



Universidad de Valladolid

ESCUELA DE INGENIERÍAS INDUSTRIALES

DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE LA MATERIA
CONDENSADA, CRISTALOGRAFÍA Y MINERALOGÍA

TESIS DOCTORAL

**METODOLOGÍA DE DISEÑO DE MATERIALES
COMPUESTOS DE MATRIZ POLIOLEFÍNICA
REFORZADOS CON FIBRAS DISCONTINUAS
PARA APLICACIONES EN TRANSPORTE**

Jesús Poveda Bernal

Directores: Dr. José M^a Pastor Barajas
Dr. Juan Carlos Merino Senovilla

Valladolid, Julio 2012

CONTENIDO

TABLAS Y FIGURAS.....	VII
GLOSARIO DE TÉRMINOS	XIII
1. INTRODUCCIÓN, OBJETIVOS Y METODOLOGÍA	1
1.1. Introducción	1
1.2. Objetivos	5
1.3. Metodología	7
2. MATERIALES TERMOPLÁSTICOS REFORZADOS. MORFOLOGÍA Y PROCESADO. MODELOS PREDICTIVOS DE COMPORTAMIENTO MECÁNICO.....	11
2.1. Introducción	11
2.2. Materiales termoplásticos poliolefínicos.....	16
2.3. Fibras de refuerzo basadas en SiO ₂	18
2.3.1. Introducción	18
2.3.2. Fibra de Vidrio.....	20
2.3.3. Fibra de Basalto.....	23
2.4. Interfase fibra-polímero	34
2.4.1. Funcionalización de matrices poliméricas	39
2.4.2. Modificación superficial de fibras.....	45
2.5. Teorías predictivas del comportamiento mecánico de materiales compuestos	47
2.5.1. Introducción	47
2.5.2. Ley de Mezclas.....	53
2.5.3. Modelo de Cox-Krenchel para el módulo elástico de materiales compuestos.....	54
2.5.4. Modelo de Kelly-Tyson para la tensión de rotura de materiales compuestos.....	66
2.5.5. Modelos matemáticos para la energía disipada ante impacto	83
2.5.5.1. Modelo de Cottrell	84
2.5.5.2. Modelo "breaking-debonded"	89
2.5.6. Consideraciones finales generales sobre los modelos predictivos analizados	95
2.6. Procesado de materiales compuestos de matriz termoplástica y refuerzo discontinuo.....	96
2.6.1. SFC (<i>Short Fiber Compound</i>)	98
2.6.2. LFC (<i>Long Fiber Compound</i>) y LFT (<i>Pultrusion Process</i>).....	99
2.6.3. GMT (<i>Glass Mat Thermoplastic</i>)	100
2.6.4. Tecnología ILC (<i>In Line Compound</i>)	101
2.6.4.1. E-LFT.....	102
2.6.4.2. D-LFT.....	102
2.6.4.3. S-LFT.....	103
3. DISEÑO DE EXPERIMENTOS.....	105
3.1. Introducción	105
3.2. Diseños de experimentos basados en matrices ortogonales o equilibradas ..	109
3.3. Discusión de los diseños de experimentos utilizados	114
3.4. Descripción de la herramienta de análisis estadístico utilizada	119
4. OBTENCIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS	125
4.1. Introducción	125
4.2. Funcionalización de las matrices poliméricas.....	128
4.3. Molturación del material plástico.....	135
4.4. Procedimiento para el corte controlado de las fibras	141

4.5. Procedimiento de eliminación del ensimaje comercial y ensimado de las fibras.....	149
4.6. Procedimientos para el desaglomerado de las fibras. Mezclado en seco	164
4.7. Procedimientos para el desaglomerado de las fibras. Mezclado en fundido	169
4.8. Obtención de probetas de los materiales compuestos	177

5. ESTUDIO I: ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS VARIABLES DE DISEÑO DEL MATERIAL

COMPUESTO	185
5.1. Introducción	185
5.2. Análisis del módulo elástico a temperatura ambiente	191
5.2.1. Compuestos de Fibra de Vidrio	191
5.2.2. Compuestos de Fibra de Basalto	195
5.2.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto	198
5.2.4. Conclusiones para el módulo elástico a tracción a temperatura ambiente	202
5.3. Análisis del módulo elástico a alta temperatura	203
5.3.1. Compuestos de Fibra de Vidrio	203
5.3.2. Compuestos de Fibra de Basalto	205
5.3.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto	207
5.3.4. Conclusiones para el módulo elástico en tracción a alta temperatura (80°C)	210
5.4. Análisis de la tensión de rotura a tracción	211
5.4.1. Compuestos de Fibra de Vidrio	211
5.4.2. Compuestos de Fibra de Basalto	213
5.4.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto	215
5.4.4. Conclusiones para la tensión de rotura en tracción a temperatura ambiente	217
5.5. Análisis de la temperatura de deflexión bajo carga (HDT)	219
5.5.1. Compuestos de Fibra de Vidrio	219
5.5.2. Compuestos de Fibra de Basalto	221
5.5.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto	223
5.5.4. Conclusiones para la temperatura de deflexión bajo carga (HDT)	226
5.6. Análisis de la energía disipada en impacto uniaxial (Izod con entalla) a temperatura ambiente	227
5.6.1. Compuestos de Fibra de Vidrio	227
5.6.2. Compuestos de Fibra de Basalto	230
5.6.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto	233
5.6.4. Conclusiones para la energía disipada ante impacto uniaxial	237
5.7. Análisis de la energía disipada en ensayo uniaxial (Izod con entalla) a baja temperatura	238
5.7.1. Compuestos de Fibra de Vidrio	238
5.7.2. Compuestos de Fibra de Basalto	242
5.7.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto	245
5.7.4. Conclusiones para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura	249
5.8. Análisis de la energía disipada en impacto biaxial (Puncture Test)	250
5.8.1. Compuestos de Fibra de Vidrio	250
5.8.2. Compuestos de Fibra de Basalto	254
5.8.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto	257
5.8.4. Conclusiones para la energía disipada ante impacto biaxial	261
5.9. Análisis de la densidad. Propiedades mecánicas específicas	262
5.9.1. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto	262
5.9.2. Análisis de propiedades mecánicas específicas	264
5.10. Modelos matemáticos	267

6. ESTUDIO II: ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES DEL PROCESO DE INYECCIÓN EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL MATERIAL COMPUESTO

6.1. Introducción	271
6.2. Análisis del módulo elástico en tracción a alta temperatura	277
6.3. Análisis de la tensión de rotura en tracción a temperatura ambiente	281
6.4. Análisis de la temperatura de deflexión bajo carga	284

6.5. Análisis de la energía disipada en impacto uniaxial a temperatura ambiente	286
6.6. Análisis de la influencia de la orientación de la fibra	290
6.7. Interpretación de los resultados obtenidos. Análisis de la longitud de fibra	292
6.8. Jerarquización de variables y modelos matemáticos	296
6.9. Resumen de los resultados obtenidos de la influencia de las principales variables del proceso de inyección	298
7. RESUMEN DE RESULTADOS Y CASOS DE ESTUDIO	299
7.1. Introducción	299
7.2. Resumen de resultados obtenidos	300
7.3. Caso de estudio I: Chapón de puerta (" <i>plastic carrier door</i> ")	305
7.4. Caso de estudio II: Escudo inferior (" <i>underbody shield</i> ")	311
8. CONCLUSIONES	315
9. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	319
10. ANEXOS	331
10.1. Anexo I: Descripción de los materiales utilizados	331
10.2. Anexo II: Descripción de las técnicas experimentales	338
10.2.1. Ensayo de tracción: Módulo elástico y resistencia a rotura	338
10.2.2. Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT)	339
10.2.3. Energía Disipada en Impacto Uniaxial (IZOD)	340
10.2.4. Energía Disipada en Impacto Bi-axial (PUNCTURE)	342
10.2.5. Índice de Fluidéz (MFI)	343
10.2.6. Reometría Capilar (RC)	344
10.2.7. Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido (SEM)	345
10.2.8. Determinación de la longitud de las fibras mediante microscopía óptica	347
10.2.9. Descripción del proceso de eliminación química del ensimaje	348
10.2.10 Descripción del proceso de eliminación del ensimaje con una fuente láser	349
10.3. Anexo III: Estudio micrográfico mediante SEM de la rotura de las probetas de los ensayos de disipación de energía	350
10.4. Anexo IV: Experimentos confirmatorios de los estudios realizados utilizando el método Taguchi	355
10.5. Anexo V: Análisis de robustez de las propiedades mecánicas estudiadas mediante la relación Señal/Ruido	358

TABLAS

Tabla 2.I	Rango de composición del vidrio común	p. 21
Tabla 2.II	Rango de composición de distintos tipos de fibra de vidrio	p. 21
Tabla 2.III	Principales rocas ígneas volcánicas	p. 25
Tabla 2.IV	Características de los principales procesos de transformación de materiales compuestos de matriz termoplástica y refuerzo de fibra discontinua	p. 97
Tabla 3.I	Diseño equilibrado utilizando la matriz L ₈	p. 111
Tabla 3.II	Matrices equilibradas disponibles	p. 113
Tabla 3.III	Diseño equilibrado utilizando la matriz L ₁₆ (d)	p. 115
Tabla 3.IV	Diseño equilibrado utilizado en el Estudio I para la fibra de vidrio	p. 116
Tabla 3.V	Diseño equilibrado utilizado en el Estudio II	p. 118
Tabla 4.I	Resumen del proceso de funcionalización de las matrices poliméricas	p. 134
Tabla 4.II	Resumen del proceso de molturación del material	p. 140
Tabla 4.III	Resumen de los procesos de corte aplicables para cada longitud de fibra	p. 142
Tabla 4.IV	Resumen del proceso de corte controlado de las fibras	p. 148
Tabla 4.V	Resumen del proceso de eliminación del ensimaje original	p. 162
Tabla 4.VI	Resumen del proceso de ensimado de las fibras	p. 163
Tabla 4.VII	Resumen de los tipos de fibras utilizadas y del n° de filamentos	p. 164
Tabla 4.VIII	Resumen del proceso de desaglomerado en seco de las fibras	p. 168
Tabla 4.IX	Resumen del proceso de desaglomerado de las fibras	p. 176
Tabla 4.X	Resumen del proceso de obtención de probetas por compresión	p. 183
Tabla 5.I	Materiales compuestos con fibra de vidrio elaborados en el presente trabajo	p. 187
Tabla 5.II	Materiales compuestos con fibra de basalto elaborados en el presente trabajo	p. 187
Tabla 5.III	Resultados obtenidos para los compuestos de fibra de vidrio	p. 189
Tabla 5.IV	Resultados obtenidos para los compuestos de fibra de basalto	p. 190
Tabla 5.V	Predicciones obtenidas para el módulo elástico a tracción (T ^a _{ambiente}) utilizando el método de Taguchi	p. 201
Tabla 5.VI	Predicciones obtenidas para el módulo elástico a tracción (80°C) utilizando el método de Taguchi	p. 209
Tabla 5.VII	Predicciones obtenidas para la tensión de rotura en tracción (T ^a _{ambiente}) utilizando el método de Taguchi	p. 218
Tabla 5.VIII	Predicciones obtenidas para la temperatura de deflexión bajo carga (HDT) utilizando el método de Taguchi	p. 225
Tabla 5.IX	Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto uniaxial para matriz de alta viscosidad utilizando el método de Taguchi	p. 235
Tabla 5.X	Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto uniaxial para matriz de baja viscosidad utilizando el método de Taguchi	p. 236
Tabla 5.XI	Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura para matriz de alta viscosidad utilizando el método de Taguchi	p. 247
Tabla 5.XII	Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura para matriz de baja viscosidad utilizando el método de Taguchi	p. 248
Tabla 5.XIII	Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto biaxial para matriz de alta viscosidad utilizando el método de Taguchi	p. 259
Tabla 5.XIV	Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto biaxial para matriz de baja viscosidad utilizando el método de Taguchi	p. 260
Tabla 5.XV	Modelos Lineales para las distintas propiedades mecánicas analizadas	p. 267
Tabla 5.XVI	Modelos de orden 3 para las distintas propiedades mecánicas analizadas en compuestos de fibra de vidrio	p. 268
Tabla 5.XVII	Modelos de orden 3 para las distintas propiedades mecánicas analizadas en compuestos de fibra de basalto	p. 269
Tabla 6.I	Diseño de Experimentos utilizado en el estudio de las condiciones de procesado	p. 274
Tabla 6.II	Resultados obtenidos para las condiciones de inyección analizadas	p. 276
Tabla 6.III	Predicciones obtenidas para las variables Módulo Elástico (80°C) y Energía Disipada en Impacto Uniaxial (Izod con entalla) utilizando el método de Taguchi	p. 289
Tabla 6.IV	Resultados obtenidos de longitud residual de la fibra de refuerzo	p. 293
Tabla 6.V	Jerarquización de la influencia de cada variable de proceso para las distintas propiedades mecánicas analizadas	p. 296

TABLAS Y FIGURAS

VI

Tabla 6.VI	Modelos Lineales y de Orden 3 para las distintas propiedades mecánicas analizadas	p. 297
Tabla 7.I	Jerarquización de la influencia de cada variable de diseño del material (reforzado con fibra de vidrio) para las distintas propiedades mecánicas analizadas	p. 300
Tabla 7.II	Jerarquización de la influencia de cada variable de diseño del material (reforzado con fibra de basalto) para las distintas propiedades mecánicas analizadas	p. 301
Tabla 7.III	Jerarquización de la influencia de cada variable de proceso para las distintas propiedades mecánicas analizadas	p. 302
Tabla 7.IV	Incrementos porcentuales esperados de cada una de las propiedades mecánicas analizadas para cada variable de diseño del material (fibra de vidrio)	p. 302
Tabla 7.V	Incrementos porcentuales esperados de cada una de las propiedades mecánicas analizadas para cada variable de diseño del material (fibra de basalto)	p. 303
Tabla 7.VI	Resumen de los incrementos porcentuales esperados de cada una de las propiedades mecánicas analizadas para cada variable de proceso	p. 303
Tabla 7.VII	Reducción de Peso y Coste para distintos supuestos de material de partida	p. 304
Tabla 7.VIII	Propiedades mecánicas para materiales compuestos con distintas proporciones y longitudes de fibra aplicables al chapón de puerta	p. 307
Figura 7.IX	Propiedades mecánicas ponderadas para materiales compuestos con distintas proporciones y longitudes de fibra aplicables al chapón de puerta	p. 309
Tabla 7.X	Reducciones potenciales de peso y coste para el mismo coste de material aplicable al chapón de puerta	p. 309
Figura 7.XI	Reducciones potenciales de peso y coste para distinto precio de cada material compuesto aplicables al chapón de puerta	p. 310
Tabla 7.XII	Propiedades mecánicas para materiales compuestos con distintas proporciones y longitudes de fibra aplicables al escudo inferior	p. 312
Tabla 7.XIII	Propiedades mecánicas ponderadas para materiales compuestos con distintas proporciones y longitudes de fibra aplicables al escudo inferior	p. 313
Figura 7.XIV	Reducciones potenciales de peso y coste considerando distinto precio de cada material compuesto aplicable al escudo inferior	p. 313
Tabla 10.I	Definición de los experimentos confirmatorios para la predicción de Taguchi	p. 356
Tabla 10.II	Comparación entre los resultados reales y las predicciones de Taguchi (I)	p. 356
Tabla 10.III	Comparación entre los resultados reales y las predicciones de Taguchi (II)	p. 356
Tabla 10.IV	Variación porcentual entre las propiedades reales y las estimadas	p. 357
Tabla 10.V	Resumen de promedio de Relación Señal/Ruido (dB)	p. 368

FIGURAS

Figura 2.1	Magma solidificando y rocas máficas formadas	p. 24
Figura 2.2	Estructuras básicas de silicatos laminares	p. 26
Figura 2.3	Teoría de Bowen, serie continua y discontinua	p. 27
Figura 2.4	Resumen de la formación de rocas ígneas en función del tipo de magma	p. 28
Figura 2.5	Composición aproximada de las principales rocas ígneas volcánicas	p. 28
Figura 2.6	Estructura química de los constituyentes del basalto	p. 29
Figura 2.7	Esquema del proceso de obtención de la fibra de basalto	p. 30
Figura 2.8	Muestra de obsidiana, silex y útiles líticos prehistóricos	p. 31
Figura 2.9	Representación esquemática de la interfase Polímero-Fibra silícica	p. 36
Figura 2.10	Representación gráfica de distintos modelos de variación de rigidez a lo largo de la interfase	p. 37
Figura 2.11	Representación esquemática de las posibles reacciones en un proceso de funcionalización con anhídrido maleico	p. 41
Figura 2.12	Proceso de funcionalización de matriz poliolefinica con VTMS	p. 43
Figura 2.13	Resultados del proceso de funcionalización de poliolefinas con organosilanos	p. 44
Figura 2.14	Mecanismo de interacción entre el compuesto silano y la fibra	p. 46
Figura 2.15	Variación de la cantidad de ensimaje en función del PH de la disolución	p. 47
Figura 2.16	Comparativa entre el modelo teórico y los resultados obtenidos mediante la utilización de la técnica de fotoelasticidad	p. 50
Figura 2.17	Predicción del módulo elástico según el modelo de Cox-Krenchel para el caso de estudio	p. 59
Figura 2.18	Detalle de la variación del módulo elástico con el porcentaje de fibra (Cox-Krenchel)	p. 60
Figura 2.19	Influencia del diámetro (5-25 μ) en el Módulo Elástico (Cox-Krenchel)	p. 61
Figura 2.20	Influencia del diámetro (13-17 μ) en el Módulo Elástico (Cox-Krenchel)	p. 62
Figura 2.21	Detalle de la variación del módulo elástico con el diámetro de la fibra (Cox-Krenchel)	p. 62
Figura 2.22	Influencia de la rigidez de la matriz polimérica en el Módulo Elástico (Cox-Krenchel)	p. 63
Figura 2.23	Detalle de la variación del módulo elástico (Cox-Krenchel) con la rigidez de la matriz	p. 64
Figura 2.24	Influencia de la rigidez de la fibra en el Módulo Elástico (Cox-Krenchel)	p. 65
Figura 2.25	Detalle de la influencia de la rigidez de la fibra en el Módulo Elástico (Cox-Krenchel)	p. 66
Figura 2.26	Esquema de fuerzas en la rotura de una fibra	p. 68
Figura 2.27	Variación de la Longitud Crítica con la Tensión Interfacial	p. 70
Figura 2.28	Variación del factor de orientación con el parámetro β	p. 73
Figura 2.29	Predicción del modelo de Kelly-Tyson para el caso de estudio	p. 74
Figura 2.30	Detalle de la variación de la Resistencia a Rotura con el porcentaje de fibra (Kelly-Tyson)	p. 75
Figura 2.31	Comparación entre el valor real de tensión de rotura y la predicción del modelo Kelly-Tyson	p. 76
Figura 2.32	Influencia del diámetro de la fibra de refuerzo en la Resistencia a Rotura según el modelo Kelly-Tyson	p. 77
Figura 2.33	Detalle de la influencia del diámetro de la fibra de refuerzo en la Resistencia a Rotura (Kelly-Tyson)	p. 78
Figura 2.34	Influencia del diámetro de la fibra de refuerzo en la Resistencia a Rotura según el modelo Kelly-Tyson	p. 79
Figura 2.35	Detalle de la influencia de la resistencia de la fibra en la Resistencia a Rotura del material compuesto (Kelly-Tyson)	p. 80
Figura 2.36	Influencia de la tensión interfacial fibra-polímero en la Resistencia a Rotura según el modelo Kelly-Tyson	p. 81
Figura 2.37	Detalle de la influencia de la tensión interfacial fibra-polímero en la Resistencia a Rotura (Kelly-Tyson)	p. 82
Figura 2.38	Comparación entre el valor real de tensión de rotura y la predicción del modelo Kelly-Tyson para Temperatura de 80°C	p. 83
Figura 2.39	Predicción de la energía disipada ante impacto según el modelo de Cottrell para el caso analizado	p. 88
Figura 2.40	Predicción de la energía disipada ante impacto según el modelo "breaking-debonded" para el caso analizado	p. 92
Figura 2.41	Detalle del análisis del modelo "breaking-debonded" para el caso estudiado	p. 92
Figura 2.42	Predicción de la energía disipada ante impacto según el modelo "breaking-debonded" en función de la tensión interfacial matriz-fibra	p. 93
Figura 2.43	Detalle de la Influencia de la tensión interfacial fibra-polímero en la Energía Disipada ante impacto (BD)	p. 94

TABLAS Y FIGURAS

VIII

Figura 2.44	Coste de la materia prima vs. propiedades mecánicas de los principales procesos de transformación de materiales compuestos de matriz termoplástica y fibra de refuerzo discontinua	p. 98
Figura 2.45	Diagrama descriptivo del proceso E-LFT	p. 102
Figura 2.46	Diagrama descriptivo del proceso D-LFT	p. 103
Figura 2.47	Diagrama descriptivo del proceso S-LFT	p. 103
Figura 3.1	Desarrollo de experimento factorial completo de siete factores a dos niveles	p. 110
Figura 3.2	Pantalla de inicio de Minitab® 16	p. 120
Figura 3.3	Estudio de efectos principales utilizando Minitab® 16	p. 121
Figura 3.4	Estudio de efectos principales de las variables B y E utilizando Minitab®16	p. 121
Figura 3.5	Estudio de robustez (relación Señal/Ruido) utilizando Minitab® 16	p. 122
Figura 4.1	Resumen del proceso de obtención de los materiales compuestos	p. 127
Figura 4.2	Extrusora utilizada en el proceso de funcionalización	p. 130
Figura 4.3	Husillos utilizados en el proceso de funcionalización	p. 130
Figura 4.4	Resultados de FTIR-ATR de los materiales funcionalizados	p. 131
Figura 4.5	Caracterización reológica del material BC-245MO y los productos de la funcionalización	p. 132
Figura 4.6	Comparación entre la caracterización reológica del material BC-345MO y los productos de la funcionalización	p. 133
Figura 4.7	Comparación entre la caracterización reológica de los materiales BC-245MO / BC-345MO y Polybond 3200	p. 134
Figura 4.8	Morfología del material plástico de partida	p. 135
Figura 4.9	Moliturador ZM200	p. 136
Figura 4.10	Representación esquemática del proceso de molturado	p. 137
Figura 4.11	Morfología resultante después del proceso de molturado	p. 138
Figura 4.12	Comparación entre el material BC245MO en granza y molturado utilizando Reometría capilar	p. 139
Figura 4.13	Comparación entre el material PP BC245MO funcionalizado con anhídrido maleico en granza y molturado utilizando Reometría capilar	p. 139
Figura 4.14	Fibras de vidrio y basalto en formato de "roving"	p. 141
Figura 4.15	Molino Planetario	p. 143
Figura 4.16	Fibra de basalto antes y después del proceso de molienda energética	p. 144
Figura 4.17	Útil de corte diseñado y fabricado para el corte controlado de fibras	p. 144
Figura 4.18	Pistola neumática de corte	p. 145
Figura 4.19	Fibras resultantes de los procesos de corte	p. 147
Figura 4.20	Análisis de las longitudes de fibra obtenidas en el proceso de corte	p. 147
Figura 4.21	Proceso de eliminación del ensimaje comercial utilizando un horno tipo mufla	p. 152
Figura 4.22	Proceso de secado de las fibras	p. 155
Figura 4.23	Microscopia SEM de fibra de basalto en distintas etapas del proceso de ensimaje	p. 155
Figura 4.24	Determinación de la cantidad de materia orgánica en las fibras comerciales	p. 158
Figura 4.25	Eficacia de eliminación del ensimaje a 300°C	p. 159
Figura 4.26	Estudio por TGA de las fibras ensimadas	p. 161
Figura 4.27	Ciclón	p. 165
Figura 4.28	Mezcla polímero-fibra aglomerada y resultado del proceso de desaglomeración	p. 166
Figura 4.29	Fibras de vidrio basalto antes y después del proceso de desaglomeración	p. 167
Figura 4.30	Mezclador interno Rheomix 3000	p. 170
Figura 4.31	Material resultante del proceso de mezclado en fundido	p. 171
Figura 4.32	Rotores tipo Banbury	p. 172
Figura 4.33	Rotores tipo Sigma	p. 172
Figura 4.34	Gráfica tipo del par motor durante la primera etapa del mezclado en fundido	p. 173
Figura 4.35	Gráfica tipo del par motor durante la segunda etapa del mezclado en fundido	p. 174
Figura 4.36	Distribución de longitudes de fibra conseguidas y detalle de la dispersión de fibra en probeta tras el proceso de mezclado en fundido	p. 175
Figura 4.37	Resultados obtenidos de un proceso de mezclado en fundido sin limitación del par motor	p. 175
Figura 4.38	Prensa de platos calientes y placa fabricada por compresión	p. 178
Figura 4.39	Molde de compresión para la prensa de platos calientes	p. 178
Figura 4.40	Máquina utilizada para el mecanizado de probetas, plano de obtención de las probetas y probetas normalizadas obtenidas	p. 180
Figura 4.41	Equipo de inspección automatizada de ultrasonidos utilizado	p. 181
Figura 4.42	Ejemplo de resultados obtenidos del estudio de porosidad	p. 182
Figura 5.1	Contribución individual de cada variable de diseño al Módulo Elástico a T ^a _{ambiente} para compuestos de fibra de vidrio	p. 191
Figura 5.2	Jerarquización de variables de diseño para el Módulo Elástico a T ^a _{ambiente} en materiales compuestos de fibra de vidrio	p. 194
Figura 5.3	Predicciones para el módulo elástico a T ^a _{ambiente} en compuestos con fibra de vidrio	p. 195

