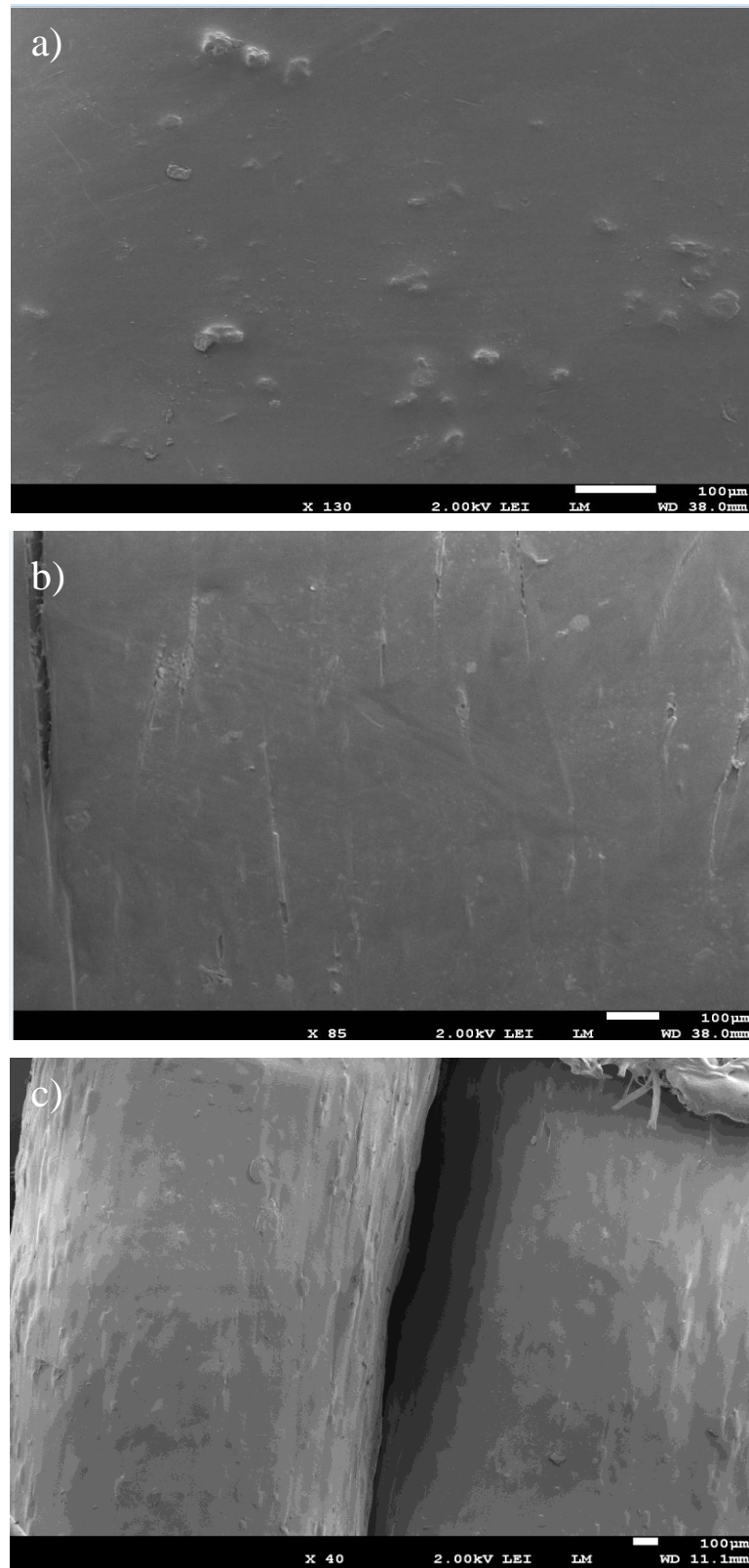


Figura 3.10 Orientación del compuesto PP/3FC/5MAH por: a) compresión (x130), b) inyección (x85) y c) extrusión (x40).