Figura 5.4	Contribución individual de cada variable de diseño al Módulo Elástico a $T^a_{ambiente}$ para compuestos de fibra de basalto	p. 196
Figura 5.5	Jerarquización de variables para el Módulo Elástico a $T^a_{ambiente}$ para compuestos de fibra de basalto	p. 196
Figura 5.6	Predicciones para el módulo elástico a $T^a_{ambiente}$ en compuestos reforzados con fibra de basalto	p. 197
Figura 5.7	Comparación de los módulos elásticos en tracción ($T^a_{ambiente}$) entre compuestos de fibra de vidrio y basalto	p. 198
Figura 5.8	Comparación del módulo elástico a $T^a_{ambiente}$ entre compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto	p. 200
Figura 5.9	Contribución individual de cada variable de diseño al Módulo Elástico a 80°C para compuestos de fibra de vidrio	p. 203
Figura 5.10	Jerarquización de variables para el Módulo Elástico a 80 °C para compuestos de fibra de vidrio	p. 204
Figura 5.11	Predicciones para el módulo elástico a 80°C en compuestos reforzados con fibra de vidrio	p. 205
Figura 5.12	Contribución individual de cada variable de diseño al Módulo Elástico a 80 °C para compuestos de fibra de basalto	p. 205
Figura 5.13	Jerarquización de variables para el Módulo Elástico a 80 °C para compuestos de fibra de basalto	p. 206
Figura 5.14	Predicciones para el módulo elástico a 80°C en compuestos reforzados con fibra de basalto	p. 207
Figura 5.15	Comparación de módulos elásticos en tracción (a 80°C) entre compuestos de fibra de vidrio y basalto	p. 208
Figura 5.16	Comparación del módulo elástico a 80°C entre compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto	p. 208
Figura 5.17	Contribución individual de cada variable de diseño a la Tensión de Rotura en Tracción a $T^a_{ambiente}$ para compuestos de fibra de vidrio	p. 211
Figura 5.18	Jerarquización de variables para la Tensión de Rotura en Tracción a $T^a_{ambiente}$ para compuestos de fibra de vidrio	p. 212
Figura 5.19	Predicciones para la tensión de rotura a tracción ($T^a_{ambiente}$) en compuestos reforzados con fibra de vidrio	p. 213
Figura 5.20	Contribución individual de cada variable de diseño a la Tensión de Rotura en Tracción a $T^a_{ambiente}$ para compuestos de fibra de basalto	p. 213
Figura 5.21	Jerarquización de variables para la Tensión de Rotura en Tracción a $T^a_{ambiente}$ para compuestos de fibra de basalto	p. 214
Figura 5.22	Predicciones para la tensión de rotura a tracción ($T^a_{ambiente}$) en compuestos reforzados con fibra de basalto	p. 215
Figura 5.23	Comparación de tensión de rotura en tracción ($T^a_{ambiente}$) entre compuestos de fibra de vidrio y basalto	p. 216
Figura 5.24	Comparación de la tensión de rotura en tracción ($T^a_{ambiente}$) entre compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto	p. 216
Figura 5.25	Contribución individual de cada variable de diseño a la Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) para compuestos de fibra de vidrio	p. 219
Figura 5.26	Jerarquización de variables para la Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) para compuestos de fibra de vidrio	p. 220
Figura 5.27	Predicciones para la temperatura de deflexión bajo carga en compuestos reforzados con fibra de vidrio	p. 221
Figura 5.28	Contribución individual de cada variable de diseño a la Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) para compuestos de fibra de basalto	p. 221
Figura 5.29	Jerarquización de variables para la Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) para compuestos de fibra de basalto	p. 222
Figura 5.30	Predicciones para la temperatura de deflexión bajo carga en compuestos reforzados con fibra de basalto	p. 223
Figura 5.31	Comparación de la temperatura de deflexión bajo carga (HDT) entre compuestos de fibra de vidrio y basalto	p. 224
Figura 5.32	Comparación de la temperatura de deflexión bajo carga (HDT) entre compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto	p. 224
Figura 5.33	Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla) para compuestos de fibra de vidrio	p. 227
Figura 5.34	Jerarquización de variables para la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla) para compuestos de fibra de vidrio	p. 228
Figura 5.35	Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial en compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de alta viscosidad	p. 229

Figura 5.36	Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial en compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de baja viscosidad	p. 230
Figura 5.37	Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla) para compuestos de fibra de basalto	p. 230
Figura 5.38	Jerarquización de variables para la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla) para compuestos de fibra de basalto	p. 231
Figura 5.39	Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial en compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de alta viscosidad	p. 232
Figura 5.40	Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial en compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de baja viscosidad	p. 233
Figura 5.41	Comparación de la energía disipada ante impacto uniaxial entre compuestos de fibra de vidrio y basalto	p. 234
Figura 5.42	Comparación de la energía disipada ante impacto uniaxial entre compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto	p. 234
Figura 5.43	Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla a -20°C) para compuestos de fibra de vidrio	p. 238
Figura 5.44	Jerarquización de variables para la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla a -20°C) para compuestos de fibra de vidrio	p. 239
Figura 5.45	Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de alta viscosidad	p. 241
Figura 5.46	Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura, compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de baja viscosidad	p. 241
Figura 5.47	Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla a -20°C) para compuestos de fibra de basalto	p. 242
Figura 5.48	Jerarquización de variables para la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla a -20°C) para compuestos de fibra de basalto	p. 243
Figura 5.49	Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura, compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de alta viscosidad	p. 244
Figura 5.50	Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura, compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de baja viscosidad	p. 245
Figura 5.51	Comparación de la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura entre compuestos de fibra de vidrio y basalto	p. 246
Figura 5.52	Comparación de la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura entre compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto	p. 246
Figura 5.53	Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Biaxial (Puncture Test) para compuestos de fibra de vidrio	p. 250
Figura 5.54	Jerarquización de variables para la Energía Disipada ante Impacto Biaxial (Puncture Test) para compuestos de fibra de vidrio	p. 251
Figura 5.55	Predicciones para la energía disipada ante impacto biaxial en compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de alta viscosidad	p. 253
Figura 5.56	Predicciones para la energía disipada ante impacto biaxial en compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de baja viscosidad	p. 253
Figura 5.57	Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Biaxial (Puncture con entalla) para compuestos de fibra de basalto	p. 254
Figura 5.58	Jerarquización de variables de diseño para la Energía Disipada ante impacto biaxial en materiales compuestos de fibra de vidrio	p. 255
Figura 5.59	Predicciones para la energía disipada ante impacto biaxial en compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de alta viscosidad	p. 256
Figura 5.60	Predicciones para la energía disipada ante impacto biaxial en compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de baja viscosidad	p. 257
Figura 5.61	Comparación de la energía disipada ante impacto biaxial entre compuestos de fibra de vidrio y basalto	p. 258
Figura 5.62	Comparación de la energía disipada ante impacto biaxial entre compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto (detalle)	p. 258
Figura 5.63	Comparación de la densidad entre compuestos de fibra de vidrio y basalto	p. 262
Figura 5.64	Comparación de la densidad promedio entre compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto	p. 264
Figura 5.65	Comparación de las propiedades mecánicas específicas entre compuestos de fibra de vidrio y basalto	p. 265
Figura 6.1	Resumen del proceso de obtención de probetas normalizadas	p. 275
Figura 6.2	Contribución individual de cada variable del proceso de inyección al módulo elástico a alta temperatura (80°C) para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)	p. 277
Figura 6.3	Jerarquización de variables del proceso de inyección para el módulo elástico a alta temperatura (80°C) para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)	p. 278

Figura 6.4	Predicciones para la variación del módulo elástico a alta temperatura en función de las variables de proceso utilizadas	p. 279
Figura 6.5	Análisis de los resultados reales para el módulo elástico a alta temperatura ordenados en función de las distintas variables de proceso	p. 280
Figura 6.6	Contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la tensión de rotura en tracción para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)	p. 281
Figura 6.7	Jerarquización de variables del proceso de inyección para la tensión de rotura en tracción para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)	p. 282
Figura 6.8	Análisis de los resultados reales para el módulo elástico a alta temperatura ordenados en función de las distintas variables de proceso	p. 283
Figura 6.9	Contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la Temperatura de Deflexión Bajo Carga para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)	p. 284
Figura 6.10	Jerarquización de variables del proceso de inyección para la Temperatura de Deflexión Bajo Carga para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)	p. 285
Figura 6.11	Análisis de los resultados reales para la Temperatura de Deflexión bajo Carga ordenados en función de las distintas variables de proceso	p. 285
Figura 6.12	Contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la Energía disipada en Impacto uniaxial para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)	p. 286
Figura 6.13	Jerarquización de variables del proceso de inyección para la Energía disipada en Impacto uniaxial para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)	p. 287
Figura 6.14	Predicciones para la variación de la energía disipada ante impacto uniaxial en función de las variables de proceso utilizadas	p. 288
Figura 6.15	Análisis de los resultados reales para la Energía Disipada en Impacto Uniaxial ordenados en función de las distintas variables de proceso	p. 288
Figura 6.16	Comparación de las propiedades mecánicas en función de las variables de proceso entre las dos orientaciones de fibra extremas (0 y 90°)	p. 291
Figura 6.17	Análisis de los resultados reales para la longitud de residual de la fibra de refuerzo ordenados en función de las distintas variables de proceso	p. 294
Figura 6.18	Contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la longitud residual de la fibra de refuerzo en la mazarota para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)	p. 295
Figura 6.19	Contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la longitud residual de la fibra de refuerzo en la probeta para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)	p. 295
Figura 7.1	Representación esquemática de un vehículo tipo	p. 300
Figura 7.2	Ejemplos de distintos modelos de Carrier Plastic Door	p. 306
Figura 7.3	Piezas estructurales situadas en la parte inferior del vehículo	p. 311
Figura 10.1	Ficha técnica del material termoplástico BC245MO	p. 332
Figura 10.2	Ficha técnica del material termoplástico BC345MO	p. 333
Figura 10.3	Ficha técnica del material termoplástico Nepol GB303HP	p. 334
Figura 10.4	Ficha técnica de la fibra de refuerzo tipo basalto	p. 335
Figura 10.5	Ficha técnica de la fibra de refuerzo tipo vidrio	p. 336
Figura 10.6	Peróxido utilizado en la funcionalización de la matriz polimérica	p. 337
Figura 10.7	Organosilano utilizado en la funcionalización de las matrices.	p. 337
Figura 10.8	Anhídrido maleico utilizado en la funcionalización de las matrices	p. 337
Figura 10.9	Organosilano utilizado en la funcionalización de las fibras	p. 337
Figura 10.10	Representación esquemática y máquina utilizada para los ensayos de tracción	p. 339
Figura 10.11	Representación esquemática y máquina utilizada para los ensayos de HDT	p. 340
Figura 10.12	Representación esquemática, probeta y máquina utilizada para los ensayos IZOD	p. 341
Figura 10.13	Representación esquemática e impactor utilizado en el ensayo Puncture	p. 342
Figura 10.14	Representación esquemática de los posibles modos de fallo de las probetas del ensayo Puncture Test	p. 343
Figura 10.15	Representación esquemática y equipo utilizado en el ensayo de Índice de Fluidez	p. 344
Figura 10.16	Representación esquemática y equipo utilizado en el ensayo de Reometría Capilar	p. 345
Figura 10.17	Representación esquemática y equipo SEM utilizado	p. 346
Figura 10.18	Representación esquemática y equipo de microscopía óptica utilizado	p. 347
Figura 10.19	TGA muestra GF ₁₇ μ después del proceso de desensimaje químico	p. 348
Figura 10.20	Proceso de eliminación del ensimaje utilizando una fuente láser	p. 349
Figura 10.21	Ejemplo de micrografía de rotura con distintos mecanismos de disipación de energía	p. 351
Figura 10.22	Micrografías de las roturas de dos casos extremos	p. 353
Figura 10.23	Estudio de la Señal/Ruido para el módulo elástico a temperatura ambiente en compuestos de fibra de vidrio	p. 360
Figura 10.24	Estudio de la Señal/Ruido para el módulo elástico a temperatura ambiente en compuestos de fibra de basalto	p. 361

Figura 10.25	Estudio de la Señal/Ruido para el módulo elástico a 80°C en compuestos de fibra de vidrio	p. 362
Figura 10.26	Estudio de la Señal/Ruido para el módulo elástico a 80°C en compuestos de fibra de basalto	p. 362
Figura 10.27	Estudio de la Señal/Ruido para la Tensión de Rotura en compuestos de fibra de vidrio	p. 363
Figura 10.28	Estudio de la Señal/Ruido para la Tensión de Rotura en compuestos de fibra de basalto	p. 363
Figura 10.29	Estudio de la Señal/Ruido para el HDT en compuestos de fibra de vidrio	p. 364
Figura 10.30	Estudio de la Señal/Ruido para el HDT en compuestos de fibra de basalto	p. 364
Figura 10.31	Estudio de la Señal/Ruido para el Izod con entalla en compuestos de fibra de vidrio	p. 365
Figura 10.32	Estudio de la Señal/Ruido para el Izod con entalla en compuestos de fibra de basalto	p. 365
Figura 10.33	Estudio de la Señal/Ruido para el Izod en frío con entalla en compuestos de fibra de vidrio	p. 366
Figura 10.34	Estudio de la Señal/Ruido para el Izod en frío con entalla en compuestos de fibra de basalto	p. 366
Figura 10.35	Estudio de la Señal/Ruido para el Puncture Test en compuestos de fibra de vidrio	p. 367
Figura 10.36	Estudio de la Señal/Ruido para el Puncture Test en compuestos de fibra de basalto	p. 367

GLOSARIO DE TÉRMINOS

A

α_f	Coefficiente de expansión térmica de la fibra de refuerzo
α_m	Coefficiente de expansión térmica de la matriz polimérica
ABS	Copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno
AFM	Microscopía de fuerza atómica

B

BF	Fibra de basalto
BP	Contrapresión durante la plastificación en el proceso de inyección

D

DRIFT	Espectroscopia de reflexión difusa
DSC	Calorimetría diferencial de barrido
DTBH	2,5-dimetilhexano-2,5-di-ter-Butil

E

E	Módulo de Young
E_c	Módulo de Young del material compuesto
E_f	Módulo de Young de la fibra de refuerzo
E_m	Módulo de Young de la matriz polimérica
EDH	Extrusora doble husillo

F

FTIR	Espectroscopia Infrarroja por transformada de Fourier
------	---

G

GF	Fibra de vidrio
G_m	Módulo de cizalla de la matriz polimérica

H

HDT	Temperatura de deflexión bajo carga
HP	Presión posterior durante la compactación en el proceso de inyección

M

MAH	Anhídrido maleico
MFI	Índice de fluidez
MO	Microscopía óptica

P

PA	Poliamida
PC	Policarbonato
PC-ABS	Mezcla física de Policarbonato y ABS
PP	Polipropileno
PP-PE	Copolímero de polipropileno y polietileno

R

RC Reometría capilar

S

SEM Microscopía electrónica de barrido

SFFT Test de fragmentación de fibra

T

TGA Análisis termogravimétrico

T_g Temperatura de transición vítrea

T_s Temperatura de solidificación

V

VTEO Viniltrietoxisilano

VTMO Viniltrimetoxisilano

V_f Fracción volumétrica de la fibra de refuerzo

V_m Fracción volumétrica de la matriz

V_{rodar} Velocidad angular de giro del husillo

Capítulo I

1. INTRODUCCIÓN, OBJETIVOS Y METODOLOGÍA

1.1. INTRODUCCIÓN

El creciente aumento de las expectativas solicitadas por los clientes y la necesidad de cumplir las cada vez más exigentes normativas impuestas (en materia de seguridad, emisión de CO₂, reciclabilidad y desarrollo sostenible) en un entorno muy competitivo, hacen necesario aumentar significativamente el valor añadido de los productos tradicionales y la reducción tanto de los costes como de los plazos de desarrollo de los productos demandados.

El nuevo escenario creado por las normativas sobre emisión de CO₂ en vehículos nuevos^{1,2} está siendo un importante elemento perturbador/dinamizador para el empleo de nuevas tecnologías y materiales en el sector del transporte. Asistimos al desarrollo y a la consolidación de nuevos sistemas de propulsión (motores eléctricos, pilas de combustible, sistemas híbridos), nuevos combustibles y nuevos materiales que sean capaces de aportar eficiencia energética sin penalizar el coste total de los vehículos.

En este escenario surge uno de los conceptos claves que siguen todos los fabricantes de vehículos: **la reducción de peso a igualdad de prestaciones.**

El reglamento 443/2009 de la CE marca un nuevo objetivo de emisión máxima de 95 gramos de CO₂/km para el año 2020. Este reglamento restringe todavía más la emisión de CO₂ comparada con la decisión 1753/2000 que establecía un máximo de 120 gramos de CO₂/km con fecha límite de 2010. La presión para reducir las emisiones de CO₂ va a ser una constante que requiere nuevas soluciones a corto y medio plazo.

Desde el punto de vista de los materiales, este aumento de valor añadido y la reducción del plazo-coste en el desarrollo de producto se ha de conseguir, necesariamente, mediante la utilización de nuevos materiales con propiedades diseñadas a medida, a través de procesos de transformación optimizados y mediante el empleo de una rigurosa metodología de desarrollo de producto-proceso que incorpore, en las primeras etapas del desarrollo de los productos, el potencial predictivo de las simulaciones numéricas.

Durante las últimas décadas hemos asistido a la progresiva incorporación de materiales poliméricos en todos los sectores industriales reemplazando progresivamente a otros materiales. Los materiales poliméricos poseen una serie de características intrínsecas que los hacen especialmente adecuados para su utilización en productos de alto valor añadido. Son materiales ligeros, con elevadas propiedades mecánicas específicas, potencialmente reciclables, pueden mezclarse y/o reforzarse a medida, poseen elevada resistencia a las agresiones medioambientales, presentan gran versatilidad en el diseño de componentes y pueden conformarse utilizando tecnologías de transformación relativamente baratas especialmente adecuadas para grandes volúmenes de producción.

Aunque el conocimiento que se pretende alcanzar durante el desarrollo de este trabajo de investigación es aplicable a cualquier sector industrial, resulta particularmente interesante enfocado hacia aquellos sectores en los cuales el aumento de prestaciones en seguridad, la reducción de peso, la reciclabilidad y la integración de funciones es más crítico. Desde este punto de vista el sector del transporte es uno de los más interesantes para la aplicación de materiales poliméricos diseñados a medida.

De entre todas las características asociadas a los materiales poliméricos anteriormente descritas, vamos a destacar la posibilidad de reforzar de forma significativa la matriz polimérica con fibras discontinuas de elevadas prestaciones mecánicas, consiguiendo de esta manera, un material compuesto. Las características y propiedades de estos materiales compuestos serán función de la matriz polimérica de partida, del tipo de fibra de refuerzo, de la interacción matriz-fibra y de las variables específicas de proceso utilizadas en el conformado del producto final.

Conjugando las necesidades demandadas en el sector de automoción con las características y propiedades asociadas a los materiales poliméricos compuestos, se ha producido un importante desarrollo de los materiales poliméricos termoplásticos reforzados con fibras inorgánicas compuestas fundamentalmente por sílice. En particular, los desarrollos más significativos en el sector de automoción se han producido en materiales poliméricos de tipo poliolefínico reforzados con fibra de vidrio.

Junto a la utilización de distintos tipos de fibra de vidrio como refuerzo discreto de matrices poliolefínicas, destaca la progresiva utilización de la fibra de basalto como competencia directa de la tradicional fibra de vidrio. Aunque en la actualidad la utilización de fibra de vidrio como refuerzo de materiales compuestos utilizados en automoción es varios ordenes de magnitud superior a la utilización de fibra de basalto, no es menos cierto que la fibra de basalto posee características diferenciadoras, que podrían impulsar su utilización para este tipo de materiales compuestos en las próximas décadas.

Los materiales termoplásticos reforzados con fibras discontinuas y transformados mediante procesos de alta cadencia productiva presentan un comportamiento extremadamente complejo. La dificultad de analizar y modelizar el comportamiento de este tipo de materiales se basa en tres motivos fundamentales:

En primer lugar, la gran cantidad de variables intrínsecas asociadas a los propios materiales que constituyen el material compuesto. Además de las propiedades de la matriz termoplástica

utilizada influyen las características químicas y morfológicas del refuerzo discontinuo utilizado y, no menos importante, la interacción que tiene lugar entre la matriz y la fibra. La transmisión de esfuerzos entre la superficie de la fibra y la matriz polimérica influye notablemente en las características finales del material compuesto. Estos fenómenos están determinados por la interacción entre el compatibilizante de la matriz polimérica y el tratamiento químico de la propia fibra (ensimaje).

En segundo lugar, el rango de valores que se les exige a las propiedades de los materiales compuestos es muy amplio y, en muchas ocasiones, incompatibles. No se trata únicamente de elegir/diseñar un material compuesto para, por ejemplo, maximizar su rigidez a temperatura ambiente y esfuerzo cuasi-estático (módulo elástico) sin tener en cuenta el resto de propiedades mecánicas. El problema real es conseguir un equilibrio entre propiedades de rigidez, elongación a rotura, absorción de energía, fatiga, etc..., en un rango amplio de temperaturas y ante velocidades de aplicación de la carga muy diversas. Es habitual que las variables intrínsecas del material con las que se consigue maximizar una de estas propiedades, disminuya drásticamente el valor de otra de las propiedades que se desea mejorar. Aunque el ejemplo más habitual es la relación inversa entre la rigidez y la elongación a rotura que presentan la mayoría de los materiales, en la práctica se presentan otras muchas interacciones entre las propiedades mecánicas.

En tercer lugar, las propiedades que queremos maximizar son las propiedades reales del material, es decir, aquellas que se consiguen después de que el material compuesto haya sufrido el proceso de transformación asociado para convertirlo en el producto deseado. Es habitual asumir como hipótesis de partida que el material compuesto no va a sufrir modificaciones significativas durante el proceso de transformación y que, por lo tanto, el diseño del proceso de transformación no es importante. Considerar que el material plástico una vez procesado va a presentar propiedades mecánicas similares a las que tiene antes del proceso de transformación puede llevarnos a resultados erróneos e, incluso, catastróficos.

En la actualidad se están detectando serios problemas de falta de predictividad de las simulaciones mecánicas utilizadas en el desarrollo

de producto cuando se utilizan materiales compuestos reforzados con fibras discontinuas. Uno de los principales problemas radica precisamente en que las propiedades nominales con las cuales se realizan los cálculos de simulación no tienen en cuenta la variación que dichas propiedades pueden sufrir debido a las variables utilizadas en el proceso de transformación. Conocer estas variaciones y diseñar los procesos de transformación para minimizar estos problemas es básico para poder utilizar las simulaciones de comportamiento mecánico como herramienta predictiva en el desarrollo de producto-proceso.

El presente trabajo de investigación se engloba dentro de la estrategia general de la Fundación Cidaut en el desarrollo de nuevos procesos y materiales que puedan ser utilizados en los sectores del transporte y energía, optimizando prestaciones y coste^{3,4,5,6,7,8,9,10,11}.

1.2. OBJETIVOS

El objetivo principal de este trabajo de investigación es el desarrollo de una Metodología que nos permita:

1. Diseñar “*a medida*” materiales compuestos de matriz termoplástica poliolefínica y refuerzo discontinuo (fibras de vidrio o basalto).
2. Diseñar el proceso de transformación óptimo asociado a los materiales compuestos desarrollados.
3. Predecir las propiedades mecánicas que tendrá el material compuesto diseñado tras el proceso de transformación.

El diseño del material consiste en la elección adecuada de la matriz poliolefínica (viscosidad, grado y tipo de funcionalización), de la fibra de refuerzo (tipo, longitud, diámetro, tratamiento superficial) y de la interfase matriz-fibra (relación entre la funcionalización de la matriz y el tratamiento superficial de la fibra).

Con el término “*a medida*” nos referimos al diseño de materiales que cumplan los requerimientos mecánicos asociados a cada aplicación específica optimizando la relación prestación/coste.

El diseño del proceso de transformación consiste en la determinación del valor de las variables del proceso para optimizar las propiedades mecánicas del material diseñado una vez procesado.

Para alcanzar el objetivo principal anteriormente mencionado se han establecido los siguientes objetivos parciales:

- Determinar los requerimientos funcionales asociados a las aplicaciones a las cuales van dirigidos los materiales que se pretenden diseñar.
- Tipificar los ensayos normalizados que nos permitan cuantificar los requerimientos funcionales de las aplicaciones objeto de estudio.
- Elegir las variables fundamentales intrínsecas al material y jerarquizar la influencia que cada una de estas variables tiene en cada una de las propiedades mecánicas objeto de estudio.
- Elegir los procesos básicos de transformación asociados a las aplicaciones objeto de estudio y determinar las variables básicas de proceso.
- Jerarquizar la influencia que las variables de proceso tienen en cada una de las propiedades mecánicas de los materiales.
- Cuantificar la influencia que cada una de las variables estudiadas (intrínsecas y de proceso) tienen en cada una de las propiedades mecánicas analizadas. Generar los modelos matemáticos de comportamiento.
- Comparar las propiedades mecánicas entre los compuestos de fibra de vidrio y fibra de basalto.

1.3. METODOLOGÍA

Para conseguir los objetivos planteados en este trabajo de investigación se ha diseñado una metodología de trabajo que se expone a continuación.

En el **Capítulo II** se presenta una revisión de las características y propiedades de los materiales compuestos de matriz poliolefínica y refuerzo discontinuo. También se realiza una descripción de las principales teorías desarrolladas hasta la fecha que intentan explicar las propiedades finales de los materiales compuestos con refuerzo discreto en función de las variables intrínsecas del propio material y de las variables específicas del proceso de transformación.

Junto a la revisión bibliográfica se realiza un estudio para elegir la familia de aplicaciones a las cuales se destinarán los materiales compuestos a desarrollar. Los requerimientos funcionales impuestos en los cuadernos de cargas de las aplicaciones elegidas servirán de guía para determinar cuáles son las propiedades mecánicas en las cuales centraremos nuestra atención. De esta manera habremos elegido qué propiedades mecánicas vamos a medir en los materiales compuestos desarrollados y cómo las vamos a medir.

Con el objetivo de disponer de unos valores de referencia con los que poder comparar las propiedades mecánicas de los compuestos desarrollados, se analizarán las propiedades mecánicas de materiales compuestos actualmente disponibles en el mercado. La caracterización de los materiales comerciales seleccionados nos servirá, además, para validar las teorías predictivas estudiadas.

En el **Capítulo III** se estudian los distintos tipos de diseños de experimentos que existen y la idoneidad de su utilización para el caso de estudio que nos ocupa. Debido a la gran cantidad de variables que se desean estudiar se ha optado por un diseño de experimentos basado en matrices ortogonales que nos permitirá analizar una cantidad importante de variables con un número moderado de experimentos. Debido a que se desean estudiar dos grupos de variables muy diferentes (las intrínsecas al material y las asociadas al proceso de transformación) se

ha optado por realizar dos diseños de experimentos independientes, uno por cada tipo de variable.

Las variables objeto de estudio (tanto intrínsecas al material como las asociadas al procesado del material) se obtendrán de los estudios realizados en el Capítulo II y del conocimiento previo disponible en la Fundación Cidaut asociado a los trabajos de investigación realizados con anterioridad. Elegidas las variables objeto de estudio, se determinarán los niveles de dichas variables en los cuales se centrará la investigación.

En el **Capítulo IV** se engloban todos los estudios y trabajos llevados a cabo para fabricar las probetas de los materiales compuestos definidos por los diseños de experimentos. Esta fase comienza con la selección y aprovisionamiento de los materiales de partida. El aprovisionamiento incluye las matrices poliolefínicas, las distintas fibras discretas objeto de estudio (vidrio y basalto) y los materiales necesarios para fomentar la adherencia fibra-matriz (compatibilizantes y agentes de acoplamiento).

Una vez aprovisionados todos los materiales necesarios para realizar la investigación se procederá a la puesta a punto de los procedimientos necesarios para la fabricación de las probetas sobre las que se realizará la caracterización macro-micro mecánica. Para que las probetas sean representativas de los fenómenos que se quieren estudiar y no se introduzca incertidumbre en los resultados, es necesario garantizar la correcta fabricación de las probetas con cada combinación de materiales elegida.

Existen dos fenómenos que hay que controlar ya que pueden provocar una distorsión importante de los resultados obtenidos, y, por lo tanto, dificultar o imposibilitar la extracción final de conclusiones. El primer fenómeno a tener en cuenta es la eliminación completa del ensimaje primitivo de las fibras y la correcta aplicación del ensimaje apropiado para matrices poliolefínicas, el mismo para todas las fibras. El segundo fenómeno a considerar es la correcta dispersión de la fibra en la matriz polimérica (sobre todo cuando la longitud de la fibra sea significativa). Una mala dispersión de la fibra en la matriz provocará una

deficiente adherencia entre los dos componentes y, como consecuencia, pobres propiedades mecánicas independientemente del resto de los factores considerados.

En los **Capítulos V y VI** se presentan los resultados obtenidos de los estudios realizados. Definidas las propiedades mecánicas que se desean medir y fabricadas las probetas para cada uno de las combinaciones de materiales y de procesamiento determinadas por el diseño de experimentos correspondiente, se procederá a la caracterización completa de las mismas. Para realizar la caracterización (tanto macro como micro-mecánica) se utilizarán los ensayos normalizados correspondientes.

En el **Capítulo VII** se presenta un resumen de todos los resultados generados así como la aplicación práctica de estos resultados a dos casos de estudio correspondientes a dos piezas del automóvil.

En el **Capítulo VIII** se recogen y presentan todas las conclusiones extraídas de los estudios realizados en el presente trabajo de investigación.

En el **Capítulo IX** se presentan las referencias bibliográficas más significativas utilizadas en la presente investigación.

En el **Capítulo X** se agrupan, en forma de Anexos, toda la información auxiliar relativa al tema estudiado que se considera interesante. La inclusión de esta información en Anexos separados del cuerpo principal del trabajo obedece al intento de clarificar la exposición principal, restringiendo dicha exposición a los aspectos verdaderamente significativos del trabajo realizado. Estos Anexos incluyen, entre otras cosas, las fichas técnicas de todos los materiales utilizados, la descripción de las técnicas experimentales estándares, las técnicas experimentales probadas y desechadas para determinados fines, el estudio de robustez utilizando la relación Señal/Ruido y el análisis mediante SEM de las micrografías obtenidas de las fracturas de los materiales compuestos analizados.

Capítulo II

2. MATERIALES TERMOPLÁSTICOS REFORZADOS. MORFOLOGÍA Y PROCESADO. MODELOS PREDICTIVOS DE COMPORTAMIENTO MECÁNICO

2.1. INTRODUCCIÓN

En este capítulo se presenta una breve descripción de la morfología de los materiales compuestos de matriz polimérica, analizando tanto los materiales que los forman como la interacción entre el sustrato y el refuerzo en la zona de interfase. Se realizará un repaso de los principales modelos que intentan predecir las propiedades mecánicas finales de los materiales compuestos formados por matriz polimérica y refuerzo de fibra discontinuo. Igualmente se presentarán las principales tecnologías de transformación utilizadas para procesar materiales compuestos.

Existen múltiples definiciones de lo que es un material compuesto. Por ejemplo *“se entiende por material compuesto aquel formado por dos o más componentes, de forma que las propiedades del material final sean superiores a las de los componentes por separado¹²”*. Asumiendo siempre que el material ha sido fabricado por la mano del hombre y que los distintos tipos de materiales que componen el compuesto tienen propiedades y características diferenciadoras.

La anterior definición engloba a la mayoría de los materiales actualmente utilizados por el hombre, desde el hormigón armado hasta los metales reforzados con partículas cerámicas, pasando por los materiales poliméricos reforzados con fibras inorgánicas.

Aunque los materiales compuestos anteriormente mencionados son radicalmente distintos entre sí, el concepto de fabricación es siempre el mismo: por un lado tenemos un material base, normalmente mayoritario en peso (que denominaremos matriz) y por otro lado tenemos un material minoritario disperso en la matriz (que denominaremos refuerzo).

La matriz, suele ser homogénea, barata y de prestaciones mecánicas limitadas, es la base del material compuesto. Su misión fundamental, dentro del material compuesto, es dar cohesión a los refuerzos, protegerlos del desgaste y de las agresiones externas.

El refuerzo, normalmente caro y de elevadas prestaciones mecánicas, tiene como misión, dentro del material compuesto, elevar sensiblemente las propiedades mecánicas de la matriz, es decir “reforzar”.

Para que los dos tipos de materiales formen realmente un material compuesto hay que conseguir que ambos materiales trabajen de forma conjunta, a poder ser de forma sinérgica. Para ello no basta con analizar y elegir adecuadamente cada uno de los materiales por separado sino que es fundamental estudiar los fenómenos de interacción entre los materiales que se produce en la zona de unión de ambos. Dicha zona de unión se denomina **interfase** y es una de las claves para diseñar materiales optimizados en propiedades mecánicas frente a densidad y coste.

La facilidad que tienen los materiales poliméricos de interaccionar con refuerzos de distinta naturaleza y morfología han facilitado la masiva introducción de este tipo de materiales en todas las áreas productivas.

Autores como White J.R., Nando G.B., Gupta B.R.¹³, Michaeli W.¹⁴ afirman que es precisamente esta capacidad de los materiales poliméricos para formar materiales compuestos de fibra discontinua y transformables por múltiples tecnologías la clave fundamental del éxito

de este tipo de materiales. Entre los materiales utilizados en la industria podemos citar¹²:

Materiales termoplásticos utilizables como matriz:

Polipropileno, Polietileno, Copolímeros PP-PE.

Acilonitrilo-Butadieno-Estireno, Poliestireno.

Poliamida₆ Poliamida_{6/6}, Poliamida_{6/10}, Poliamida_{6/12},

Polietilen-tereftalato, Polibutilen-tereftalato.

Policarbonato, PC+ABS.

Resinas acetálicas.

Polisulfona, Polieter-sulfona. Poli-imida. Polieter-éter-cetona, Polieter-cetona-cetona.

Materiales de refuerzo en forma de fibra:

Fibra de vidrio: **A** (alto contenido en álcali resistencia química). **AR** (álcali resistente, para hormigón). **B** (boro, buenas propiedades eléctricas y gran durabilidad). **C** (químico, entre tipo A y E). **D** (dieléctrica, altas propiedades dieléctricas). **E** (eléctrico). **ERC** (eléctrico y resistente químico).

S (resistente, mayores propiedades mecánicas). **X** (transparente a rayos X).

Fibra de carbono: **HM** (alto módulo). **HR** (alta resistencia). **Intermedias** (módulo o resistencia a medida).

Fibras vegetales: Sisal. Yute. Kenaf. Pulpa de plátano. Cáñamo.

Fibras orgánicas: Aramida bajo módulo. Aramida alto módulo. Polietileno.

Fibras metálicas: Aceros inoxidables. Aluminio y aleaciones. Cobre y aleaciones. Hierro y aleaciones férricas. Titanio.

Fibra de basalto.

Fibra de boro.

Con una adecuada modificación de la matriz y/o de la fibra es posible diseñar materiales compuestos de matriz termoplástica con todas las combinaciones de los materiales anteriormente expuestos. Por otra parte hay que considerar que los propios materiales termoplásticos pueden mezclarse entre sí, bajo ciertas condiciones, para formar mezclas ("*blends*") creando, de esta forma, nuevos materiales utilizables como matrices.

Las combinaciones posibles se vuelven todavía mayores al considerar que las fibras de refuerzo pueden incorporarse a las matrices en distintos porcentajes y morfologías (desde el tamaño nanométrico, en algunos casos, hasta fibra continua formando tejidos de distintos tipos, pasando por tamaños micrométricos y milimétricos).

Los materiales compuestos en los que vamos a centrar el presente trabajo de investigación son materiales de matriz termoplástica poliolefínica y refuerzo discontinuo de fibras inorgánicas formadas mayoritariamente por sílice (fibras de vidrio o basalto). Tradicionalmente este tipo de materiales compuestos se han denominado “*de fibra corta*” (“*short fibre polymer composites*”). Podemos admitir esta denominación, teniendo en cuenta que, en algunos casos, estamos hablando de fibras de refuerzo del orden de diez milímetros de longitud.

En el presente trabajo de investigación nos vamos a centrar en el estudio de fibras de longitud 0,3-12 mm. El rango de longitudes seleccionado permite diseñar materiales compuestos transformables por inyección, extrusión y/o compresión.

Los materiales compuesto que se van a diseñar y estudiar en el presente trabajo, con las consideraciones anteriormente mencionadas, presentan un comportamiento termomecánico extremadamente complejo. De hecho no existe ningún modelo teórico que pueda predecir, a partir de la composición de cada uno de los materiales individuales que configuran el material compuesto, cuales van a ser las propiedades finales del mismo.

Las principales causas que provocan la falta de predictividad de las teorías que intentan modelar el comportamiento termomecánico de los materiales compuestos de matriz polimérica y fibra discreta son:

1. El comportamiento de las matrices poliméricas termoplásticas por sí mismas ya es bastante complejo. Las propiedades mecánicas macroscópicas presentan una fuerte dependencia tanto de la temperatura como de la velocidad de deformación.
2. Las variables de proceso influyen significativamente en la estructura de la matriz. La morfología del material matriz puede presentar grandes variaciones en función de cómo haya sido procesado. En particular, para materiales semi-cristalinos, las condiciones específicas (presión, temperatura, tensión de cizalla) bajo las cuales se producen los cambios morfológicos asociados a la transición entre el estado fundido y el estado sólido, dan

lugar a comportamientos complejos del material frente a sollicitaciones mecánicas.

3. Aunque la fase mayoritaria es la matriz, es el refuerzo quien aporta fundamentalmente las propiedades mecánicas. El refuerzo también puede sufrir modificaciones estructurales en función de las condiciones de procesado a la que haya sido sometido.
4. En el diseño de los materiales compuestos es fundamental la región denominada interfase en la cual se produce la interacción matriz-refuerzo. Esta región es, en general, poco conocida. Además la morfología de la interfase depende tanto de las características de los materiales involucrados como de las condiciones específicas del proceso.

Los modelos que intentan predecir el comportamiento mecánico de los materiales compuestos no son teóricos sino semi-empíricos. Es decir, en dichos modelos existen determinados parámetros que deben ser ajustados en función de cada caso particular. Cuanto más extrema sea la temperatura y mayor la velocidad de aplicación de la sollicitación mecánica, menor es la predictividad de los modelos y más empíricos se vuelven.

El objetivo de este trabajo de investigación no es proponer un modelo semi-empírico alternativo a los existentes. Dada la dificultad (por no decir imposibilidad) de tener capacidad predictiva en este ámbito, nos vamos a centrar en, por lo menos, conocer la influencia relativa que cada una de las variables controlables (tanto intrínsecas a los materiales utilizados, como las asociadas al proceso de transformación) tienen en la variación de las propiedades mecánicas básicas necesarias para diseñar un producto-proceso.

Con los datos obtenidos de las caracterizaciones mecánicas, realizadas en la presente investigación, se ajustarán modelos matemáticos sencillos que relacionen las propiedades mecánicas con las variables estudiadas. Dichos modelos, aunque tienen un ámbito de aplicación muy limitado (restringido al perímetro delimitado por las variables y niveles elegidos), describen razonablemente bien la influencia de cada variable.

2.2. MATERIALES TERMOPLÁSTICOS POLIOLEFÍNICOS

En el presente trabajo de investigación se han elegido las matrices termoplásticas poliolefinicas como las matrices objeto de estudio para el diseño y fabricación de materiales compuestos.

Varias han sido las causas que han motivado dicha elección.

En primer lugar, son materiales baratos (1-1.5 €/kg) y con elevadas propiedades mecánicas específicas. Por lo tanto son materiales de amplio potencial de utilización, sobre todo en el sector del transporte. De hecho, las poliolefinas son la familia de materiales plásticos más utilizada actualmente en la fabricación de vehículos (entre el 35 y el 45% de todo el material plástico que hay en un vehículo pertenece a la familia de las poliolefinas).

En segundo lugar, son materiales fácilmente transformables mediante tecnologías comúnmente utilizadas en sectores que requieren producción masiva. Presentan temperaturas de transformación relativamente bajas (por debajo de 250°C), los tiempos de permanencia en las máquinas pueden ser elevados y los productos de descomposición son relativamente inocuos.

En tercer lugar, presentan un potencial muy elevado debido a su gran versatilidad y capacidad para formar tanto copolímeros como materiales compuestos reforzados.

La poliolefina más utilizada en el sector del transporte es el polipropileno. Sin embargo, para aumentar el rango de propiedades mecánicas (sobre todo ductilidad a baja temperatura), se han desarrollado múltiples co-polímeros de polipropileno con polietileno.

En último lugar cabe destacar que son materiales semicristalinos y de carácter apolar. Ambas características hacen que su comportamiento sea complejo y representativo de la dificultad asociada al diseño y predicción de las propiedades mecánicas de los materiales compuestos.

Aprovechando la inherente compatibilidad química entre el polipropileno y el polietileno se han desarrollado múltiples procesos que permiten obtener materiales poliolefinicos con interesantes balances

entre rigidez a temperatura elevada y resistencia ante impacto a baja temperatura.

Los contenidos en polietileno varían entre el 5 y el 20% en función del tipo de copolímero que se quiera fabricar. Cuando el contenido en polietileno es superior a esos porcentajes entramos en el mundo de los elastómeros etileno-polipropileno (EPR, EPDM,...).

Dentro de los copolímeros PP-PE cabe destacar tres tipos:

- PP-PE copolímero al azar.
- PP-PE copolímero secuenciales.
- PP-PE copolímeros heterofásicos.

En el presente trabajo de investigación se han utilizado dos copolímeros PP-PE heterofásicos del fabricante Borealis de distinto grado de viscosidad (BC245MO y BH345MO). Estos dos materiales son ampliamente utilizados actualmente en la industrial del automóvil. En el **Anexo I** se muestran las hojas técnicas proporcionadas por el fabricante.

A continuación se hace una breve descripción de cómo se fabrican y de las principales características de los copolímeros PP-PE.

PP-PE copolímero al azar

Este tipo de copolímeros también se denominan "*random*". Se elaboran en un único reactor introduciendo a la vez propileno y etileno. La cantidad de polietileno está en el intervalo 5-10%. Por debajo de esta cantidad de PE no se consiguen efectos significativos, mientras que por encima del 10% de PE se produce síntesis de EPR (caucho de etileno-propileno).

En este material se pueden formar cristales mixtos (estructura cristalina compartida entre PP y PE) o sólo cristalizar el PP expulsando al PE a la fase amorfa. Siempre se produce reducción de la cristalinidad y ensanchamiento del rango de fusión hacia temperaturas más bajas.

PP-PE Copolímero secuenciales

Este tipo de copolímeros también se denominan "*en bloque*" y "*de alto impacto*".

Se elaboran en dos reactores. En uno de los reactores se introduce etileno (40-60%) y propileno para producir un copolímero al azar de naturaleza elastomérica (EPR). En el otro reactor se produce PP isotáctico. A continuación se transporta el EPR al segundo reactor donde está polimerizando el PP isotáctico. Dispersando finamente el EPR en el medio reactivo se consigue que quede rodeado por la matriz de PP. El producto final presenta enlaces químicos entre la matriz principal de PP y la fase “*elastomérica*” dispersa. La fase dispersa no es propiamente un elastómero, presenta una estructura molecular muy compleja.

En estos copolímeros la cantidad total de PE está en el intervalo 5-15%.

PP-PE copolímeros heterofásicos

Este tipo de materiales se obtienen por mezcla física (obtenidas en extrusora) entre un PP isotáctico y un copolímero basado en etileno-propileno que puede ser al azar (EPR, EPDM...) o en bloque. Rigurosamente hablando a este tipo de materiales no se les debería de llamar copolímeros. La segunda fase reduce la cristalinidad de la matriz de PP y, por lo tanto, es el contenido y el tamaño de la fase dispersa la que domina el comportamiento final del material ante los fenómenos de impacto.

Aunque la elaboración es diferente, el rango de propiedades mecánicas que se consigue con los copolímeros PP-PE secuenciales y heterofásicos es muy parecido. De hecho no es inusual que ambos conceptos se utilicen indistintamente, equiparando ambos tipos de materiales.

2.3. FIBRAS DE REFUERZO BASADAS EN SiO₂

2.3.1. Introducción

Para la fabricación de materiales compuestos se pueden utilizar una gran variedad de refuerzos basados en múltiples materiales con composiciones y morfologías diversas, con posibilidad de ser diseñados a medida para cada aplicación concreta.

En este trabajo de investigación nos vamos a centrar en refuerzos tipo fibra cuya composición mayoritaria es sílice (por encima del 50%) y con longitudes en el intervalo 0.3-12 mm.

Aunque no existe una definición “*oficial*” de cuando un refuerzo se considera que es una fibra, está comúnmente aceptado utilizar como criterio de valoración la relación entre la longitud del refuerzo y su diámetro (relación de aspecto). Cuando esta relación L/D supera un determinado valor se considera que el refuerzo es una fibra. El valor L/D límite tampoco está definido, es usual considerar que para valores L/D superiores a 10-15 (más de un orden de magnitud) el refuerzo es suficientemente esbelto para considerar que tiene naturaleza de “*fibra*”.

Las fibras elegidas dentro del estudio realizado en el presente trabajo tienen diámetros de 13 y 17 μm . Para el rango de longitudes de fibra que se desea analizar se obtienen unas relaciones L/D mínimas 17-23 y máximas 706-923.

El motivo por el cual se han elegido como refuerzo las fibras cuya composición mayoritaria es sílice es, fundamentalmente, la excelente relación entre calidad y precio. La fibra de vidrio es un material comúnmente utilizado como refuerzo de materiales compuestos en aplicaciones industriales.

Por otra parte, la fibra de basalto (de composición parecida a la de vidrio) es un material potencialmente alternativo/complementario a la fibra de vidrio y, precisamente, el estudio del potencial de utilización de la fibra de basalto en materiales compuestos es uno de los objetivos del presente trabajo de investigación.

Por último, la elección del rango de longitudes de fibra elegidas (0.3-12 mm) obedece a los siguientes criterios:

1. Debido a la importancia que tiene^{13,14,15} la relación entre la longitud de la fibra y las propiedades mecánicas, se decidió estudiar la longitud de la fibra en un rango amplio, a ser posible de más de un orden de magnitud.
2. Pretender estudiar fibras por encima de 10-12 mm se vuelve inoperativo. En primer lugar, porque cuanto mayor sea la longitud

de la fibra más difícil es obtener placas de compresión sin romper la fibra. Además, para realizar el estudio de propiedades mecánicas, hay que obtener probetas de las placas a través de procesos de mecanizado. Analizando las probetas normalizadas que son necesarias se observa que las dimensiones características de dichas probetas están en ese orden de magnitud. No tiene sentido intentar conseguir fibras más largas y romperlas durante el mecanizado necesario para obtener probetas de caracterización.

3. Pretender estudiar fibras por debajo de 0.3 mm también puede presentar problemas. Dado que los diámetros de las fibras son fijos (13 y 17 μm), disminuir la longitud de la fibra disminuye la relación L/D pudiendo incluso comprometer el concepto de "fibra". Por otra parte, se ha comprobado, empíricamente, que el proceso de molienda utilizado para obtener tamaños de fibra menores conduce a resultados más heterogéneos.

2.3.2. Fibra de Vidrio

La fibra de vidrio se obtiene por estirado (hilado) de vidrio fundido.

De acuerdo con la definición de Morey¹⁶, *"El vidrio es una sustancia inorgánica que se halla en un estado asimilable al líquido, del que es prolongación, pero que, como resultado de un cambio reversible experimentado durante el enfriamiento, alcanza un grado tan alto de viscosidad que puede considerarse sólido a todos los efectos."*

Por otro lado ASTM (*American Section of the International Association for Testing Materials*) define al vidrio como *"producto inorgánico de fusión enfriado hasta un estado rígido no cristalino"*.

En cuanto a estructura, el vidrio se asemeja a un líquido subenfriado, o a la de un líquido con una viscosidad tan alta que se comporta como sólido sin serlo^{18,19,20}. Debido a la alta velocidad de enfriamiento y a la presencia de impurezas, la fibra de vidrio presenta una estructura básicamente amorfa.

En cualquier caso, la característica fundamental que define el vidrio es su estructura amorfa.