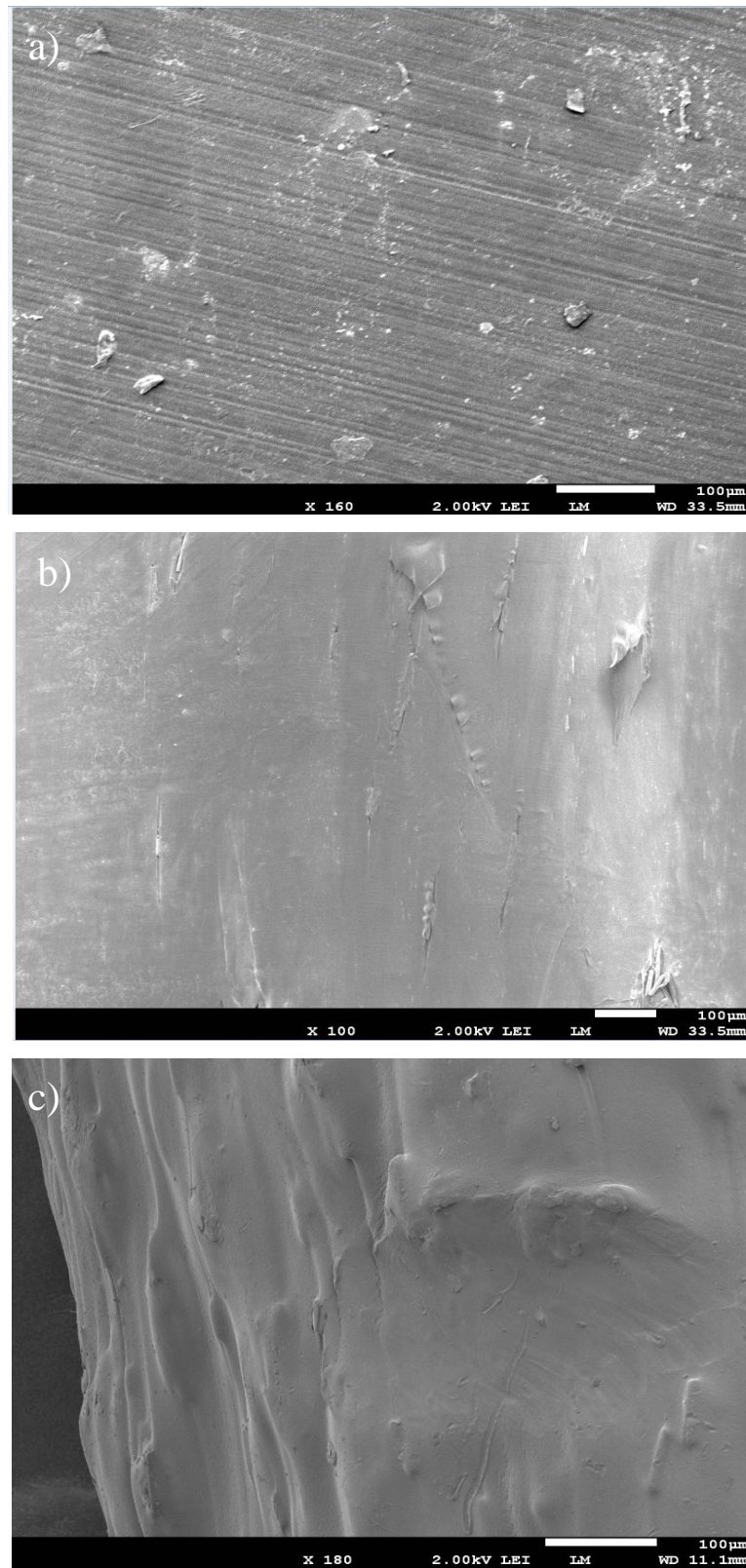


Figura 3.11 Orientación del compuesto PP/5FC por: a) compresión (x160), b) inyección (x100) y c) extrusión (x180).