El vidrio común está formado por tres componentes fundamentales: óxido de sílice (SiO_2) que forma la base del material, óxido de sodio (Na_2O) que actúa como fundente y óxido de calcio (CaO) que actúa como estabilizante. Además, dentro de la composición habitual del vidrio, podemos encontrar óxido de magnesio (MgO), óxido de aluminio (Al_2O_3), óxido de potasio (K_2O) y óxido de hierro (Fe_2O_3). En la [tabla 2.I](#)¹⁶ puede verse la composición típica que suele encontrarse en el vidrio común.

	SiO_2	Na_2O	CaO	MgO	Al_2O_3	K_2O	Fe_2O_3
Mínimo	68 %	12 %	5 %	0	0	0	0
Máximo	74 %	16 %	12 %	6 %	3 %	3 %	0.5 %

Tabla 2.I: Rango de composición del vidrio común

El vidrio utilizado para la obtención de fibra de vidrio presenta ciertas variaciones en la composición respecto al vidrio común. Por un lado, estas modificaciones en la composición tienen como objetivo elevar las propiedades mecánicas de las fibras mientras que, por otro lado, tienen como objetivo proporcionar a los distintos tipos de fibras sus características diferenciadoras (mayor resistencia química en entornos agresivos, mayor capacidad de aislamiento eléctrico, etc. ...)

En la [tabla 2.II](#)¹⁷ se muestra como ejemplo la composición típica de los tres tipos de fibras de vidrio más utilizados en la industria en general y en la fabricación de materiales compuestos en particular.

	SiO_2	Na_2O	CaO	MgO	Al_2O_3	K_2O	Fe_2O_3	TiO_2	ZnO
Tipo E	56-58%	0.6-0.9%	22-24%	3-3.5%	12-14%	0-0.2%	0.1-0.2%	0.5-	--
Tipo S	64-66%	0-2%	5-11%	6-12%	24-26%	0-2%	0-0.1%	--	--
Tipo ERC	54-60%	0-1%	17-25%	0-5%	9-15%	0-0.2%	0-0.1%	2-2.5%	2-3%

Tabla 2.II: Rango de composición de distintos tipos de fibra de vidrio

Aunque cada tipo de fibra de vidrio presenta una composición típica asociada a las características físico-químicas que se desean conseguir, se pueden apreciar pautas generales:

- La cantidad de óxido de sodio (fundente) es mínima, comparada con la composición del vidrio común. La presencia de Na_2O ayuda a procesar el material al bajar el punto de fusión, pero repercute negativamente en las propiedades físico-químicas de las fibras que se desean obtener y, por lo tanto, la presencia de este material es mínima.
- La cantidad de óxido de aluminio es importante comparada con la composición del vidrio común. Además es significativa la presencia de Al_2O_3 en las fibras de tipo S (las fibras de vidrio de mayores propiedades mecánicas, tanto en módulo elástico como en resistencia a rotura).
- La mayor estabilidad química (fibra tipo ERC) se consigue con óxido de titanio y óxido de circonio en la mezcla. Este tipo de materiales no se utiliza ni en las fibras normales ni el vidrio común debido a su mayor precio.
- En las fibras de vidrio la presencia de óxidos de hierro se considera una impureza. Como se verá en el **Apartado 2.3.3**, ésta es una de las diferencias fundamentales entre las fibras de vidrio y basalto.

Proceso de fabricación de la fibra de vidrio

El procedimiento comúnmente utilizado para producir fibra de vidrio continuo es el denominado “*por fusión directa*”.

El principio fundamental sobre el cuál se basan todos los procesos de producción de fibra de vidrio es siempre el mismo: El estiramiento a muy alta temperatura, por tracción mecánica o por acción de fluidos en movimiento, de una veta o vena de vidrio fundido y su inmediata solidificación^{20,21}.

En la fabricación se distinguen las siguientes fases: Fusión, obtención de fibras y bobinado.

Fusión: La material prima, finamente molida y con un estricto control de humedad, está almacenada en silos y se introduce en el horno

Junto con el material virgen se introduce material reciclado en un porcentaje constante predeterminado. El proceso de fusión se realiza en el interior del horno. Para conseguir la temperatura necesaria para fundir el vidrio (1380-1550°C en función del tipo de fibra de vidrio que se desee conseguir) se pueden utilizar distintos tipos de sistemas de calefacción (gas natural, electricidad, etc...). La masa de vidrio fundida y homogénea sale del horno por unos canales denominados “*forehearth*”.

Obtención de fibras: El material fundido es transportado hasta un sistema de hilado en caliente denominado “*spinneret*”. La masa fundida se hace pasar a través de una placa de forma prismática agujereada fabricada de aleación metálica platino/rodio. La placa se mantiene a alta temperatura (1250 °C) que permite la colada de la masa fundida por gravedad, de esta manera se producen “*barras*” de vidrio con diámetros de varias décimas de milímetro.

Bobinado: Los diámetros finales de las fibras (entre 5 y 20 μm) se consiguen con un proceso de estirado en caliente a gran velocidad. De esta forma se obtienen filamentos (uno por cada orificio) de diámetro controlado. Aprovechando que las fibras todavía están a alta temperatura se consigue un proceso controlado de estiramiento y rápido enfriamiento que proporcionan a las fibras las características mecánicas y morfológicas deseadas. Inmediatamente después del proceso de estirado se procede al proceso de inmersión de las fibras en los componentes orgánicos que proporcionan a las fibras la compatibilización química y la protección ante el desgaste necesaria para poder trabajar con la fibra en los procesos posteriores.

2.3.3. Fibra de Basalto

La fibra de basalto se obtiene por estirado (hilado) de roca basáltica fundida.

El basalto es una roca ígnea volcánica máfica y extrusiva³⁰. El constituyente fundamental es la sílice aunque destaca el alto contenido en hierro y magnesio. Está formado mayoritariamente por dos minerales: piroxeno y feldespatos. También está constituido, aunque de forma minoritaria, por olivino o anfíbol.

Al tratarse de una roca ígnea volcánica, se forma cuando el magma se enfría y se solidifica. La composición del magma y, sobre todo, la distinta velocidad de enfriamiento es lo que da lugar a los diferentes tipos de rocas que existen en la corteza terrestre.



Figura 2.1: Magma solidificando y rocas máficas formadas³¹

En la [figura 2.1](#) puede observarse un río de lava en proceso de solidificación y la estructura típica resultante de las rocas volcánicas máficas.

Las rocas ígneas volcánicas se suelen clasificar atendiendo a dos criterios³⁰: el lugar donde solidifica el magma y la composición química mayoritaria.

Atendiendo al lugar donde solidifica el magma, las rocas ígneas pueden ser intrusivas o extrusivas. Se denominan intrusivas cuando la solidificación tiene lugar en el interior de la corteza terrestre. Se denominan extrusivas cuando la solidificación del magma tiene lugar en la superficie de la corteza terrestre, normalmente tras una erupción volcánica. El enfriamiento de las rocas extrusivas es mucho más rápido que el de las rocas intrusivas, formando estructuras de grano fino.

Atendiendo a la composición mayoritaria, las rocas ígneas pueden ser félsicas, máficas, andesíticas y ultramáficas. La diferencia está en la cantidad de silicatos “claros” y “oscuros”. Los silicatos claros están formados mayoritariamente por potasio, sodio y calcio, mientras

que los silicatos oscuros están formados mayoritariamente por hierro y magnesio.

Las rocas félsicas (graníticas) están formadas mayoritariamente por silicatos claros, la proporción de silicatos oscuros es inferior al 10%. Las rocas máficas (basálticas) están formadas mayoritariamente por silicatos oscuros y calcio. Las rocas andesíticas contienen al menos un 25% de silicatos oscuros. Por composición, están comprendidas entre las rocas félsicas y las rocas máficas.

	Félsicas	Andesíticas	Máficas	Ultramáficas
Intrusivo	Granito	Diorita	Gabro	Peridotita
Extrusivo	Riolita	Andesita	Basalto	Komatita

Tabla 2.III: Principales rocas ígneas volcánicas

Por último, se denominan rocas ultramáficas a aquellas que tienen un contenido en silicatos oscuros superior al 90%. Aunque no son comunes en la superficie de la tierra se cree que son los constituyente principal del manto superior de la corteza terrestre.

En la [tabla 2.III](#) se muestra un breve resumen de las principales rocas ígneas atendiendo al doble criterio de clasificación.

Composición y estructura.

A diferencia de lo que ocurre con el vidrio, debido a la procedencia geológica del material base, es lógico pensar que la materia prima utilizable para la fabricación de fibra de basalto proporcionará unas características físico-químicas y morfológicas particulares en función del yacimiento de procedencia.

El componente principal de cualquier tipo de magma volcánico es el silicio. Por lo tanto, la estructura básica de todas las rocas formadas a partir de magma serán silicatos. La gran variedad de silicatos que existen en la naturaleza se debe a la facilidad de sustitución isomórfica de los átomos de Silicio por otros elementos y la descompensación de carga eléctrica que provocan. Esta descompensación puntual de carga eléctrica provoca la inclusión en las redes de sílice de una gran variedad de cationes metálicos. La propia red de silicio, en función de las

condiciones bajo las cuales se haya formado, puede adoptar diversas formas. En la figura 2.2 se muestra un resumen de las principales estructuras laminares basadas en silicio, con complejidad creciente.

El proceso por el cual el magma fundido se convierte en los distintos tipos de rocas ígneas volcánicas es complejo y no totalmente conocido. El tipo de roca que se pueden obtener del magma depende tanto de la composición química como de la velocidad de enfriamiento del mismo. Además, a medida que el magma volcánico se va solidificando varía la composición química y, en consecuencia, el tipo de roca que se puede formar.

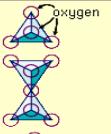
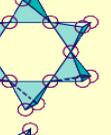
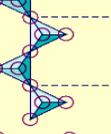
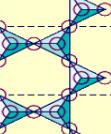
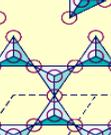
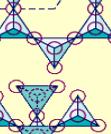
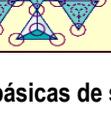
class	arrangement of SiO ₄ tetrahedrons (central Si ⁴⁺ not shown)	unit composition	mineral example
Nesosilicates		(SiO ₄) ⁴⁻	Olivine, (Mg, Fe) ₂ SiO ₄
Sorosilicates		(Si ₂ O ₇) ⁶⁻	Hemimorphite, Zn ₄ Si ₂ O ₇ (OH) ₂ ·H ₂ O
Cyclosilicates		(Si ₆ O ₁₈) ¹²⁻	Beryl, Be ₃ Al ₂ Si ₆ O ₁₈
Inosilicates (single chain)		(Si ₂ O ₆) ⁴⁻	Pyroxene e.g., enstatite, MgSiO ₃
Inosilicates (double chain)		(Si ₄ O ₁₁) ⁶⁻	Amphibole e.g., anthophyllite, Mg ₇ Si ₈ O ₂₂ (OH) ₂
Phyllosilicates		(Si ₂ O ₅) ²⁻	Mica e.g., phlogopite, K ₂ Mg ₃ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂
Tectosilicates		(SiO ₂) ⁰	High cristobalite, SiO ₂

Figura 2.2: Estructuras básicas de silicatos laminares³¹

En la década de 1920 el Dr. N.L. Bowen elabora la teoría más significativa para explicar el origen de los diversos tipos de rocas ígneas que se pueden encontrar en el magma solidificado. El modelo se conoce como “*Series de Bowen*” y constituye, aún en la actualidad, el punto de partida para explicar la gran variedad de tipos de rocas ígneas existentes.

En la teoría elaborada por el Dr Bowen, las rocas ígneas se van formando de forma secuencial, en función de la temperatura de cristalización y de la composición química, siguiendo dos series: la serie continua y la serie discontinua.

En la [figura 2.3](#) se representa la evolución que siguen las rocas ígneas, tanto en la serie discontinua como en la serie continua.

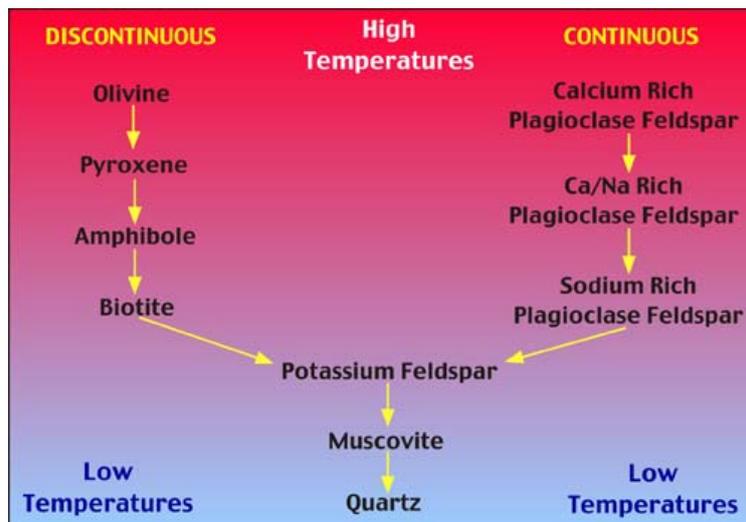


Figura 2.3: Teoría de Bowen, serie continua y discontinua³²

En la serie discontinua, el primer tipo de roca en cristalizar es el silicato de estructura más sencilla (olivino), a continuación se crean los silicatos más complejos hasta llegar a la Biotita. En la serie continua se van creando los distintos tipos de feldespatos, empezando con los feldespatos ricos en calcio y terminando con los feldespatos ricos en sodio. En un punto determinado las dos series se juntan y las rocas formadas siguen evolucionando hasta obtener cuarzo. La estructura totalmente ordenada del cuarzo únicamente puede formarse cuando el resto de elementos distintos del Silicio (Al, Fe, Mg, Na, Ca, etc....) ya han formado otras estructuras.

En la figura 2.4 se muestran, esquemáticamente, las rocas ígneas formadas en función del tipo de magma de partida y la temperatura.

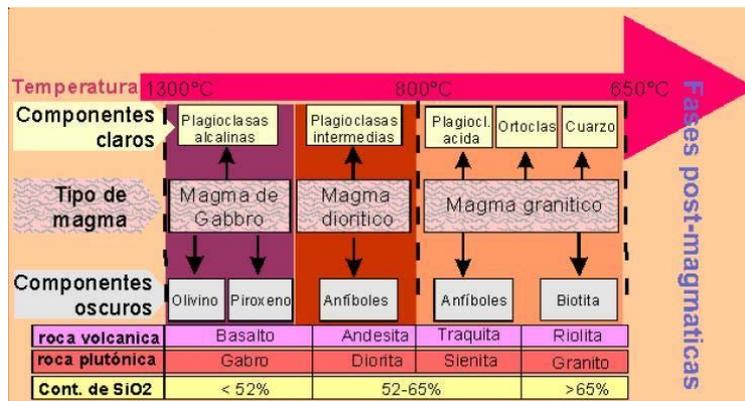


Figura 2.4: Resumen de la formación de rocas ígneas en función del tipo de magma³³

Debido a la variedad química del magma de partida y a la variación del proceso de enfriamiento en función del lugar donde solidifica el magma, los distintos tipos de rocas obtenidos tienen una variación significativa del porcentaje de minerales constituyentes.

En la figura 2.5 puede observarse una distribución de composiciones aproximadas para los tipos de rocas ígneas magmáticas más representativas.

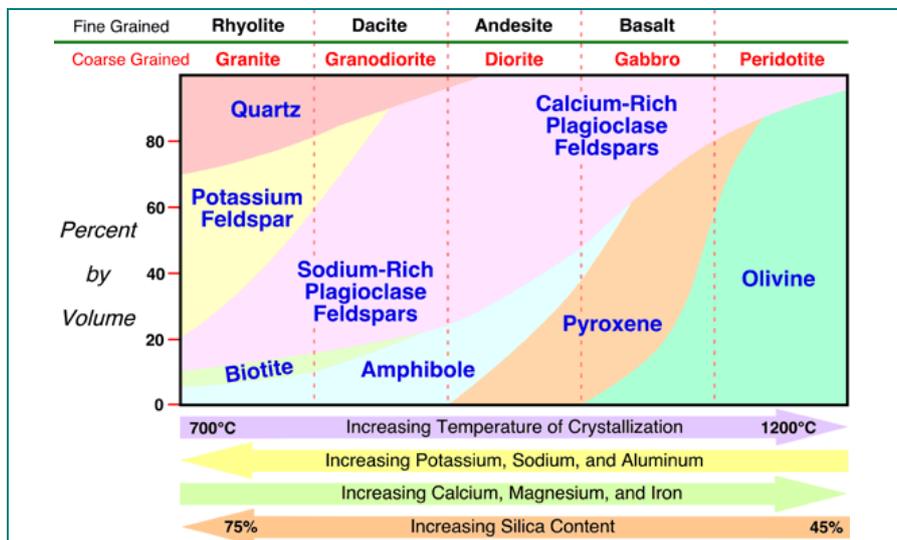


Figura 2.5: Composición aproximada de las principales rocas ígneas volcánicas³²

Centrándonos en la familia del basalto, podemos observar como la composición puede variar drásticamente. Podemos encontrar basaltos sin anfíbol y con altos contenidos de olivino y piroxeno. En el extremo contrario podemos encontrar basaltos sin olivino, cantidades variables de anfíbol y gran cantidad de feldespato cálcico.

Analizando la gran variedad de composiciones que puede tener la materia prima utilizable para la fabricación de fibra de basalto resulta comprensible la extrema dificultad de controlar un proceso de extrusión/hilado en continuo. Igualmente resulta fácil comprender la estrategia habitual de los principales fabricantes de fibra de basalto de utilizar un único yacimiento para obtener la materia prima con la que fabricar sus productos.

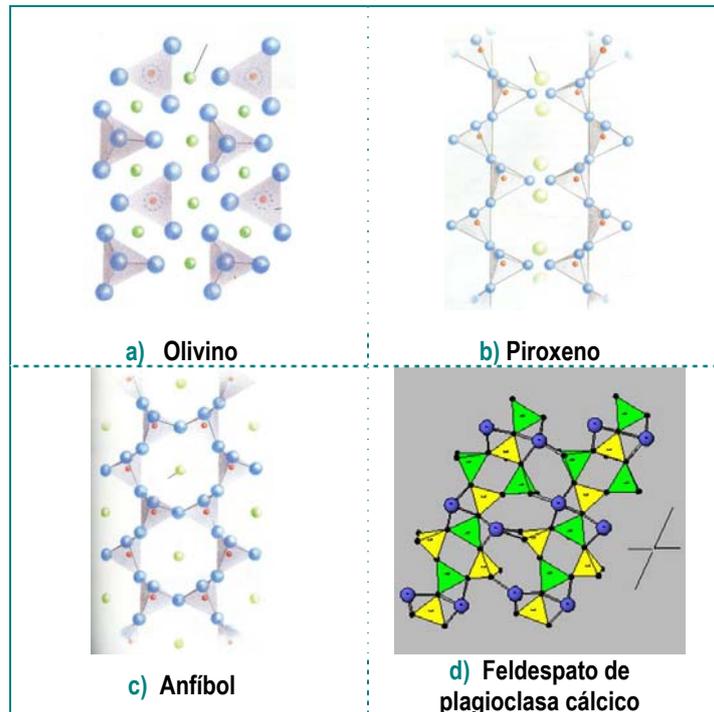


Figura 2.6: Estructura química de los constituyentes del basalto³¹

En la figura 2.6 puede observarse la estructura química simplificada de los componentes fundamentales del basalto. El olivino, piroxeno y el anfíbol son silicatos de distinta complejidad mientras que el feldespato de plagioclasa cálcico es un alumino-silicato. En todos los

casos la carga eléctrica está compensada por la incorporación de cationes metálicos.

Proceso de fabricación de la fibra de basalto

El proceso de fabricación de fibra de basalto continua es, conceptualmente, muy parecido al proceso de fabricación de la fibra de vidrio. En la [figura 2.7](#) se muestra, de forma esquemática, las etapas básicas del proceso de obtención de fibra de basalto.

La roca de basalto triturada es almacenada en un silo (1), a través de una estación de carga (2) y de un sistema transportador (3) es llevado hasta la zona de alimentación del horno principal (4). En el horno principal (5) se funde la roca basáltica a una temperatura variables en función de la composición de la roca (en el intervalo 1450 -1600 °C).

Una vez que la roca ha sido fundida es trasvasada a un segundo horno (6) denominado horno de mantenimiento. La necesidad de un horno de mantenimiento es la principal diferencia con el proceso de fabricación de la fibra de vidrio.

Este segundo horno, cuya misión es homogenizar la temperatura de la masa fundida, es de vital importancia para poder conseguir un proceso de hilado en continuo sin rotura de la fibra.

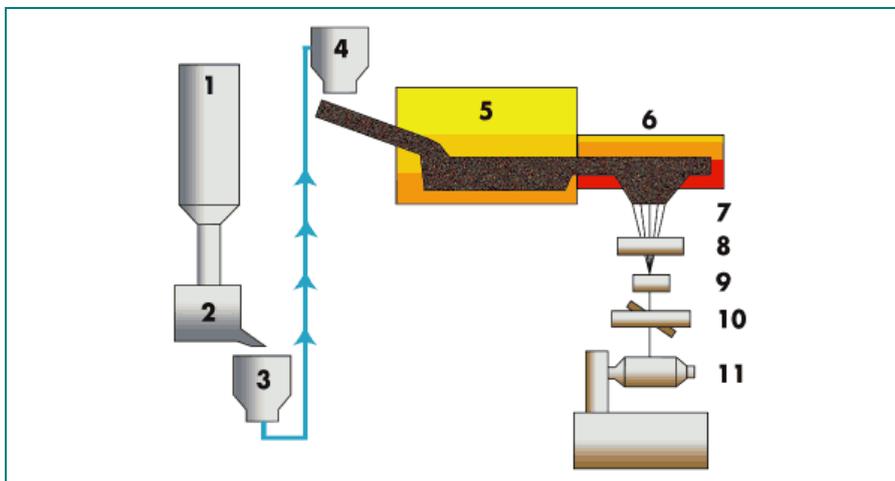


Figura 2.7: Esquema del proceso de obtención de la fibra de basalto³⁴

A la salida del horno de homogeneización se forman los filamentos individuales haciendo pasar la masa de roca fundida a través del “*espinneret*” (7). A partir de este punto, el resto de elementos de la línea son análogos a los utilizados para la fabricación de la fibra de vidrio continua. Una vez que se han formado los hilos individuales se procede al proceso de aplicación de los componentes orgánicos (8), los filamentos individuales forman hebras (9). Utilizando una estación tensora (10) se procede al enrollado automático de los filamentos fabricados (11).

Breve historia de la fibra de basalto

A diferencia de lo que ocurre con la fibra de vidrio, existe una gran diferencia cronológica entre la utilización, por parte del hombre, del basalto como material y de su utilización en forma de fibra.

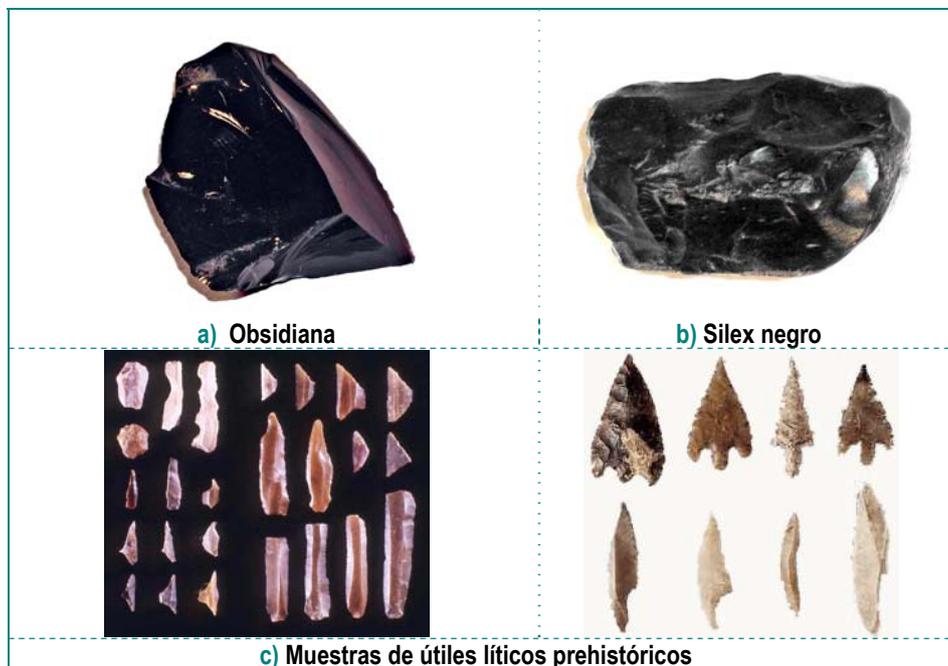


Figura 2.8: Muestra de obsidiana, sílex y útiles líticos prehistóricos^{35,36}

Debido a la facilidad que presentan determinados silicatos (sílex y obsidiana fundamentalmente) para formar lascas cortantes cuando son

golpeados, este tipo de materiales han sido utilizados por el hombre, desde hace millones de años, para la fabricación de útiles y de armas primitivas.

En la [figura 2.8](#) se muestran ejemplos de rocas utilizadas en la fabricación de herramientas ([figura 2.8 \(a\)](#) y [\(b\)](#)) y algunos ejemplos de utensilios fabricados con rocas ígneas ([figura 2.8 \(c\)](#)).

El primer intento de utilización del basalto en forma de fibra se debe a la corporación Johns-Manville. Durante la década de 1920-1930 intentaron hilar roca basáltica para obtener hilos que pudieran utilizar en textiles ignífugos. Con este primer trabajo se demostraron dos aspectos fundamentales de este material: la dificultad para hilarlo en forma de filamento continuo y las superiores prestaciones térmicas comparadas con la fibra de vidrio de la época.

El hito fundamental en el desarrollo de la fibra de basalto se produce a partir de 1960, en plena Guerra Fría, cuando se convierte en un material estratégico en el ámbito militar. En esta época ambas potencias tenían el mismo problema en el desarrollo de los escudos térmicos de los misiles balísticos intercontinentales (ICBM's). La reentrada en la atmósfera de los ICBM's se produce a velocidades próximas a los 30.000 km/h, generando, por fricción con la atmósfera, temperaturas extremas, superiores a las que puede soportar la fibra de vidrio (800 °C).

Para solucionar este problema se necesitaban materiales ligeros que pudieran resistir estas temperaturas extremas. Estados Unidos optó por el desarrollo de la fibra de carbono, mientras que la Unión Soviética se interesó por el desarrollo de la fibra de basalto.

Desde el inicio del interés por el desarrollo de la fibra de basalto (década de 1960) hasta la aparición de las primeras patentes^{37,38} de un proceso controlado para la producción de este material (década de 1990) se han realizado múltiples estudios para dominar esta tecnología.

Como queda de manifiesto, existe una gran diferencia temporal entre los procesos patentados de obtención de fibra de vidrio^{22,23,24,25,26,27,28,29} (década de 1930) y los de fibra de basalto.

El primer intento para definir un proceso que permitiera obtener fibra de basalto de forma controlado fue copiar la tecnología que ya se había desarrollado para la obtención de fibra de vidrio. Los primeros estudios llevados a cabo por el equipo del Dr. Galina Andreevskaya (Instituto de Física-Química de la URSS), aunque no tuvieron el éxito esperado, pusieron de manifiesto los principales problemas asociados al proceso que se pretendía dominar.

La producción de fibra de basalto es muy sensible a los cambios de temperatura de la masa fundida y a la homogeneidad de la misma, por lo tanto se decidió utilizar dos hornos secuenciales, un primer horno de fusión y un segundo horno de estabilización.

Otro de los grandes problemas asociados a la producción de fibra de basalto de forma continua era la rotura aleatoria de la fibra durante el proceso de estirado. Se podían conseguir fibras de basalto del orden de 20 mm de longitud, pero todos los intentos de conseguir fibra continua fracasaban sistemáticamente.

Para intentar solventar este problema, el proyecto de desarrollo de la fibra de basalto fue re-dirigido al Instituto de Ciencias de Materiales de Kiev, dirigido en aquella época por el Dr. Viktor Trefilov, especialista en aleaciones de Platino-Rodio. Con el conocimiento del grupo de trabajo dirigido por el Dr. Trefilov se consiguió diseñar un nuevo material con el que fabricar el “*spinnere*” (placa agujereada por la que se hace pasar a presión el basalto fundido). Este nuevo material desarrollado era una nueva aleación de Platino-Rodio con un agente lubricante que permitía el hilado continuo del basalto fundido de manera estable y homogénea.

Desde que se tiene dominio completo de la tecnología hasta la actualidad se están produciendo importantes avances en la utilización de este material en múltiples sectores productivos, principalmente en aplicaciones ignífugas y de elevada resistencia térmica-corrosiva^{39,40,41,42,43}.

En la última década se han desarrollado y consolidado compañías que se dedican exclusivamente a la fabricación de fibra de basalto cada vez más específica y orientada a la aplicación final que se

pretende desarrollar. Compañías como Kamenny Vek⁴⁴, Basaltex⁴⁵ y Techno Basalt⁴⁶ han experimentado un crecimiento exponencial en los últimos años.

En la actualidad existe una corriente emergente de investigación^{173,174,175,176} y utilización de la fibra de basalto como refuerzo en la fabricación de materiales compuestos de matriz polimérica.

2.4. INTERFASE FIBRA-POLÍMERO

El principal objetivo que se persigue cuando se diseña un material compuesto es conseguir un comportamiento sinérgico de los materiales utilizados. Es decir, que el comportamiento del conjunto formado por los materiales sea superior a la suma del comportamiento de los materiales por separado. El comportamiento que se pretende optimizar puede ser mecánico, térmico, ignífugo, resistencia química, etc....

Centrándonos en los materiales compuestos de matriz termoplástica con refuerzo de fibra discontinuo y tomando como objetivo optimizar las propiedades termomecánicas, es evidente que la matriz polimérica actúa de “*aglomerante*” mientras que la fibra es quien proporciona la mayoría de las propiedades mecánicas deseadas. Sin embargo, los dos componentes del material compuestos deben trabajar de forma conjunta para poder hacer frente a las sollicitaciones termomecánicas a las que va a estar sometido el componente fabricado con el material compuesto diseñado.

La resistencia de un material polimérico reforzado depende directamente de la formación de un enlace fuerte entre la fibra y la matriz⁴⁷. En el comportamiento del material compuesto resulta particularmente importante la zona de unión entre las distintas fases que forman el material. Esta zona de unión, conocida como interfase, se convierte en el “*tercer factor*”, pudiendo tener más importancia relativa que la propia naturaleza de la matriz termoplástica y/o las propiedades mecánicas de la fibra de refuerzo seleccionada.

Aunque cada autor ofrece una definición particular de lo que entiende por “interfase”, el concepto que subyace es siempre el mismo. La definición comúnmente aceptada de lo que es la interfase es *“aquella región del material compuesto en el que se concentran las interacciones entre la fibra y la matriz”*.

En esta región, de tamaño y morfología poco conocida, se producen complejas interacciones a distintas escalas que dependen de múltiples factores, como son la naturaleza química de las matrices y de las fibras, las modificaciones-compatibilizaciones a las que hayan sido sometidos los materiales que interactúan y de las condiciones específicas de procesamiento que hayan experimentado durante el proceso de transformación. Además, el comportamiento de la interfase en cuanto a su forma de transmitir esfuerzos mecánicos entre la matriz y la fibra depende tanto de la temperatura como de la velocidad de aplicación de la sollicitación mecánica exterior.

En general, la eficiencia de la transferencia de las sollicitaciones mecánicas entre la fibra y la matriz está determinada tanto por la interacción molecular en la interfase como por las propiedades de la interfase formada^{47,48,49,50,51} (estructura, espesor y gradiente de propiedades).

En los materiales compuestos formados por matriz polimérica y fibras silíceas no habrá, en general, buena adhesión entre las fases, debido a la escasa interacción intrínseca de estas dos familias de materiales. En particular, cuando la matriz polimérica elegida es una poliolefina, debido a su carácter apolar, todavía será menor la interacción prevista entre la matriz y el refuerzo^{47,48}.

En estas condiciones, para conseguir un buen comportamiento mecánico del material compuesto resultante, es imprescindible fomentar la interacción entre la matriz y el refuerzo mediante diversas técnicas. Entre estas técnicas destaca la funcionalización de la matriz polimérica y la modificación superficial de la fibra de refuerzo (ensimaje).

En la [figura 2.9](#) puede observarse una representación conceptual básica de cómo está constituida una interfase entre una fibra silícea y un material polimérico. En la interfase se pueden distinguir al menos dos

zonas claramente diferenciadas. Por un lado estará la zona en la cual se produce unión química entre el agente compatibilizante y la superficie de la fibra. Por otro lado habrá una zona de difusión en la cual se encontrarán mezcladas cadenas poliméricas del compatibilizante (simbolizadas por círculos blancos) y las cadenas poliméricas del polímero que forma la matriz del material compuesto (simbolizadas por círculos negros)

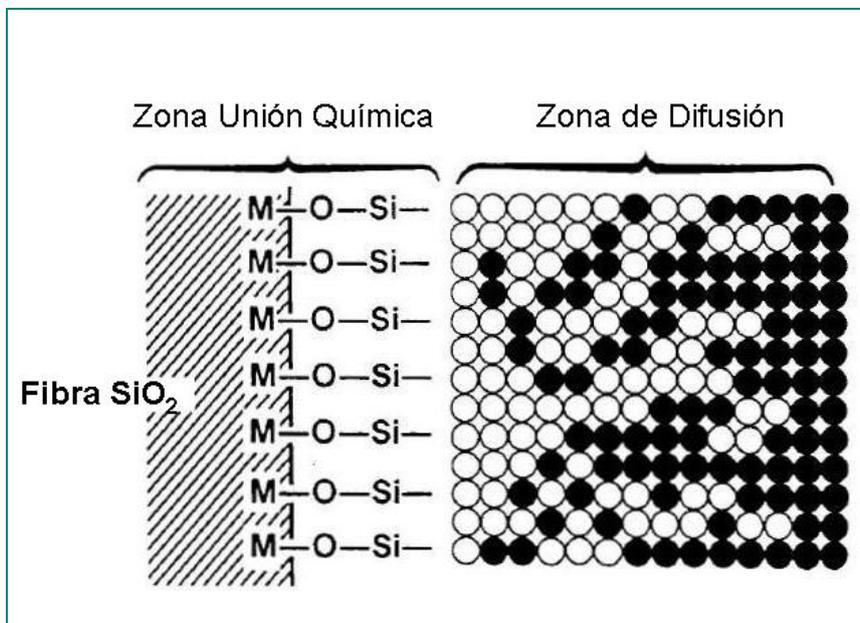


Figura 2.9: Representación esquemática de la interfase Polímero-Fibra silícea⁵⁰

La presencia de grupos funcionales polares, que se consigue con la funcionalización de la matriz, junto con los grupos funcionales injertados en la fibra durante el proceso de ensimado, provoca que tanto la morfología de la interfase como su composición sea extremadamente compleja. La mayoría de las matrices termoplásticas presentan comportamiento semicristalino, de tal manera que la cristalinidad final del material depende, tanto en porcentaje como en morfología cristalina, de las condiciones específicas de transformación y de la presencia de elementos exógenos. Tanto las fibras de refuerzo como los compatibilizantes utilizados para aumentar la interacción entre las fases pueden provocar drásticas variaciones de la morfología y tipología de los cristales formados, condicionando significativamente las propiedades de las interfases formadas.

Durante las últimas décadas se han sucedido múltiples intentos para mejorar los procedimientos y las técnicas experimentales utilizadas para la completa caracterización de las interfases generadas entre distintos tipos de polímeros y fibras. La mayoría de los trabajos se han centrado en caracterizar la adhesión entre fibras de vidrio y carbono con matrices epoxídicas o base poliéster.

Para algunos autores⁵⁰ la clave de la adhesión entre la matriz y el refuerzo está en la extensión de la “mesofase”. Para estudiar la mesofase se pueden utilizar dos métodos: i) la variación del calor específico basándose en técnicas DSC, ii) la variación de propiedades mecánicas de los módulos de almacenamiento y pérdidas basándose en técnicas DMA. En la [figura 2.10](#) se muestra gráficamente una interpretación de la variación de la rigidez en la zona de interfase matriz-polímero.

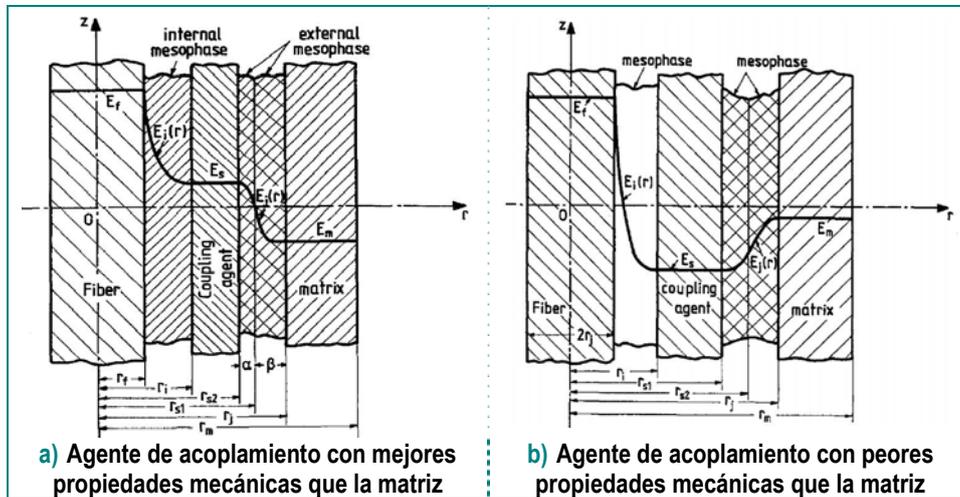


Figura 2.10: Representación gráfica de distintos modelos de variación de rigidez a lo largo de la interfase⁵⁰

La variación de la rigidez entre la matriz y la fibra a lo largo de la mesofase depende de la rigidez de cada una de las fases, incluyendo las propiedades mecánicas del agente de acoplamiento. Como puede apreciarse en la [figura 2.10](#), la mesofase se compone de distintas regiones, con múltiples intercaras, en las cuales se produce una variación gradual entre el módulo (normalmente bajo) de la matriz y el módulo (normalmente alto) de la fibra de refuerzo.

Debido a la complejidad de la mesofase, con múltiples regiones e intercaras de distinto tamaño y morfología, no existe ningún modelo general predictivo que permita determinar la transición de esfuerzos entre las fases y, de la misma manera, las propiedades mecánicas conjuntas del material compuesto. La propia determinación de las zonas e intercaras de la mesofase es un reto aún sin resolver que ha provocado múltiples teorías entre los expertos.

Autores como G.A. Holmes⁵¹ proponen la utilización de varias técnicas experimentales para poder caracterizar la interfase desde distintos puntos de vista. El tipo y la tensión de rotura en la interfase fibra-matriz se determina por la técnica SFFT (*single-fiber fragmentation test*). La morfología de la capa de compatibilizante se estudia mediante microscopía de fuerza atómica (AFM). La composición química mediante una técnica de espectroscopía infrarroja (DRIFT “*diffuse reflectance infrared Fourier transform*”). Estas técnicas son muy complejas desde el punto de vista experimental y de muy difícil reproducibilidad entre distintos laboratorios.

Utilizando estas técnicas, el Dr. G.A. Holmes ha estudiado la influencia en las fuerzas de adherencia matriz-fibra de distintos tipos de silanos utilizados como agentes de acoplamiento⁵¹ y la mecánica de fractura de materiales compuestos de fibra de vidrio y matriz epoxídica⁵¹. Los resultados obtenidos, aunque dependen de los materiales específicos analizados, ponen de manifiesto que la presencia de un agente de acoplamiento mejora sensiblemente las propiedades mecánicas (hasta medio orden de magnitud), mientras que la distinta naturaleza química de los agentes de acoplamiento no provoca diferencias tan significativas en el comportamiento mecánico.

2.4.1. Funcionalización de matrices poliméricas

Las matrices poliméricas poliolefinicas presentan un grado de interacción muy bajo con cualquier tipo de refuerzo inorgánico. Este bajo grado de interacción se debe fundamentalmente a su naturaleza apolar y a la falta de afinidad química con los refuerzos.

La utilización de este tipo de matrices poliméricas con refuerzos inorgánicos sin ninguna modificación previa para potenciar la interacción fibra-matriz nos conduce a la obtención de materiales compuestos con prestaciones mecánicas muy limitadas.

La forma de superar esta limitación es modificar tanto las matrices poliméricas como las fibras inorgánicas utilizadas como refuerzo. La modificación de las matrices poliméricas se denomina "*funcionalización*" mientras que el proceso de modificación de las fibras inorgánicas para mejorar la compatibilidad e interacción con las matrices poliméricas se denomina "*ensimado*".

Durante el proceso de funcionalización de las matrices poliméricas se consigue la inserción de determinados grupos funcionales que contribuyen al objetivo buscado de aumentar la interacción con los refuerzos.

Aunque existen varios procesos viables para la obtención de materiales poliméricos funcionalizados, a nivel industrial se está imponiendo como proceso óptimo la extrusión reactiva vía radicales libres⁵³. Los motivos por los cuales se prefiere la utilización de este proceso son: bajo o nulo uso de disolventes, cortos tiempos de reacción, proceso continuo y bajo coste de infraestructuras necesarias para implementar el proceso. Sin embargo, el proceso de extrusión reactiva también presenta una serie de inconvenientes, entre los que destacan: la necesidad de conseguir una mezcla muy buena entre los reactivos y los sustratos, la alta temperatura necesaria para producir la reacción y las reacciones secundarias inevitables (degradación del polímero por rotura y entrecruzamiento de las cadenas poliméricas).

En general todas las matrices poliméricas son potencialmente funcionalizables. En las últimas décadas, las matrices poliméricas que

más atención han suscitado por parte de los principales investigadores han sido las matrices poliolefínicas. Los motivos de este interés han sido su bajo precio, la versatilidad de propiedades potenciales que pueden obtenerse, la necesidad de modificar este tipo de matrices para su utilización en materiales compuestos y la relativa facilidad de conseguir, mediante extrusión reactiva, altos grados de funcionalización de manera controlada y robusta^{53,54,55,56,57,58,59,60,61,62,63,64}.

De forma conceptual, el proceso de funcionalización de matrices poliolefínicas vía radicales libres utilizando la extrusión reactiva es sencillo. Utilizando un iniciador (generalmente un peróxido) se consigue generar un sitio activo en uno de los carbonos de la cadena polimérica principal en el cual se injerta el monómero (generalmente anhídrido maleico). Sin embargo, en la realidad se ha demostrado que este proceso es sumamente complejo. La complejidad está asociada tanto al número de los materiales que intervienen (iniciador, monómero y polímero) como a las múltiples variables asociadas al proceso. Por otro lado, compitiendo con la reacción necesaria para conseguir el objetivo marcado (inserción controlado del monómero en la cadena polimérica principal) existen, inevitablemente, otras reacciones secundarias que van a producir resultados no deseados. Estas reacciones secundarias son principalmente, la rotura (escisión) y el entrecruzamiento de cadenas poliméricas. Además, el propio monómero que queremos introducir en la cadena polimérica puede sufrir reacciones secundarias en presencia del iniciador dando lugar a fenómenos de homopolimerización.

En la [figura 2.11](#) se presentan las principales reacciones que se producen durante el proceso de funcionalización de una matriz poliolefínicas con anhídrido maleico utilizando un peróxido como iniciador.

Como puede observarse, de todos los productos finales únicamente nos interesa el que se representa en la parte inferior derecha de la figura. El resto de las reacciones dará lugar a resultados no deseados tanto sobre el material polimérica de partida como sobre la eficiencia del proceso.

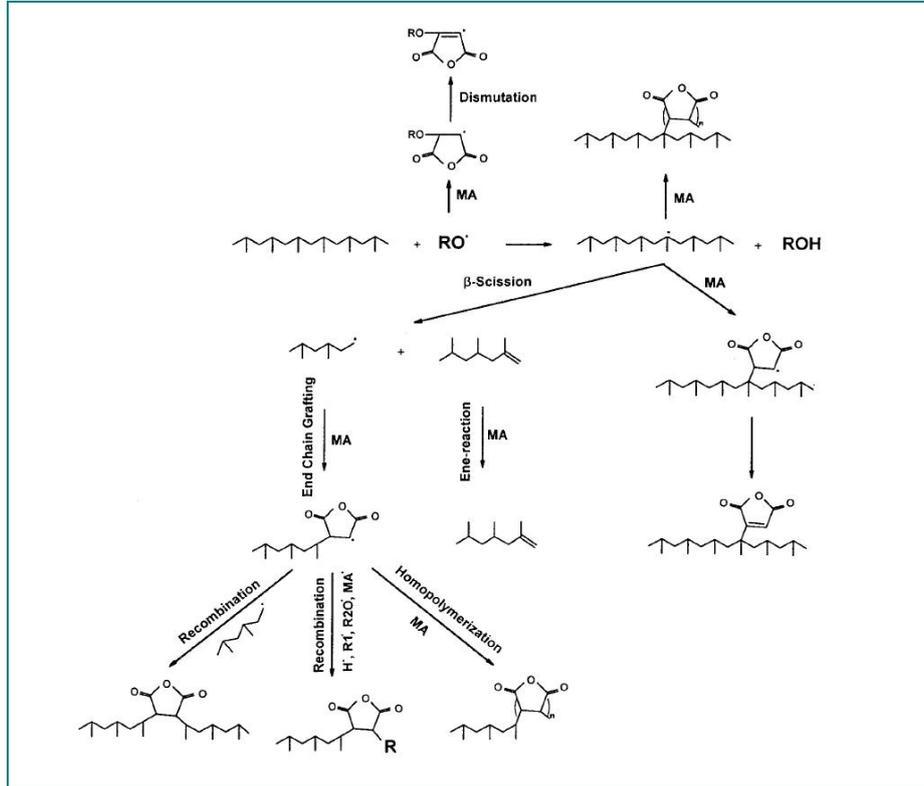


Figura 2.11: Representación esquemática de las posibles reacciones en un proceso de funcionalización con anhídrido maleico⁵³

Algunos autores^{53,67} reflexionan sobre el gran número de factores interdependientes que es necesario dominar para garantizar tanto el máximo grado de funcionalización como las características finales del material funcionalizado. Destaca la importancia de la eficiencia del mezclado entre el monómero y el iniciador con el sustrato poliolefínico para conseguir maximizar la eficiencia del proceso y minimizar las reacciones secundarias de escisión y entrecruzamiento. Para conseguir la eficiencia del mezclado es importante el diseño del husillo, la temperatura de masa, la presión, las propiedades reológicas de la poliolefina y la solubilidad del monómero y del iniciador en la poliolefina que se desea funcionalizar.

Cuanto mayor sea la temperatura del proceso de extrusión reactiva mayor será la probabilidad de degradación térmica y menor será la vida promedio del iniciador. Sin embargo la reducción de la viscosidad asociada a una mayor temperatura mejorará el proceso de mezclado.

El aumento de la presión del proceso influye positivamente en la solubilidad del monómero y del iniciador en la poliolefina, además disminuye la tendencia de degradación por escisión de cadenas.

Las características morfológicas y reológicas de la matriz poliolefínica elegida para el proceso de funcionalización tiene una gran influencia sobre la eficiencia del proceso. Las variables fundamentales, asociadas al material base, que más influencia tienen en el proceso son: el peso molecular, la distribución de pesos moleculares, el comportamiento reológico y la solubilidad del monómero y del iniciador en la poliolefina. Además, la naturaleza y morfología de la poliolefina elegida determinará la tendencia a que se produzcan escisiones de cadena y/o entrecruzamientos no deseados durante el proceso. En general, los polietilenos presentan mayor tendencia al entrecruzamiento mientras que los polipropilenos presentan mayores problemas de escisión de cadenas durante el proceso de funcionalización.

El iniciador utilizado (normalmente un tipo de peróxido) también influye sensiblemente en la eficiencia y calidad del material final funcionalizado. Las variables fundamentales, asociadas al iniciador, que pueden influir en el proceso son: la concentración inicial, la vida media, el comportamiento ante la presión y la temperatura del proceso, la volatilidad y toxicidad, la solubilidad en la poliolefina a funcionalizar y la especificidad de la reacción sobre la cadena principal del polímero.

El monómero que va a ser injertado en la cadena polimérica principal también influye sensiblemente en la eficiencia y calidad del producto final. Las variables fundamentales, asociadas al monómero utilizado son: la concentración inicial, la solubilidad en la poliolefina, la volatilidad y la tendencia a homopolimerizarse en presencia del iniciador.

Todas las variables involucradas en el proceso de funcionalización de poliolefinas vía radicales libres utilizando extrusión reactiva han sido estudiadas en profundidad en las últimas décadas. En general, para cada tipo de matriz poliolefínica que se desea funcionalizar, existen tanto monómeros como iniciadores recomendados así como condiciones óptimas de transformación referenciadas en la bibliografía^{51,52,53,54,55,56,57,58,59,60,61}. Aunque cada combinación matriz-

monómero-iniciador es particular, las cantidades de iniciador que suelen utilizarse están en el intervalo 0.1-0.2% para inserción de monómero del 2%. El rendimiento de la inserción aumenta con la concentración de peróxido, sin embargo, si la concentración de peróxido supera un determinado nivel empieza a primar la reacción de entrecruzamiento sobre la reacción de inserción. En general se estima que el límite de concentración de peróxido es de aproximadamente 1,6 mmol por 100 gramos de polímero⁵³.