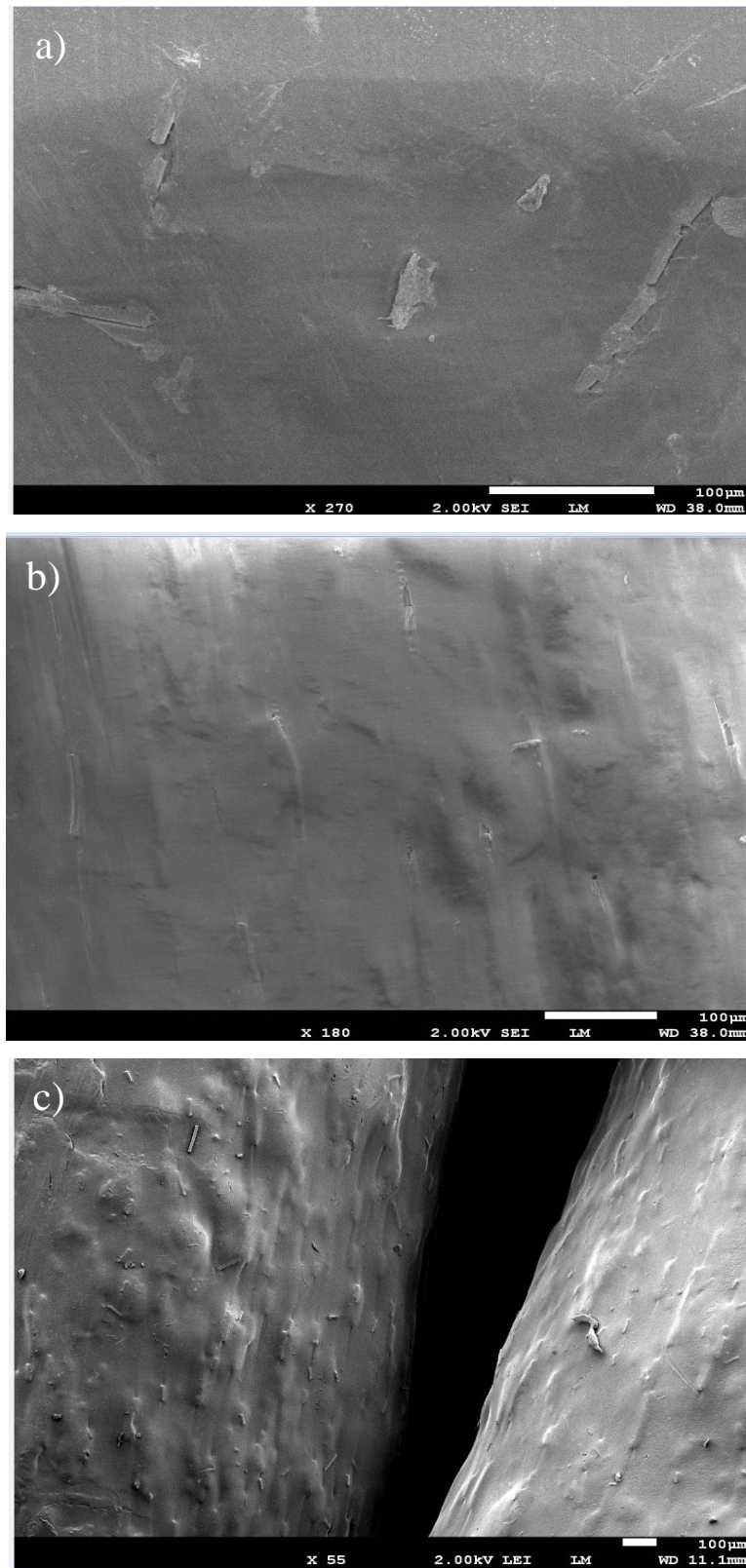


Figura 3.12 Orientación del compuesto PP/5FC/5MAH por: a) compresión (x270), b) inyección (x180) y c) extrusión (x55).

De las figuras 3.7 a 3.12 es notable la dispersión de las fibras de carbono a lo largo de la superficie de polipropileno, dependiendo de este factor, se modifican las propiedades mecánicas del composito, esto se muestra en las tablas 3.3 y 3.4, donde es notable como el valor del esfuerzo de tensión en los compositos procesados por inyección es mayor que aquellos por compresión, esto nos da a entender que el proceso de inyección ayuda a una mejor dispersión comparado con el proceso de compresión. También se vislumbra que no existe una aglomeración a subrayar entre las fibras de carbono y la matriz en los compositos inyectados y comprimidos; a su vez que las fibras están concentradas dentro de los pellets y no fuera de estos como se aprecia en la figura 3.8 c).

3.5 Prueba de impacto Izod

El trabajo de fractura de los compositos de PP/FC se presentan en la figura 3.13. La energía de impacto de los compositos incrementa con el incremento de carga, pero, la energía de impacto de la matriz es mayor, resultó ser 47 J/m. Esto indica que las fibras juegan un papel dominante en terminos de energía de fractura. Por otra parte, las energías de impacto de los compositos modificados van desde 40 J/m cargado con 1ppc y 45 J/m con 3ppc, pero para 5ppc decrece a 34 J/m, debido a que el material presentó mayor tendencia a estirarse y no a soportar mayor energía. La baja fuerza de impacto de los compositos sin modificar podría ser debido a la presencia de muchas terminaciones en las fibras de los compositos, que inducen la iniciación de ruptura y además incrementan el potencial de falla. El esfuerzo se concentra en regiones alrededor de las terminaciones de las fibras, pobres áreas de adhesión, huecos, grietas, muescas, y otras regiones donde las fibras estan en contacto con alguna otra (Rezaei F. y col., 2008). Es decir, la energía de impacto de los compositos de PP/FC es menor en comparación con la matriz, lo cual concluye que se logra mayor elasticidad en estos que resistencia a la fractura.

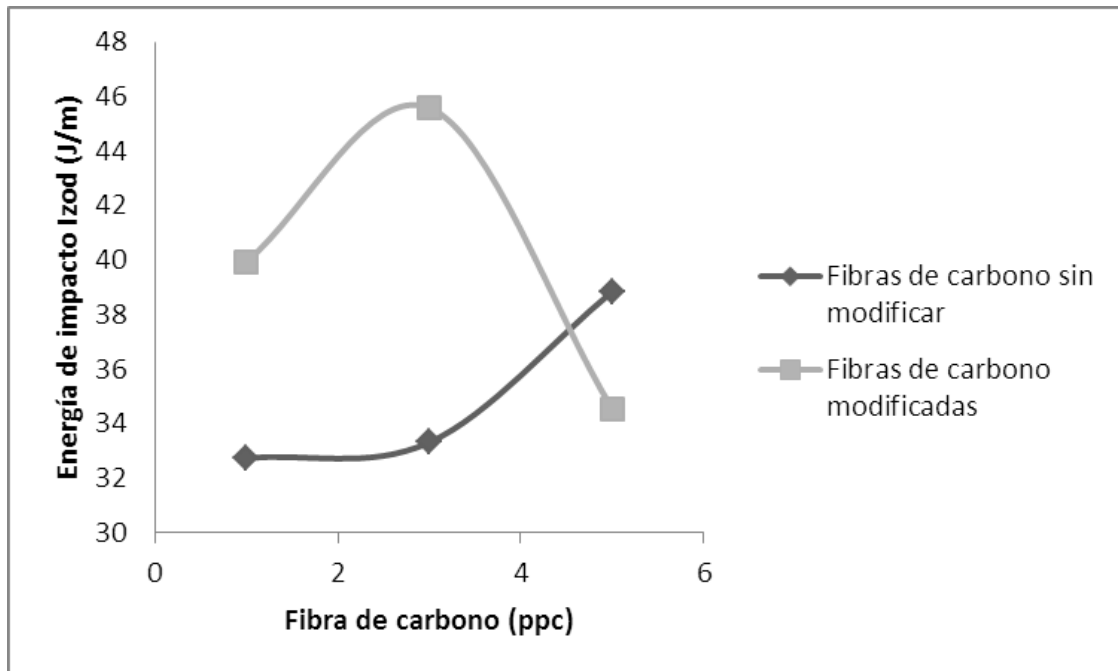


Figura 3.13 Energía de impacto Izod contra partes por cien de FC de los composites de PP/FC.