De la misma manera que se utiliza anhídrido maleico como monómero para injertar en la cadena polimérica principal pueden utilizarse compuestos basados en organosilanos para funcionalizar matrices poliolefínicas. La utilización de compuestos organosilanos (principalmente viniltrimetoxisilano y viniltrietoxisilano) han sido utilizadas desde hace tiempo con el objetivo fundamental de conseguir entrecruzamiento en el polietileno^{54,65,66}. Sin embargo, también es posible su utilización para funcionalizar polipropileno.

El proceso de funcionalización utilizando como monómero a injertar un compuesto tipo organosilanos es conceptualmente igual al descrito anteriormente para el proceso de funcionalización con anhídrido maleico. Se trata, igualmente, de un proceso de inserción vía radicales libres utilizando extrusión reactiva. En la **figura 2.12** puede observarse el proceso básico de funcionalización de una matriz de polietileno utilizando viniltrimetoxisilano.

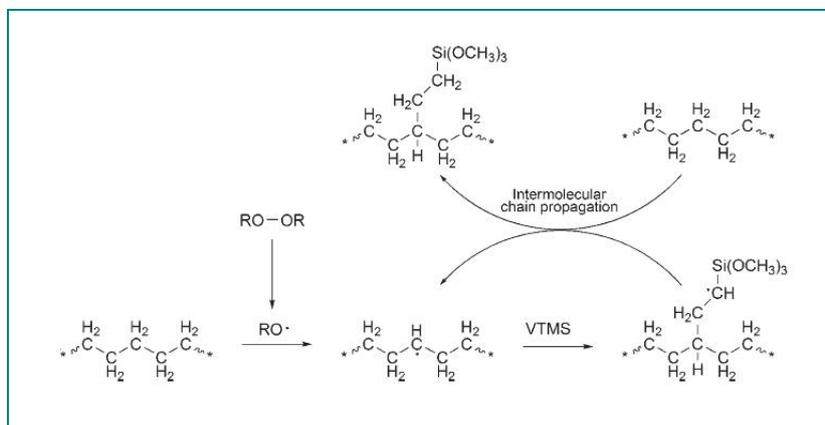


Figura 2.12: Proceso de funcionalización de matriz poliolefínica con VTMS⁶⁵

Aunque la reacción que se persigue es la inserción controlada de la molécula de VTMS, lógicamente se producen otras reacciones secundarias que, en general, no serán beneficiosas para el objetivo buscado.

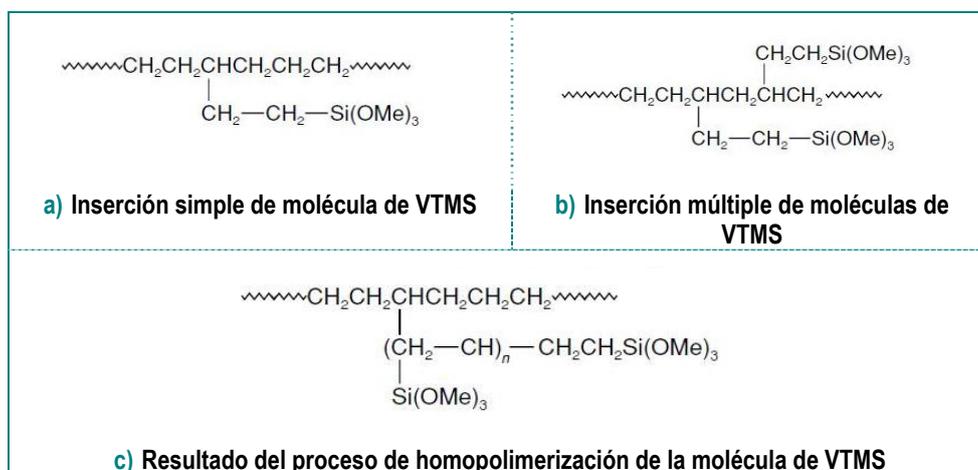


Figura 2.13: Resultados del proceso de funcionalización de poliolefinas con organosilanos⁶⁵

En la figura 2.13 pueden observarse los distintos resultados de inserción que se pueden obtener durante el proceso de funcionalización de una matriz polimérica con compuestos tipo organosilanos vía radicales libres. Junto con las inserciones simples pueden producirse inserciones dobles y, en función de las condiciones de reacción, se puede llegar al fenómeno (no deseado) de homopolimerización del organosilano que se desea injertar en la cadena poliolefínica principal.

La funcionalización del polipropileno isotáctico con compuestos de tipo organosilano ha sido, en general, menos estudiada que la funcionalización del polietileno.

La utilización a nivel industrial de este tipo de materiales es mínima. El principal problema asociado a la utilización del polipropileno como matriz polimérica a funcionalizar vía radicales libres con compuestos de tipo organosilano es la tendencia a la escisión incontrolada de las cadenas poliméricas. Utilizando las mismas condiciones de proceso que las utilizadas para la funcionalización con anhídrido maleico se ha comprobado, durante el desarrollo del presente trabajo de investigación, como la caída de viscosidad de los productos

funcionalizados con organosilanos es significativamente superior, indicando que la rotura de cadenas poliméricas es significativa.

2.4.2. Modificación superficial de fibras

Las fibras de refuerzo comúnmente utilizadas en la fabricación de materiales compuestos de matriz termoplástica son de naturaleza completamente inorgánica. Por lo tanto, debido a la diferente naturaleza química, no se prevé ningún tipo de interacción entre la matriz orgánica y la fibra inorgánica. Así pues, para mejorar la interacción entre las distintas fases del material compuesto, es necesario modificar superficialmente las fibras de refuerzo.

Mediante el proceso de modificación superficial de las fibras (proceso comúnmente conocido como “*ensimado*”) se consigue recubrir la superficie de las fibras con determinados agentes de acoplamiento (normalmente compuestos de tipo organosilano). El agente de acoplamiento tiene la característica de interaccionar tanto con la matriz orgánica como con el refuerzo de naturaleza inorgánica. La elección de compuestos de tipo organosilano se debe precisamente a su estructura híbrido orgánica-inorgánica, cualidad que le permite interaccionar con ambas fases del material compuesto.

La clave del proceso de ensimado de las fibras es la reacción química entre el agente de acoplamiento (en nuestro caso el viniltrimetoxisilano) y la fibra (grupos hidroxilo en superficie). La reacción entre el compuesto organosilano y la fibra de vidrio fue descrita por primera vez por E.P. Plueddeman⁶⁸ en 1974.

Los compuestos de silano utilizados están constituidos por una molécula multifuncional que reacciona por un lado con la superficie del vidrio y por otro con la matriz polimérica que constituye el sustrato del material compuesto desarrollado. La fórmula química de los silanos utilizados en el proceso de ensimaje es $R - SiX_3$. Las unidades X_3 representan grupos hidrolizables unidos al silicio (en el caso del VTMO sería un grupo metoxi – OCH_2). En la disolución acuosa se hidrolizan para dar lugar al correspondiente silanol según la reacción:



Los grupos silanoles forman puentes de hidrógeno con los grupos hidroxilo presentes en la superficie de las fibras (figura 2.14 (a)). Durante el proceso de secado de las fibras se produce una doble reacción de condensación entre el silanol y la superficie de vidrio por un lado y entre las propias moléculas de silanol contiguas (figura 2.14 (b)).

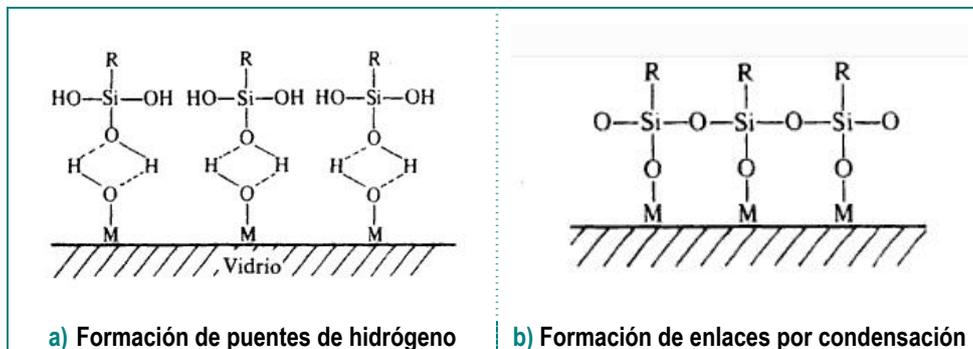


Figura 2.14. Mecanismo de interacción entre el compuesto silano y la fibra

De esta forma se han producido enlaces entre los elementos constitutivos de las fibras (representados simbólicamente por M y que pueden ser Si, Fe, Al, etc....) y las moléculas del silano de partida, cuyo radical orgánico es compatible con la matriz polimérica que se pretende utilizar como sustrato de los compuestos poliolefinicos desarrollados.

Cuando el polímero que se utiliza como sustrato es de naturaleza termoestable es relativamente fácil formar una red polimérica que incluya la parte polimérica de la molécula de silano. Sin embargo, para materiales termoplásticos, las fuerzas de interacción entre las matrices modificadas y las fibras tratadas superficialmente proceden tanto de las interacciones eléctricas asociadas a la polaridad de las moléculas introducidas como de los posibles fenómenos de cristalización conjunta de los materiales modificados en la zona de la interfase.

Posteriormente a los trabajos iniciales de Plueddeman, otros autores^{69,70,71,72,73,74} han estudiado en profundidad cada una de las variables que influyen en el proceso de modificación de fibras inorgánicas.

En particular, destaca el estudio de la influencia que el PH de la disolución en la que tiene lugar la reacción tiene en el rendimiento del proceso de recubrimiento de las fibras. Dicha influencia ha sido estudiada ampliamente por autores como Naviroj y Culler⁶⁹, demostrando la influencia de este parámetro y el valor óptimo de PH que debe elegirse para conseguir el rendimiento máximo. En la figura 2.15 se muestra un gráfico resumen representativo de la influencia del PH analizando la intensidad de la señal por la técnica FTIR.

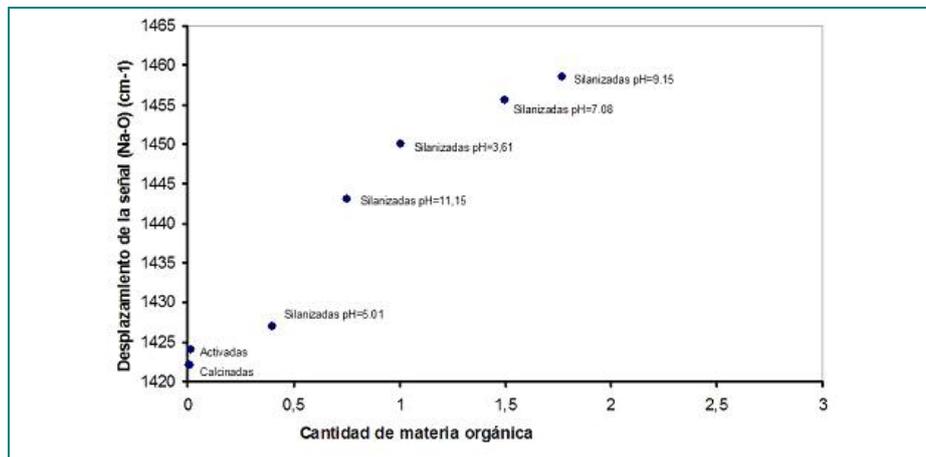


Figura 2.15. Variación de la cantidad de ensimaje en función del PH de la disolución⁶⁹

2.5. TEORÍAS PREDICTIVAS DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE MATERIALES COMPUESTOS

2.5.1. Introducción

El objetivo que se persigue cuando se diseña un material compuesto, es conseguir unas propiedades determinadas para que el producto o componente obtenido a partir de ese material, cumpla las especificaciones exigidas en el correspondiente pliego de cargas. Además, si se desea un diseño de material compuesto optimizado, hay que conseguir maximizar las propiedades específicas frente al coste. Entendiendo por propiedades específicas el resultado de dividir cada propiedad por la densidad del material compuesto.

Cuando se diseñan materiales compuestos de matriz polimérica y refuerzo de fibra discontinua para el sector del transporte, las

propiedades fundamentales que hay que conseguir son las propiedades mecánicas específicas. El resto de propiedades necesarias (como pueden ser la resistencia química en entornos agresivos, la facilidad de transformación y la posibilidad de producción masiva) son intrínsecas a la naturaleza de los materiales elegidos.

Para cumplir este objetivo sería de extrema utilidad disponer de un modelo matemático teórico y predictivo, a partir del cual fuéramos capaces de deducir los valores de las variables básicas asociadas al diseño de un material compuesto, que nos permitiera alcanzar los valores de propiedades mecánicas específicas deseadas.

Desgraciadamente no existe ningún modelo teórico que nos permita relacionar las principales variables constitutivas del material (variables intrínsecas) con las propiedades mecánicas finales del material compuesto desarrollado.

En general, las variables intrínsecas fundamentales que se manejan en el desarrollo de materiales compuestos son: la viscosidad de la matriz polimérica, el tipo y porcentaje de funcionalización de la matriz polimérica, el tipo y porcentaje de fibra de refuerzo, el diámetro y la longitud de la fibra de refuerzo y el tratamiento superficial (ensimaje) de la fibra de refuerzo.

Debido a la gran cantidad de las variables que intervienen en el problema las combinaciones posibles son elevadas, dando lugar a un amplio rango de materiales compuestos.

Las propiedades mecánicas de los materiales compuestos que se pueden analizar, para caracterizar de forma completa el comportamiento de los materiales ante sollicitaciones de carga, son muy variadas. Además, las características mecánicas de los materiales compuestos no son, en general, independientes ni de la temperatura ni de la velocidad de deformación.

Para simplificar el número de ensayos de caracterización, sin perder representatividad en los resultados obtenidos, se suelen tomar (basándonos en nuestra propia experiencia) tres variables fundamentales que resumen el comportamiento mecánico de un material:

la rigidez, la resistencia máxima antes de rotura y la energía disipada ante sollicitaciones de impacto.

Antes de repasar, brevemente, los principales modelos predictivos que existen, es conveniente destacar una serie de aspectos relacionados con los materiales compuestos de matriz polimérica y fibras de refuerzo discontinuas, que explican la extrema dificultad para desarrollar modelos predictivos de las propiedades mecánicas.

En primer lugar la propia naturaleza de las dos fases que coexisten en el material compuesto. La matriz polimérica termoplástica tiene baja rigidez y, en general, alta elongación a rotura. La fibra de refuerzo, por el contrario, es muy rígida y presenta escasa elongación hasta la rotura. Sin embargo, las dos fases deben comportarse de forma sinérgica cuando interactúan en un material compuesto. El refuerzo, a pesar de ser la fase minoritaria es la que aporta rigidez al compuesto. La fibra de refuerzo (debido a que es discontinua) está rodeado de matriz polimérica, por lo tanto, cuando el material está sometido a una sollicitación exterior es necesario que haya transmisión de esfuerzos entre las fases. La forma de transmitirse los esfuerzos entre las fases es un fenómeno extremadamente complejo y depende, tanto de las características mecánicas y morfológicas de la fibra (diámetro, longitud, rigidez, elongación) como de las características morfológicas de la interfase entre la matriz y la fibra de refuerzo. La transmisión real de esfuerzos es, en general, muy difícil de observar. Utilizando técnicas de fotoelasticidad es posible, para determinados tipos de materiales, obtener imágenes en las cuales estudiar la distribución y concentración de esfuerzos, particularmente importante en los extremos de la fibra.

En la [figura 2.16](#) puede apreciarse la comparativa entre uno de los modelos teóricos de distribución de tensiones y el resultado real obtenido mediante la técnica de fotoelasticidad⁷⁶.

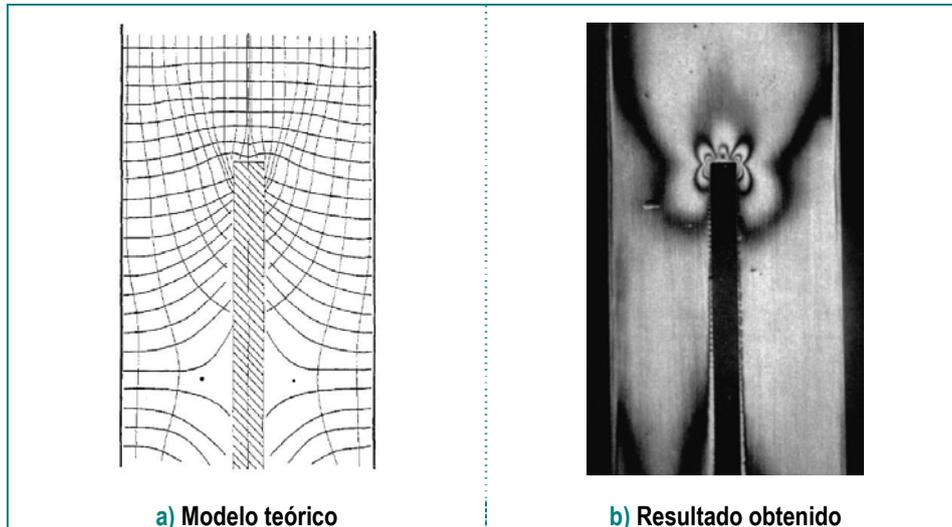


Figura 2.16: Comparativa entre el modelo teórico y los resultados obtenidos mediante la utilización de la técnica de fotoelasticidad⁷⁶

Como puede observarse, aunque se trata únicamente de una fibra y el esfuerzo es uniaxial, el campo de tensiones resultantes es extremadamente complejo, sobre todo en los extremos de la fibra. El modelo teórico es aproximado, ya que no predice con exactitud el estado tensional real. En la realidad, existen multitud de fibras de distintos tamaños, los esfuerzos serían triaxiales y con interacción entre los campos de tensiones. Por lo tanto, parece que las predicciones de las teorías actuales sobre estos complejos fenómenos no son muy representativas.

En segundo lugar la variación de las propiedades mecánicas en función de la velocidad de deformación y de la temperatura. Esta dependencia se produce en todo tipo de materiales, pero, el problema particular de los materiales compuestos de matriz poliolefínica radica en que esta dependencia es significativa en el rango ordinario de trabajo de dichos materiales.

La dependencia de las propiedades mecánicas del material compuesto con la temperatura se atribuye, fundamentalmente, a la matriz polimérica. En particular, a la sensibilidad que, ciertas propiedades de la matriz polimérica termoplástica como la rigidez, la elongación a rotura y la adherencia entre la matriz y la fibra ("*tacking*"), presentan ante variaciones de la temperatura.

A medida que la temperatura aumenta, el comportamiento de la matriz polimérica termoplástica varía radicalmente, disminuyendo su rigidez y aumentando la elongación a rotura. Si la temperatura es suficientemente alta, se puede llegar a producir la fluencia de la matriz termoplástica en lugar de rotura del material compuesto.

Por otro lado, la forma de transmitirse los esfuerzos entre las fases está fuertemente influenciada por la velocidad de deformación de cada una de las fases, asociada a la velocidad de aplicación de las cargas sobre el material.

Frente al mismo nivel de carga aplicada, la respuesta del material será radicalmente distinta si la carga se aplica lentamente (de modo cuasi-estático) que si se produce un impacto. De hecho, determinadas características físico-químicas y morfológicas de las fases que maximizan el comportamiento mecánico a baja velocidad de deformación pueden ser perjudiciales ante sollicitaciones que provoquen elevadas velocidades de deformación.

En tercer lugar la influencia de las variables de proceso en la morfología del material compuesto, que afectan tanto a la morfología de la interfase como a la morfología de las fibras de refuerzo. Las matrices termoplásticas poliolefínicas utilizadas presentan un comportamiento semicristalino. Por lo tanto, la cristalinidad final de cada zona del material compuesto (tanto porcentaje como morfología de los dominios cristalinos) será función, en cierta medida, de las variables específicas de proceso a las que haya estado sometida cada zona. De la misma manera, las variables de proceso afectan significativamente a la morfología y las propiedades finales de la interfase y, por lo tanto, a las propiedades mecánicas del material compuesto. En este tema son particularmente importantes la velocidad de enfriamiento a la que está sometida cada zona de la pieza, y los procesos de estiramiento de las cadenas poliméricas asociadas al proceso de transformación.

Otro aspecto muy importante a considerar es la influencia de las condiciones de transformación en la rotura de las fibras de refuerzo. La longitud final de la fibra de refuerzo en el material compuesto es una variable de diseño capital, debido a la influencia que dicho parámetro

tiene en todas las propiedades mecánicas del material compuesto. Desde que el material es plastificado hasta que es conformado en la geometría definitiva entran en juego variables de proceso que afectan a la longitud final de la fibra. Particularizando para el caso de utilizar la inyección como proceso de transformación, tanto la etapa de plastificación como la etapa de inyección determinan la longitud final de la fibra, pudiendo producirse reducciones de longitud superiores al 80% respecto a la longitud inicial de la fibra.

Por último, cabe destacar la influencia que la inevitable falta de homogeneidad de la distribución, tanto del funcionalizante de la matriz polimérica como del ensimaje de la fibra tiene en las propiedades finales del material compuesto.

El proceso de ensimaje de las fibras, a nivel industrial, se realiza a alta velocidad para mejorar la productividad. Esta velocidad implica que no se puede garantizar la perfecta homogeneidad del recubrimiento sobre cada fibra individual. Es usual que aparezcan zonas de las fibras sin recubrir y otras zonas con aglomeración de ensimaje. De la misma manera que aunque se intenta que la funcionalización de la matriz polimérica sea lo más uniforme posible, es inevitable que la concentración de grupos funcionales introducidos presente cierta dispersión. Además, en el proceso de funcionalización, se producen reacciones secundarias no controladas que contribuyen a la falta de homogeneidad de la matriz polimérica.

En resumen, el escenario real en el que nos encontramos presenta las siguientes características fundamentales que deben estar contempladas en el modelo teórico predictivo:

- ✓ **Multitud de fibras** de longitudes dispares y distintas concentraciones de ensimaje en su superficie.
- ✓ **Complejo estado tensional multiaxial**. Interacción entre los mapas de tensiones alrededor de cada fibra individual.
- ✓ **Distintas morfologías cristalinas** en cada zona del material.
- ✓ **Compleja variación** con la temperatura de las propiedades físico-químicas de la zona de **interfase**.

- ✓ **Modelado incompleto de los mecanismos** de transmisión de esfuerzos entre fases a elevadas velocidades de deformación.

En paralelo con el desarrollo de los materiales poliméricos y su utilización para la fabricación de materiales compuestos reforzados, se han desarrollado modelos matemáticos de complejidad creciente, que intentan modelar el comportamiento mecánico de los materiales diseñados en función de las variables intrínsecas elegidas.

2.5.2. Ley de Mezclas

El primer intento para predecir el valor de las propiedades mecánicas esenciales que presenta un material compuesto formado por dos fases es utilizar la ley de mezclas. En este modelo, la propiedad mecánica del material compuesto es la suma de la aportación de dicha propiedad mecánica de cada una de las fases ponderada por el volumen que ocupa la fase en función del volumen total.

Así por ejemplo, para predecir el módulo elástico a tracción uniaxial de un material compuesto (E_c) bastaría con conocer el módulo elástico a tracción de la fibra (E_f), el módulo elástico a tracción de la matriz (E_m) y el porcentaje en volumen de la fibra (v_f). Lógicamente, el porcentaje en volumen de la matriz será $v_m = 1 - v_f$

Aplicando la ley de mezclas, el módulo elástico esperado del material compuesto sería:

$$E_c = v_f \cdot E_f + (1 - v_f) \cdot E_m$$

A continuación analizaremos un ejemplo sencillo para estudiar la desviación del modelo propuesto respecto a la realidad.

Supongamos un material compuesto de matriz polipropileno reforzado con un 30% en peso de fibra de vidrio. Para este caso de estudio tenemos los siguientes valores de partida: $E_f = 72$ GPa; $E_m = 1.6$ GPa; $v_f = 0.133$. Por lo tanto $E_c = 0.133 \cdot 72 + (1 - 0.133) \cdot 1.6 = 9.576 + 1.3872 \approx 11$ GPa

Para este tipo de materiales, los resultados habituales (basándonos en nuestra propia experiencia) son 6.5 GPa para el módulo elástico en la dirección de orientación de la fibra y 3.5 GPa para el módulo elástico en la dirección transversal a la orientación de la fibra. En el diseño de componentes con este material, suele utilizarse como módulo “isotrópico” el valor de 4.4 GPa. En cualquier caso, el valor real es sensiblemente inferior al valor estimado por la ley de mezclas.