Conclusiones

Se fabricaron composites de PP/FC con tres cargas de fibra de carbono, modificadas y no modificadas, se empleó polipropileno mezclado con un porcentaje en peso de anhídrido maleico como agente de mezcla. Los análisis dinámico mecánico, calorimetría diferencial de barrido, microscopía electrónica de barrido, tensión-elongación y energía de impacto izod fueron investigados.

Del análisis dinámico mecánico E' y E'' aumentan al aumentar la cantidad de carga alrededor de 60% en promedio, pero la T_g de los composites de PP/FC es menor que la de PP, desde 12 hasta 16 °C respectivamente, lo cual se asume que existe un cambio químico en la mezcla.

En la calorimetría diferencial de barrido no se observa cambio significativo al aumentar la cantidad de carga en comparación con el PP puro. La adición del refuerzo a la matriz no afecta la temperatura de fusión, pero, la temperatura de cristalización va en incremento al ir aumentando la cantidad de carga de 116 a 119 °C. Lo cual confirma el cambio químico en los composites.

En el análisis de tensión y elongación demuestra que las probetas procesadas por inyección obtienen mayores resultados que las probetas procesadas por compresión, por que se logra un incremento del esfuerzo de tensión al 55% para el PP y 36% para los composites de PP/FC, 39% para el módulo elástico y 5% de elongación a la cedencia. Es decir, en el proceso de inyección se logra mayor elasticidad al material y en el proceso de compresión, se obtiene mayor resistencia al esfuerzo de tensión.

La microscopía electrónica de barrido expone que las probetas inyectadas presentan mayor adherencia y mejor orientación en la matriz de polipropileno en comparación con las probetas por compresión, a su vez, se percibe que las fibras presentan dispersión y orientación por medio de extrusión.

La energía de impacto de los compositos de PP/FC es menor en comparación con la matriz, lo cual concluye que se logra mayor elasticidad en estos que resistencia a la fractura.

En estudios posteriores se piensa analizar el enlace químico entre las fibras de carbono, el polipropileno y el anhídrido maleico, posteriormente modificar la cantidad de este último y la cantidad de carga, para conocer el porcentaje que se puede incrementar sin obtener un composito de gran costo.

Bibliografía

Chand S., Review carbon fibers for composites, *J Mater Sci*, Vol. 35, p 1303–13, 2000.

Fu S.Y., Lauke B., Mader E., Hu X., Yue C.Y., Tensile properties of short-glass–fiber and short-carbon–fiber-reinforced polypropylene composites, *Compos Part A Appl Sci*, Vol. 31, p 1117–25, 2000.

Green J., Wilkes, Steady state and dynamic properties of concentrated fiber filled thermoplastics, *Polym Eng Sci*, Vol. 35, p 1670–81, 1995.

Harris B., Braddel O., Almond D., Lefebure C., Verbic J., Study of carbon fiber surface treatment by dynamic mechanical analysis, *J Mater Sci*, Vol. 28, p 3353–66, 1993.

Karsli N.G., Aytac A., Effects of maleated polypropylene on the morphology, thermal and mechanical properties of short carbon fiber reinforced polypropylene composites, *Materials and Design*, Vol. 32, p 4069–4073, 2011.

Krause E., Lucas J.C., Producción de materiales compuestos basados en polipropileno y fibras naturales, *Jornadas de desarrollo de innovación*, Octubre 2009.

Lubin G., *Handbook of Composites*, 1982.

Miravete, A., Documentación de las I Jornadas de Materiales Compuestos, Ingeniería de Materiales Compuestos, Zaragoza 20-22 Enero, 1988.