Aprovechando el ejemplo anteriormente descrito podemos observar que, en el modelo teórico examinado, la contribución de la fibra al módulo del componente es cercana al 90%. En este modelo el módulo elástico del componente es prácticamente independientemente del módulo de la matriz. Por lo tanto, si la matriz disminuye drásticamente su módulo elástico (debido, por ejemplo, al efecto de la temperatura), el módulo elástico del material compuesto no debería de variar en exceso. La experiencia, sin embargo, nos demuestra que la pérdida de módulo elástico del material compuesto estará en el entorno de un 50% cuando la temperatura de ensayo se aproxima a 80°C.

El modelo de las mezclas tampoco recoge ni las características morfológicas de las fibras (longitud, diámetro, tratamiento superficial) ni las modificaciones en la matriz que mejoran las propiedades mecánicas de la interfase.

De la misma manera que se ha estudiado para el módulo elástico podría utilizarse la ley de mezclas para intentar determinar la tensión de rotura o la energía disipada ante sollicitaciones de impacto del material compuesto obteniendo resultados y conclusiones similares.

2.5.3. Modelo de Cox-Krenchel para el módulo elástico de materiales compuestos

Como cabía esperar, la aplicación directa de la regla de mezclas para predecir las propiedades mecánicas de un material compuesto no da los resultados esperados. El motivo fundamental de la discrepancia entre el modelo teórico y la realidad es como cuantificar la eficiencia de transmisión de esfuerzos entre las dos fases.

Las primeras investigaciones que trataron este fenómeno fueron realizadas por el Dr. H. L. Cox⁷⁵ para fibras alineadas en una dirección y completadas posteriormente por el Dr. H. Krenchel⁷⁷ para fibras no alineadas.

En la década de 1950, Cox y colaboradores se centran en el estudio de materiales reforzados con fibras discontinuas, como la celulosa que forma el papel. De estos trabajos surge la idea de cuantificar la transmisión de esfuerzos entre fases mediante el “coeficiente de eficiencia de longitud de fibra” (η_l)

Incorporando el coeficiente de eficiencia de longitud de fibra en la ley de mezclas obtendríamos la siguiente expresión para calcular el módulo elástico del material compuesto en la dirección de las fibras (modelo de Cox):

$$E_c = \eta_l \cdot v_f \cdot E_f + (1 - v_f) \cdot E_m$$

dónde η_l se calcula con la expresión⁷⁵:

$$\eta_l = 1 - \frac{\tanh(\beta \cdot L/2)}{\beta \cdot L/2}$$

y el coeficiente β

$$\beta = \frac{2}{D} \cdot \left[\frac{2 \cdot G_m}{E_f \cdot \ln\left(\sqrt{\frac{r}{R}}\right)} \right]^{1/2}$$

Siendo G_m el módulo de cizalla de la matriz plástica, L la longitud de la fibra, D el diámetro de la fibra, r el radio de la fibra y R está relacionado con la distancia entre fibras.

En lugar de utilizar la relación r/R es común usar el volumen de la fibra, mediante la equivalencia $r/R = \pi/X_i \cdot v_f$. El parámetro X_i es un parámetro geométrico relacionado con el empaquetamiento de las fibras. Aunque existe controversia^{15,79} sobre el valor que ha de tomar este parámetro en función de la morfología de la fibra, es habitual tomar como valor de referencia $X_i=4$ para el grado de empaquetamiento que

presentan las fibras cilíndricas, tanto de vidrio como de basalto, utilizadas en la fabricación de materiales compuestos.

El modelo de Cox, anteriormente expuesto, puede aplicarse únicamente para el caso particular en el que las fibras se encuentran alineadas todas en la misma dirección. La predicción que se obtiene del módulo elástico del material compuesto es precisamente la rigidez del material en la dirección de alineación de las fibras. En el caso general las fibras tendrán cierta orientación, en función del proceso de transformación y de la longitud de la fibra. Para parametrizar esta característica, el Dr. Krenchel⁷⁷ introduce el concepto de “coeficiente de orientación de fibra” (η_0). Los valores propuestos por Krenchel para las distintas orientaciones de fibra son los siguientes: 1 para fibras unidireccionales, 3/8 para fibras con distribución bidimensional aleatoria y 1/5 para fibras con distribución tridimensional aleatoria.

Utilizando el coeficiente de eficiencia de longitud de fibra (η_l) y el coeficiente de orientación de fibra (η_0), el modelo de predicción del módulo elástico de materiales compuestos conocido como Cox-Krenchel se escribe de la siguiente manera:

$$E_c = \eta_0 \cdot \eta_l \cdot v_f \cdot E_f + (1 - v_f) \cdot E_m$$

Consideraciones sobre el modelo Cox-Krenchel

El modelo Cox-Krenchel para predecir el módulo elástico de materiales compuestos de matriz polimérica y fibra de refuerzo discontinua ha sido comúnmente utilizado por numerosos autores^{78,80,81,82,83,84}. La correlación entre las predicciones teóricas y los resultados experimentales es relativamente buena a temperatura ambiente y baja velocidad de deformación.

A continuación, se describen las características fundamentales y las posibles limitaciones asociadas al modelo Cox-Krenchel.

El coeficiente η_l incorpora la influencia de las características morfológicas de las fibras (longitud y diámetro) y, además, la rigidez de la matriz ante sollicitaciones de cizalla. Sin embargo:

¿Qué longitud de fibra? Cuando se transforma un material compuesto para obtener un producto, tendremos cientos de miles o, incluso, millones de fibras individuales de longitudes distintas. En función del proceso de transformación elegido la diferencia de longitudes entre las fibras puede ser leve, moderada o severa. Para aplicar el modelo Cox-Krenchel de forma estricta habría que calcular la contribución particular de cada fibra individual al módulo elástico del material compuesto y sumar todas las contribuciones individuales de forma ponderada.

¿Cuál es la contribución de la interfase? En un material compuesto la transmisión de esfuerzos se realiza a través de la interfase matriz-fibra. En el modelo Cox-Krenchel no se tiene en cuenta ninguna característica morfológica de la interfase. La utilización de modificantes para la matriz polimérica y tratamientos superficiales para la fibra (ensimajes) no puede parametrizarse en este modelo.

¿Cuál es la dependencia con la temperatura? La experiencia demuestra que para los materiales compuestos de matriz polimérica, la dependencia del módulo elástico con la temperatura es muy elevada. En el modelo Cox-Krenchel no se incluye la dependencia con la temperatura de forma explícita. El único parámetro relacionado con la temperatura que puede introducirse en el modelo es el módulo elástico de la matriz, tanto a tracción como a cizalla (E_m y G_m). Sin embargo, la temperatura influye significativamente en el comportamiento mecánico de la interfase y no está contemplado de forma explícita en este modelo. En el apartado siguiente se analizan distintas situaciones a las que da lugar el modelo Cox-Krenchel y se realizan sencillas comparaciones con los datos habituales disponibles de materiales compuestos comerciales.

¿Cuál es la dependencia con la velocidad de deformación? De forma similar a como ocurre con la temperatura, el modelo Cox-Krenchel no contempla implícitamente la dependencia del módulo elástico del material compuesto con la velocidad de deformación. Por lo tanto, es previsible, que el modelo no sea

predictivo cuanto la velocidad de deformación empieza a ser importante.

Por último, el coeficiente η_0 recoge el efecto de orientación de las fibras. Lógicamente el módulo elástico del material compuesto no será el mismo en función de la orientación de las fibras.

Con este coeficiente podemos plantear las mismas consideraciones que las efectuadas sobre la longitud de la fibra. Cada fibra tendrá una orientación y no es viable analizar la contribución individual de cada fibra y ponderarla en su aportación al módulo elástico del material.

Los coeficientes dados por el Dr. Krenchel serán representativos de la realidad, en función de que la orientación de fibra sea básicamente unidireccional, bidimensional o tridimensional. En el caso general, en función del proceso de transformación y de la geometría particular del producto obtenido, la orientación de la fibra será un caso intermedio de difícil modelado.

Predicciones del modelo Cox-Krenchel aplicado a un caso concreto

Con el fin de estudiar en el modelo de Cox-Krenchel los parámetros que, teóricamente, van a ser más influyentes se ha analizado un caso concreto. Para ello, sobre una situación particular de parámetros de diseño del material inicial se van a modificar las variables que permite el modelo y se analizarán los resultados que predice el modelo teórico. Se ha elegido como material compuesto un polipropileno reforzado con fibra de vidrio

El análisis que se presenta a continuación tiene dos objetivos fundamentales. Por una parte servirá para describir el comportamiento que predice el modelo Cox-Krenchel respecto a un material compuesto, y, por otra parte, nos servirá de punto de partida para elegir las variables objeto de estudio en el diseño de materiales del presente trabajo de investigación.

μ = Poisson matriz	0.38
E_f = Módulo de la fibra (Mpa)	7.50E+04
E_m = Módulo de la matriz (Mpa)	1.60E+03
ρ_{fibra} = Densidad de la fibra	2.54
ρ_{matriz} = Densidad de la matriz	0.909
D = Diámetro de la fibra (micras)	15
X_i = Empaquetamiento fibras	4
$G_m = E_m / (2(1+\mu))$ (Mpa)	5.80E+02
η_0 = Coeficiente de Krenchel	0.375

Con los datos anteriormente expuestos, la predicción del módulo elástico del material compuesto en función de la longitud de fibra y para distintos porcentajes de fibra según el modelo de Cox-Krenchel, puede apreciarse en la [figura 2.17](#).

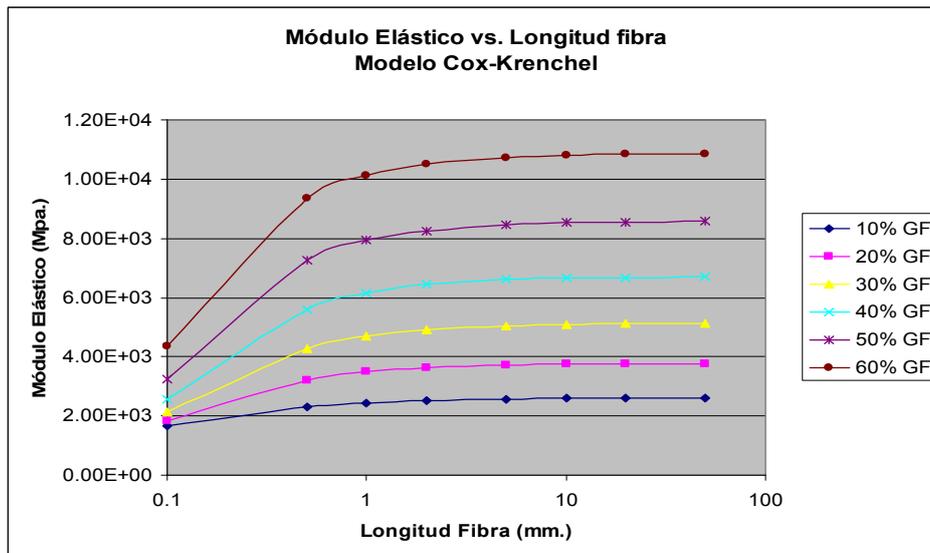


Figura 2.17: Predicción del módulo elástico según el modelo de Cox-Krenchel para el caso de estudio

Analizando esta figura pueden extraerse las siguientes conclusiones:

- Existe una longitud característica (a la que denominaremos “longitud crítica”) superada la cual el módulo elástico se mantiene prácticamente constante. Es decir, alrededor de la longitud crítica se produce una inflexión del comportamiento. Para el caso de estudio esta longitud crítica es aproximadamente 1 mm.

- Para porcentajes elevados de fibra, el módulo elástico decrece drásticamente por debajo de la longitud crítica.
- El módulo elástico aumenta con el porcentaje de fibra de forma casi proporcional.

El aumento del módulo elástico del material compuesto con el porcentaje de fibra de manera casi lineal se pone de manifiesto si lo graficamos. En la [figura 2.18](#) pueden apreciarse los resultados del modelo de Cox-Krenchel para distintas longitudes de fibra.

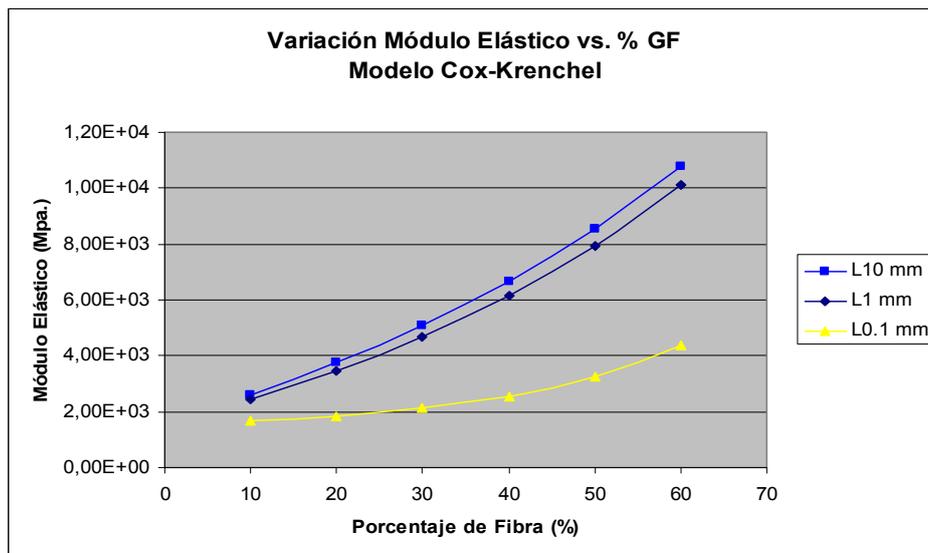


Figura 2.18: Detalle de la variación del módulo elástico con el porcentaje de fibra (C-K)

Partiendo de los resultados obtenidos aplicando el modelo teórico de Cox-Krenchel para el caso de estudio seleccionado, vamos a introducir variaciones en los valores de determinadas variables de interés, para ver como evoluciona la predicción del modelo. En particular vamos a estudiar como debe variar el módulo elástico del material compuesto al variar el diámetro de las fibras, la rigidez de la matriz polimérica y la rigidez de las fibras de refuerzo.

Variación del diámetro de las fibras

El diámetro de las fibras de refuerzo es una de las variables consideradas en el modelo de Cox-Krenchel. Para el estudio inicial habíamos considerado un diámetro de 15 micras. A continuación veremos qué sucede cuando el diámetro de la fibra de refuerzo varía entre 5 y 25 micras. En la [figura 2.19](#) puede apreciarse el efecto que, según el modelo Cox-Krenchel tiene la variación del diámetro de la fibra de refuerzo. La variación del módulo respecto al diámetro es distinta en función de la longitud de la fibra. Concretamente el comportamiento depende claramente de si la longitud de la fibra está por encima o por debajo de la longitud crítica.

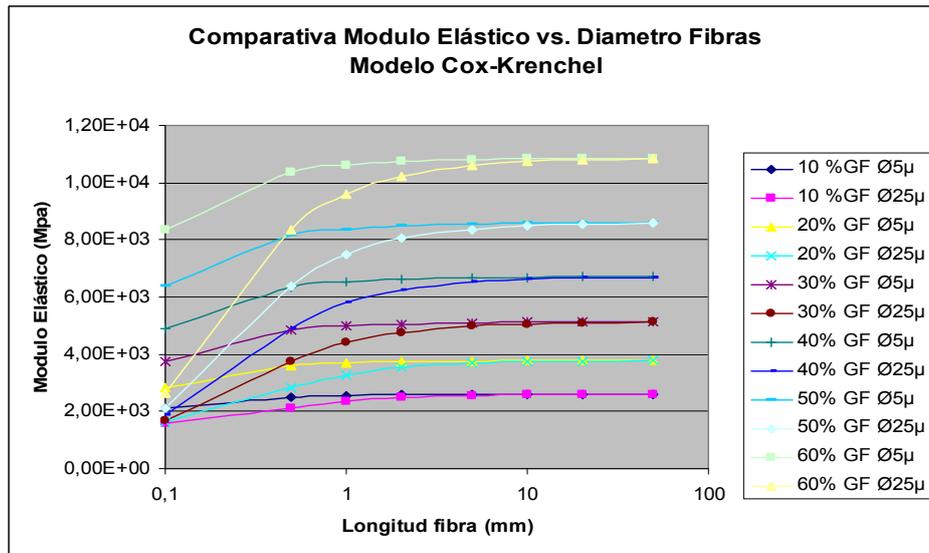


Figura 2.19: Influencia del diámetro (5-25 μ) en el Módulo Elástico (Cox-Krenchel)

Cabe destacar que el efecto del diámetro de la fibra de refuerzo sobre el módulo elástico del componente es virtualmente independiente del porcentaje de fibra.

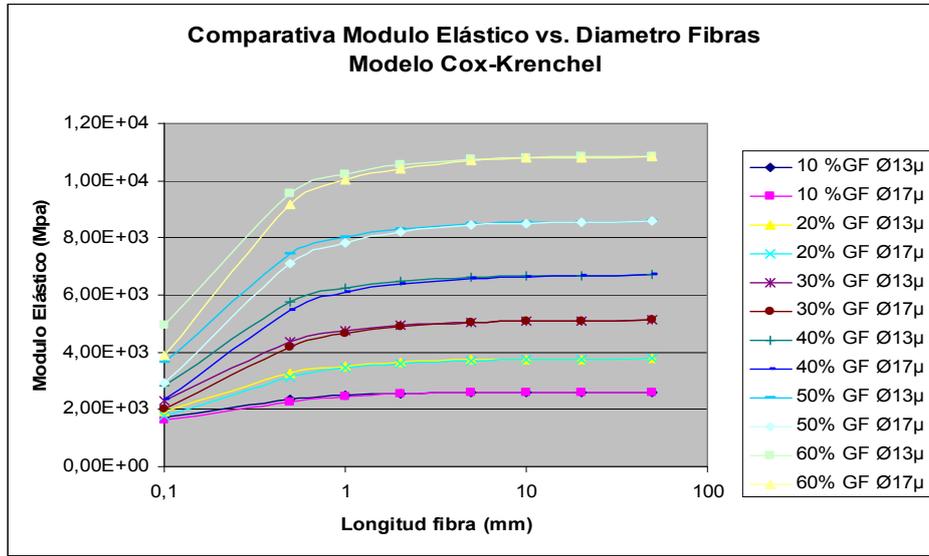


Figura 2.20: Influencia del diámetro (13-17 μ) en el Módulo Elástico (Cox-Krenchel)

En la figura 2.20 se presentan los resultados obtenidos cuando se utilizan diámetros de fibra de 13 y 17 micras. Estos valores han sido elegidos porque son los diámetros estándares de las fibras de vidrio y basalto que se utilizan en la industria. Como puede apreciarse, al haber menor diferencia entre los valores de los diámetros que en el caso anterior los resultados son más parecidos, es decir, la diferencia es menor incluso para valores de longitud de fibra bajos (0.1 mm)

Para poner de manifiesto más claramente este efecto se ha graficado de forma individual el efecto de la variación del diámetro para dos valores extremos de longitud de fibra (0.1 y 10 mm)

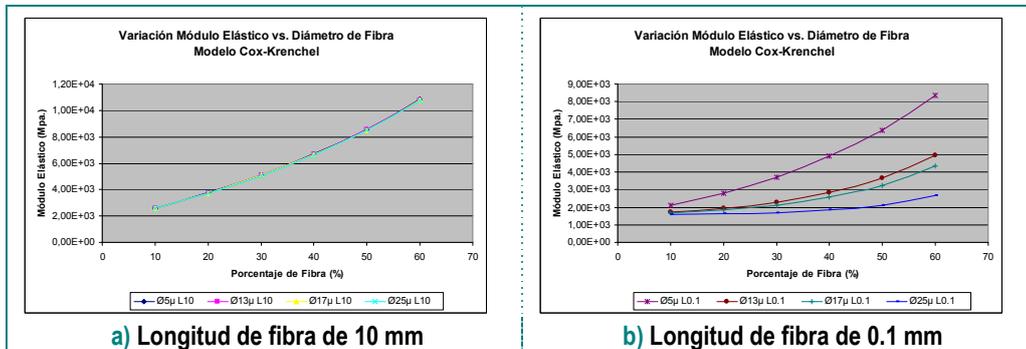


Figura 2.21: Detalle de la variación del módulo elástico con el diámetro de la fibra (C-K)

En la [figura 2.21](#) puede observarse como para longitudes de fibra grandes (10 mm) la influencia de la variación del diámetro de la fibra de refuerzo en el módulo elástico del material compuesto es mínima (en la [figura 2.21\(a\)](#) las cuatro gráficas se superponen). Sin embargo, para longitudes de fibra muy pequeñas (0.1 mm) la influencia del diámetro es significativa ([figura 2.21 \(b\)](#)).

Variación de la rigidez de la matriz polimérica

En los materiales compuestos de matriz polimérica el valor del módulo elástico presenta una importante dependencia con la temperatura. Dicha dependencia es inversa, es decir al subir la temperatura disminuye el módulo elástico. Por ejemplo, hemos podido verificar que, un polipropileno copolímero sin reforzar, puede reducir en 3/4 su módulo elástico a tracción (pasando de 1600 Mpa a 400 Mpa) cuando la temperatura de ensayo se incrementa desde temperatura ambiente hasta 80°C. En esas mismas condiciones de temperatura, un material compuesto de matriz polioléfnica reforzado con un 30% de fibra de vidrio puede reducir su módulo aproximadamente un 50% (pasando de 4400 Mpa a 2200 Mpa).

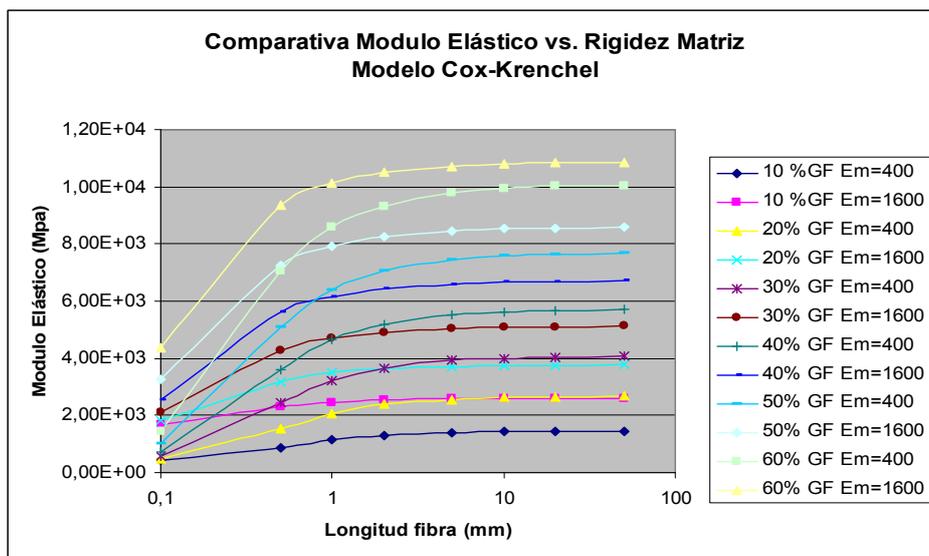


Figura 2.22: Influencia de la rigidez de la matriz polimérica en el Módulo Elástico (C-K)

Utilizando el modelo Cox-Krenchel, la única forma de representar el efecto de la temperatura en el módulo elástico del material es variando el módulo elástico de la matriz polimérica.

En la [figura 2.22](#) se muestra el resultado que predice el modelo Cox-Krenchel cuando reducimos drásticamente el módulo elástico de la matriz polimérica (de 1600 a 400 Mpa).

Para poder interpretar mejor los resultados anteriores, vamos a graficar de forma individual lo que sucede para dos longitudes de fibras.

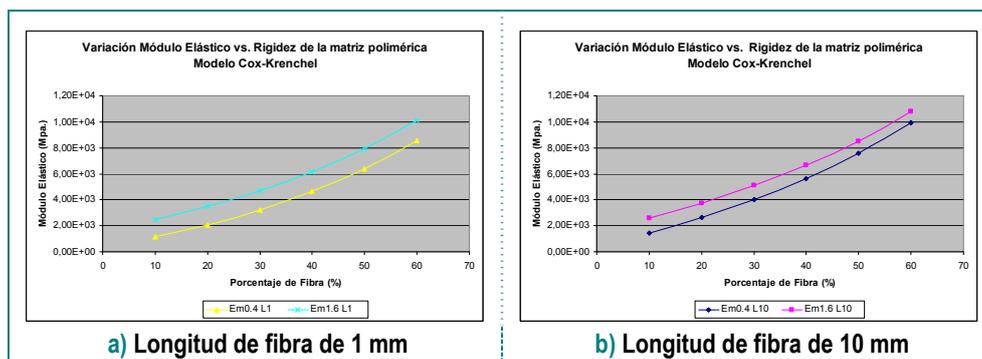


Figura 2.23: Detalle de la variación del módulo elástico (C-K) con la rigidez de la matriz

En la [figura 2.23 \(a\)](#) se muestra la variación del módulo elástico del material compuesto para una longitud de fibra de 1 mm. Como puede apreciarse la variación del módulo es prácticamente independiente de la concentración de la fibra. Para un porcentaje de fibra del 30% el modulo elástico pasa de 4700 a 3240 Mpa (disminución aproximada del 30%).