Miravete, A., Documentación de las II Jornadas de Materiales Compuestos, Ingeniería de Materiales Compuestos, Zaragoza 23-25 Mayo, 1990.

Miravete, A., Documentación de las IV Jornadas de Materiales Compuestos, Ingeniería de Materiales Compuestos, Zaragoza 11-14 Abril, 1994.

Miravete A., *Materiales Compuestos, Volumen 1*, Ed. Reverté, p xxxi, xxxii, 6-10, 2003.

Nagae S., Otsuka Y., Nishida M., Shimizu T., Takada T., Yumitori S., Transcrystallization at glass fibre/polypropylene interface and its effect on the improvement of mechanical properties of the composites, *J Mater Sci Lett*, Vol. 14, p 1234–6, 1995.

Navarrete Martínez N., *Termodinámica y Cinética de Sistemas Alimento Entorno*, Ed. Univ. Politéc., Valencia, p 229-231, 1998.

Ozkoc G., Bayram G., Bayram E., Short glass fiber reinforced ABS and ABS/ PA6 composites: processing and characterization, *Polym Compos*, Vol. 26, p 745–755, 2005.

PerkinElmer, Inc., *Introduction to Dynamic Mechanical Analysis (DMA), A Beginner's Guide*, 2008.

Rezaei F., Yunus R., Ibrahim N.A., Mahdi E.S., Development of short-carbon-fiber reinforced polypropylene composite for car bonnet, *Polym-Plast Technol Eng*, Vol. 47, p 351–7, 2008.

Rezaei F., Yunus R., Ibrahim N.A., Effect of fiber length on thermomechanical properties of short carbon fiber reinforced polypropylene composites, *Materials and Design*, Vol. 30, p 260–263, 2009.

Rodríguez P., San Martín M.E. y González de la Cruz G., *Calorimetría diferencial de barrido y rayos-x del almidón obtenido por nixtamalización fraccionada*, *Superficies y Vacío* 13, p 61-65, Diciembre 2001.

Rowell R.M., Sanadi A., Jacobson R., Caulfield D., Properties of kenaf/ polypropylene composites, kenaf properties, processing and products, *Miss State Univ, Agri Bio Eng*, p 381–92, 1999.

Sarasua R., Remiro P.M., Poutet J., The mechanical behavior of PEEK short fiber composites, *J Mater Sci*, Vol. 30, p 3501–8, 1995.

Sukhanova T.E., Lednicky F., Urban J., Baklagina Y.G., Mikhailov G.M., Kudryavtsev V.V., Morphology of melt crystallized polypropylene in the presence of polyimide fibres, *J Mater Sci*, Vol. 30, p 2201–14, 1995.

Zhang C., Yi X. S., Asai S, Sumita M. Morphology, crystallization and melting behaviors of isotactic polypropylene/high density polyethylene blend: effect of the addition of short carbon fiber. *J Mater Sci*, Vol. 35, p 673–83, 2000.

Páginas de internet

<http://es.scribd.com/doc/TIPOS-DE-ENSAYOS-REALIZADO-A-LOS-MATERIALES>, López Barreiro René SA., Septiembre 2008.

<http://es.scribd.com/doc/PRUEBAS-MECANICAS> , López Barreiro René SA., Septiembre 2008.

<http://tecnologiadelosplasticos.blogspot.mx/materiales-compuestos.html>, Julio 2011.

[http://www.axomaga.com/uploads/11Materiales_compuestos_de_matriz_polimérica reforzados con fibra.pdf](http://www.axomaga.com/uploads/11Materiales_compuestos_de_matriz_polim%C3%A9rica_reforzados_con_fibra.pdf), Carbajales Pereira C., Enero 2009.

<http://www.cyti.com.mx/sem.asp>, 2012.

<http://www.icmm.csic.es/divulgacion/posters/SEM>, 2012.

<http://www.perkinelmer.com/IntroductionToDMA.pdf>, 2008.

<http://www.quiminet.com/articulos/enterese-de-todo-sobre-la-fibra-de-carbon>, QuimiNet, Octubre 2009.