En la [figura 2.23 \(b\)](#) se muestra la variación del módulo elástico del material compuesto para una longitud de fibra de 10 mm. Para un porcentaje de fibra del 30% el modulo elástico pasa de 5080 a 4000 Mpa (disminución aproximada del 20%).

Como puede apreciarse en el ejemplo estudiado, la predicción del módulo elástico del material compuesto dada por el modelo Cox-Krenchel pierde precisión cuando se analiza el efecto de la temperatura.

Variación de la rigidez de las fibras

Para acabar con el estudio sobre el modelo de Cox-Krenchel cabe preguntarse como varían las predicciones del modelo en función de la rigidez de la fibra de refuerzo. En la [figura 2.24](#) se presenta el resultado obtenido al aplicar el modelo Cox-Krenchel para fibras de refuerzo de rigidez 50 y 100 Gpa.

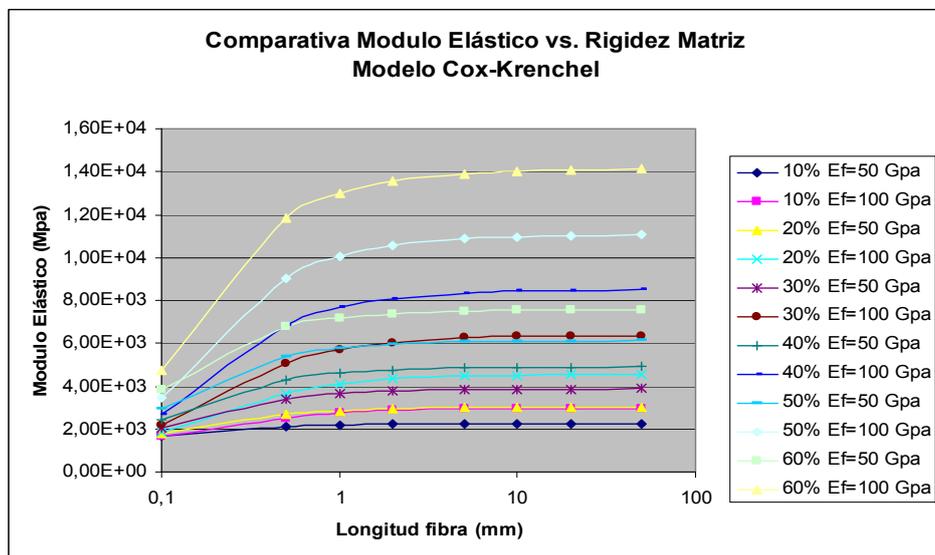


Figura 2.24: Influencia de la rigidez de la fibra de refuerzo en el Módulo Elástico (C-K)

Como puede apreciarse, de todas las variables analizadas en el modelo Cox-Krenchel, la rigidez de la fibra de refuerzo es, lógicamente, la que más afecta al módulo elástico del material compuesto.

Igual que en los casos anteriores, para una mejor comprensión del efecto que se está estudiando, se han graficado casos particulares de longitudes de fibra.

En la [figura 2.25](#) puede apreciarse que la variación del módulo elástico en función de la rigidez de la fibra de refuerzo es prácticamente independiente de la longitud de la fibra (para valores de longitud de fibra de 1 y 10 mm). En ambos casos ([figura 2.25 \(a\)](#) y [2.25 \(b\)](#)) a medida que aumenta el porcentaje del refuerzo, el módulo del material compuesto tiende a aumentar en la misma proporción que ha aumentado el módulo de la fibra (es decir, casi al doble).

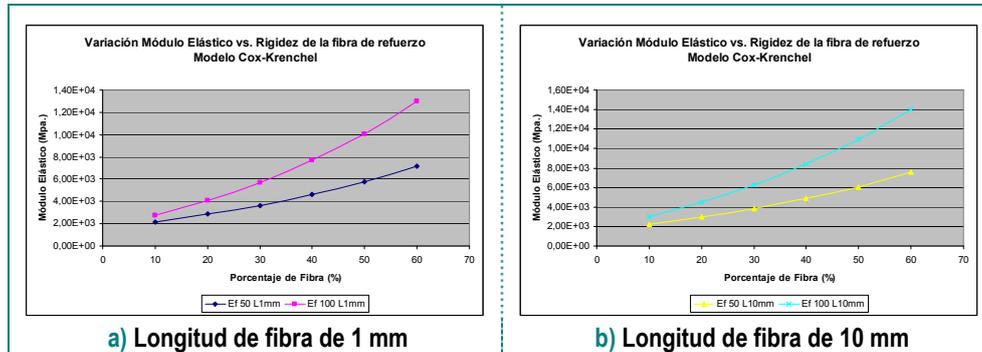


Figura 2.25: Detalle de la influencia de la rigidez de la fibra en el Módulo Elástico (C-K)

2.5.4. Modelo de Kelly-Tyson para la tensión de rotura de materiales compuestos

La siguiente propiedad mecánica básica de un material compuesto que vamos a analizar es la tensión de rotura ante esfuerzo de tracción. La tensión máxima antes de rotura de un material compuesto nos proporciona una idea representativa del nivel de esfuerzo que puede soportar el material antes de un fallo catastrófico. Lógicamente, en condiciones normales, un componente nunca va a soportar un nivel de esfuerzo que le provoque una tensión próxima a la tensión de rotura. Básicamente porque en el entorno de la tensión máxima de rotura se van a producir deformaciones permanentes que hay que evitar por todos los medios. Sin embargo, este valor nos proporciona una idea muy aproximada de la idoneidad de un material para una aplicación concreta.

Siguiendo la misma filosofía que para el modelo del módulo elástico del material compuesto (Cox-Krenchel), los doctores A. Kelly y W.R. Tyson desarrollaron un modelo matemático para predecir la tensión de rotura de materiales compuestos⁸⁵. Aunque el amplio conocimiento de Kelly y Tyson versaba sobre la metalurgia y el modelo matemático fue desarrollado para aleaciones metálicas reforzadas con partículas discretas, se comprobó que dicho modelo también era el más adecuado para el caso de materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con fibra discontinua.

El modelo propuesto por Kelly-Tyson para predecir la tensión de rotura de un material compuesto (σ_{uc}) se basa en la ley de mezclas modificada. Puede expresarse de la siguiente manera:

$$\sigma_{uc} = \eta_0 \cdot \eta_{ls} \cdot v_f \cdot \sigma_f + (1 - v_f) \cdot \sigma_m$$

Es decir, desde el punto de vista conceptual, la tensión de rotura del material compuesto puede expresarse como la suma de la contribución de la fibra de refuerzo (σ_f) y de la matriz polimérica (σ_m). La tensión de rotura de cada uno de los componentes que forman el material compuesto está modulado por una serie de parámetros que analizaremos a continuación. En primer lugar, cabe destacar que la matriz polimérica presenta mayor elongación a rotura que la fibra de refuerzo y, por lo tanto, cuando se produce la rotura, la tensión de la matriz no será la tensión máxima que soporta de forma individual sino que será la tensión a la deformación correspondiente a la rotura del material compuesto. En la fórmula anterior, para evitar equivocaciones se suele utilizar la nomenclatura σ_{um} en lugar de σ_m para indicar que la contribución de la matriz a la tensión de rotura del material compuesto no es la máxima que puede aportar la matriz.

η_0 es el coeficiente que modela que las fibras no están alineadas en la dirección del esfuerzo. Como primera aproximación se toma el desarrollo efectuado por Krenchel⁷⁷. Para distribuciones de fibras bidimensionales aleatorias se considera un valor de 3/8. Posteriormente se analizará que para este valor numérico no se obtienen buenas predicciones con el modelo y se introduce una corrección, siendo el valor 0.2 el utilizado por la mayoría de los autores^{86,88,89,90}.

η_{ls} es el coeficiente que modela las características morfológicas de las fibras utilizadas (similar al “coeficiente de eficiencia de longitud de fibra” utilizado en el modelo Cox-Krenchel) y, además, la interacción entre la fibra y la matriz.

$$\eta_{ls} = \frac{1}{v_f} \cdot \left[\sum_i \left(\frac{L_i \cdot v_i}{2 \cdot L_c} \right) + \sum_j \left(v_j \cdot \left(1 - \frac{L_c}{2 \cdot L_j} \right) \right) \right]$$

dónde v_f es el volumen de fibra, L_c es la longitud crítica de fibra, L_i representa a las fibras por debajo de la longitud crítica (que ocupan un volumen v_i) y L_j representa a las fibras por encima de la longitud crítica (que ocupan un volumen v_j)

Longitud Crítica (L_c) y tensión interfacial (τ)

Aunque la fórmula del modelo Kelly-Tyson pueda parecer compleja, el concepto que subyace es relativamente sencillo. Según esta teoría existe una “longitud crítica de fibra” (L_c), de tal manera que, la contribución de cada fibra individual a la tensión de rotura del material compuesto, depende radicalmente de si la longitud de la fibra está por debajo o por encima de dicha longitud crítica.

Según el modelo K-T, si queremos maximizar la tensión de rotura que puede soportar el material compuesto, es más conveniente que las fibras se rompan y no se despeguen de la matriz (fenómeno de “pull-out”). Las fibras de refuerzo, al romperse, proporcionan la máxima tensión de rotura posible al material compuesto.

Para obtener una expresión sencilla de la longitud crítica se analiza el caso representado en la [figura 2.26](#).

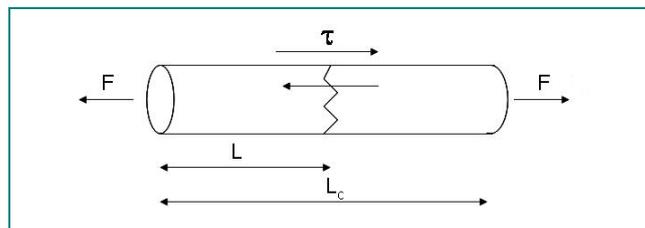


Figura 2.26: Esquema de fuerzas en la rotura de una fibra

Supongamos una única fibra de refuerzo de diámetro D , longitud L_c , y resistencia a la rotura σ_f sometida a una tensión uniaxial. La fibra está completamente embebida en la matriz polimérica y perfectamente alineada con la dirección del esfuerzo. La rotura se produce por el medio de la fibra y la interacción entre ambas se modela con la tensión interfacial τ . En el momento en el que se rompe la fibra se puede establecer el siguiente equilibrio de fuerzas:

Fuerza que resiste la fibra antes de rotura = $\sigma_f \cdot \text{Área}_{\text{transversal}}$

Fuerza que provoca el despegue de la fibra = $\tau \cdot \text{Área}_{\text{lateral}}$

Igualando estas dos fuerzas: $\sigma_f \cdot \pi \cdot R^2 = \tau \cdot 2 \cdot \pi \cdot R \cdot L$ se calcula la longitud crítica de la fibra

$$L_c = \frac{\sigma_f \cdot D}{2 \cdot \tau}$$

Cuanto mayor sea la tensión de rotura de la fibra y menor la tensión interfacial mayor deberá ser la longitud de la fibra para asegurar que el modo de fallo será la rotura de la fibra y no el despegue de la interfase fibra-matriz.

La tensión interfacial (τ) es el parámetro que modela la interacción entre la superficie de la fibra y la matriz. Este parámetro no puede deducirse de manera teórica en función de las características morfológicas de las fases que componen el material compuesto. Por lo tanto es necesario un ensayo para determinar este parámetro. El ensayo que se utiliza es el ensayo de “*pull-out*” en el cual se intenta medir con precisión la fuerza necesaria para arrancar una única fibra parcialmente embebida en una gota hemiesférica de matriz polimérica. El ensayo de “*pull-out*” se ha convertido, a pesar de su complejidad y discutible repetitividad, en un ensayo de referencia. Diferentes versiones de este ensayo^{91,92,93} han sido utilizadas para caracterizar la adherencia interfacial en el diseño de materiales compuestos.

El parámetro de tensión interfacial según ha sido calculado puede, en teoría, recoger las características morfológicas de la interfase asociadas a la funcionalización de la matriz y al tratamiento superficial de la fibra. De la misma manera, ajustando las condiciones del ensayo, debería de ser capaz de recoger la dependencia de la interacción fibra-matriz con la temperatura. A continuación, veremos, sobre un caso particular la tendencia de predicción del modelo Kelly-Tyson en función de los valores particulares de tensión interfacial.

Para materiales compuestos de matriz poliolefínica y refuerzo discontinuo de fibra de vidrio suelen tomarse como representativos⁸⁶ los

siguientes valores para la tensión interfacial (τ) y para la longitud crítica de fibra (L_c):

Interacción fibra-matriz	τ (Mpa)	L_c (mm)
Muy débil. Ensimaje no específico	3,8	4,4
Normal. Ensimaje específico	6	2,8
Fuerte. Máxima compatibilidad.	10	1,7

En la figura 2.27 se representa gráficamente la variación de la longitud crítica con la tensión interfacial para distintos diámetros de la fibra de refuerzo.

La variación de la longitud crítica con la tensión interfacial no es lineal. Para valores bajos de la tensión interfacial la longitud crítica aumenta considerablemente. Cuanto más débil sea la interacción fibra-matriz mayor será la longitud mínima que garantice que el modo de fallo sea rotura de fibra y no despegue de la interfase matriz-fibra. Debido a la no linealidad de este fenómeno, superado un cierto valor de tensión interfacial el efecto sobre la longitud crítica será cada vez menor.

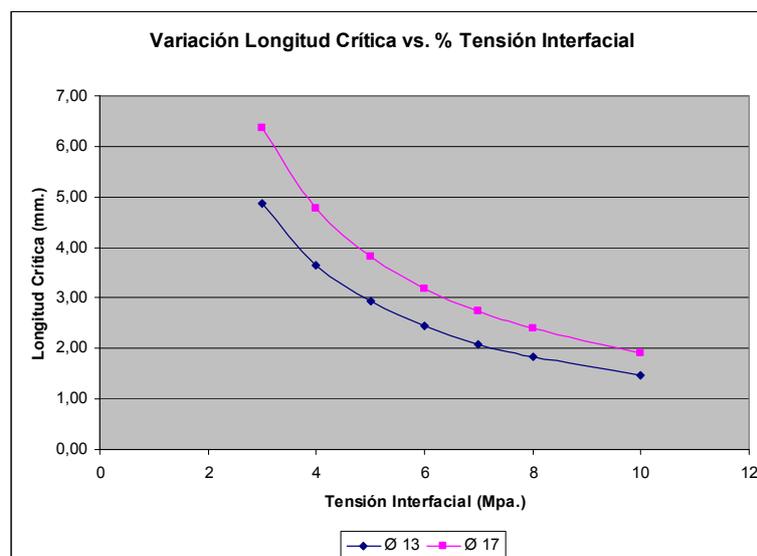


Figura 2.27: Variación de la Longitud Crítica con la Tensión Interfacial

También puede observarse cómo la variación del diámetro de la fibra de refuerzo afecta a la longitud crítica. Esta relación es directa y lineal. Cuanto mayor sea el diámetro de la fibra mayor será la longitud crítica.

Consideraciones sobre el modelo Kelly-Tyson

El modelo Kelly-Tyson para predecir la tensión de rotura máxima de un material compuesto de matriz polimérica y fibra de refuerzo discontinua presenta muchas similitudes con el modelo Cox-Krenchel para predecir el módulo elástico. De hecho, la correlación entre los resultados que predicen el modelo y los resultados reales presenta buena correlación a temperatura ambiente y baja velocidad de deformación^{86,87,88,89,90}. Sin embargo, cuando se intenta extrapolar el modelo para predecir la tensión de máxima de rotura a alta temperatura y/o velocidad de deformación, la divergencia entre los resultados reales y teóricos es significativa. El modelo propuesto no resulta predictivo.

El concepto fundamental introducido por el modelo de Kelly-Tyson es la diferente contribución de cada fibra individual en función de su longitud real en relación con la longitud crítica. Es usual escribir el modelo de la siguiente manera:

$$\sigma_{uc} = \sum_i \left(\frac{\tau \cdot L_i \cdot v_i}{D} \right) + \sum_j \left(\sigma_{fj} \cdot v_j \cdot \left(1 - \frac{L_c}{2 \cdot L_j} \right) \right) + (1 - v_f) \cdot \sigma_{um}$$

La longitud crítica divide a las fibras en dos categorías: las que están por encima y las que están por debajo de dicho valor.

Las fibras que tengan menor longitud que la longitud crítica (las referidas en el primer sumatorio de la formula con el subíndice “i”) tenderán a desprenderse de la matriz sin llegar a romper. Por lo tanto, el parámetro fundamental que modela la contribución a la tensión de rotura del material compuesto, es la tensión interfacial (τ) y no la tensión de rotura de la fibra.

Las fibras que tengan mayor longitud que la longitud crítica (las referidas en el segundo sumatorio de la fórmula con el subíndice “j”) tenderán a romper, dado que la fuerza de adhesión a la matriz es mayor que la fuerza de rotura (obtenida mediante el producto de la tensión de rotura por el área transversal de la fibra). Por lo tanto, el parámetro fundamental que modela la contribución de estas fibras a la tensión de rotura del material compuesto, es la tensión de rotura de la fibra (σ_f).

Analizando en detalle el modelo Kelly-Tyson podemos observar que, en ambos sumatorios, interviene el parámetro L_c y, por lo tanto, de forma indirecta influyen tanto el parámetro de tensión de rotura de la fibra como el parámetro de tensión interfacial.

Coefficiente de orientación de fibra (η_0)

De la misma manera que ocurre en el modelo para el módulo elástico (Cox-Krenchel) las fibras de refuerzo no están, en general, alineadas en la dirección del esfuerzo. Para modelar este efecto se introduce el coeficiente η_0 . Lógicamente, la primera aproximación que se utilizó para este coeficiente fue el mismo valor propuesto por Krenchel (0.375 para el caso de distribución de fibra bidimensional aleatoria). Pronto se comprobó que los valores teóricos eran sistemáticamente superiores a los reales.

Para aumentar la predictividad del modelo se introduce el concepto de “ineficiencia de longitud de fibra” en una zona de la fibra denominada “zona crítica”. Este efecto se modela con el parámetro β que varía entre 0 y 1. De tal manera que el producto $\beta \cdot L$ es la zona de ineficiencia de la fibra.

La expresión más completa que relaciona β y η_0 fue descrita por Chou⁹⁰

$$\eta_0 = \left(\frac{8}{3 \cdot \pi^3} \right) \cdot (2 + \beta^2) \cdot \sqrt{1 - \beta^2} \cdot \left(\cos^{-1} \beta - \frac{1}{2} \cdot \beta \cdot \log \left(\frac{1 + \sqrt{1 - \beta^2}}{1 - \sqrt{1 - \beta^2}} \right) \right)$$

En la [figura 2.28](#) puede observarse en forma gráfica la relación del factor de orientación con el coeficiente β

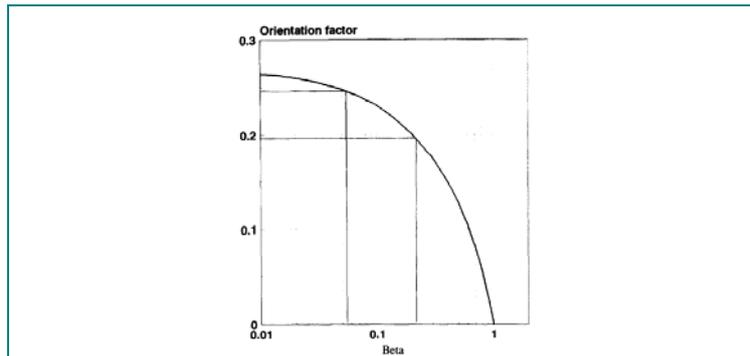


Figura 2.28: Variación del factor de orientación con el parámetro β^{90}

Aunque existe discrepancia entre autores^{90,94}, es usual tomar como factor de orientación η_0 valores en el intervalo 0.2 - 0.25

Predicciones del modelo Kelly-Tyson aplicado a un caso concreto

Con el fin de analizar la información obtenida con este modelo se presentan a continuación los resultados obtenidos del estudio teórico realizado sobre un caso particular (polipropileno reforzado con fibra de vidrio) aplicando el modelo teórico de Kelly-Tyson. Sobre una situación particular de parámetros de diseño del material inicial se van a modificar las variables y se analizarán los resultados que predice el modelo teórico.

$$\sigma_{uc} = \sum_i \left(\frac{\tau \cdot L_i \cdot v_i}{D} \right) + \sum_j \left(\sigma_{fj} \cdot v_j \cdot \left(1 - \frac{L_c}{2 \cdot L_j} \right) \right) + (1 - v_f) \cdot \sigma_{um}$$

σ_f =Tensión Rotura de la fibra (Mpa)	2,25E+03
E_f = módulo elástico de la fibra (Mpa)	7,50E+04
E_m = módulo elástico de la matriz (Mpa)	1,60E+03
V_f = Fracción volumétrica fibra	0,133
ρ_{fibra} (g/cc)	2,54
ρ_{matriz} (g/cc)	0,909
D = Diámetro de la fibra (micras)	15
ζ =Tensión interfacial fibra-matriz (Mpa)	6
ξ_f = Elongación a rotura de la fibra (%)	2
η_0 = factor orientación	0,2
σ_{um} =Tensión Rotura de la matriz (Mpa) (rotura fibra)	3,20E+01
L_c = Longitud crítica de fibra (mm)= $\sigma_f^*D/2\zeta$	2,81

Con los datos anteriormente expuestos, la predicción de la tensión de rotura del material compuesto en función de la longitud de fibra y para distintos porcentajes de fibra según el modelo de Kelly-Tyson puede apreciarse en la [figura 2.29](#).

Analizando esta figura pueden extraerse las siguientes conclusiones:

- La dependencia de la tensión de rotura con la longitud de la fibra es muy significativa. Para el caso de estudio la longitud crítica es de 2.8 mm. Puede apreciarse que, en el entorno de la longitud crítica, no se produce inflexión del comportamiento (como ocurría en el modelo Cox-Krenchel para el módulo elástico). Incluso para longitudes de fibra muy altas (>10 mm) el aumento en la tensión de rotura del material compuesto con la longitud de fibra es importante.
- La tensión de rotura aumenta con el porcentaje de fibra.
- Para longitudes de fibra muy bajas, la predicción del modelo es singular. Las curvas que representan a los distintos porcentajes de fibras se cruzan, siendo ligeramente superiores los valores de tensión de rotura para concentraciones menores de fibra.

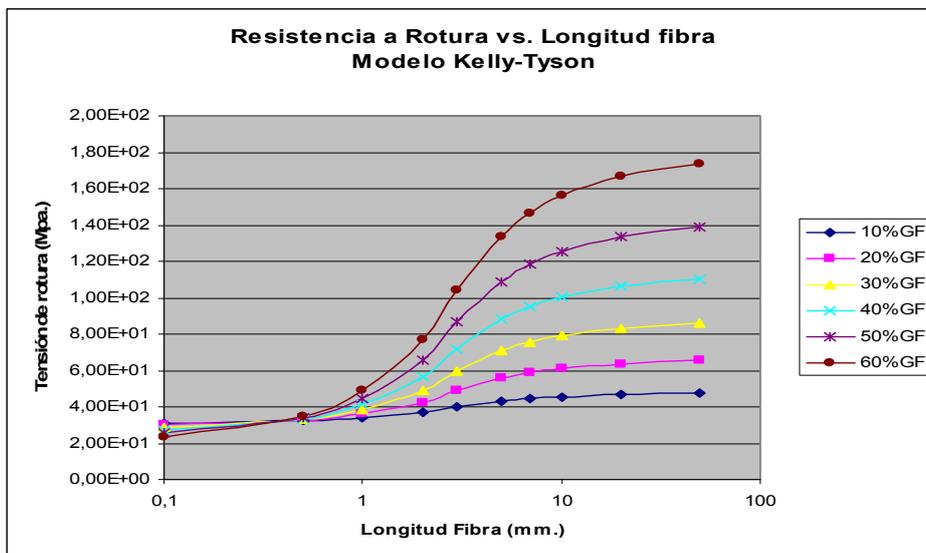


Figura 2.29: Predicción del modelo de Kelly-Tyson para el caso de estudio

En la [figura 2.30](#) puede observarse la predicción de la variación de la tensión de rotura con el porcentaje de fibra en función de distintas longitudes de fibra.

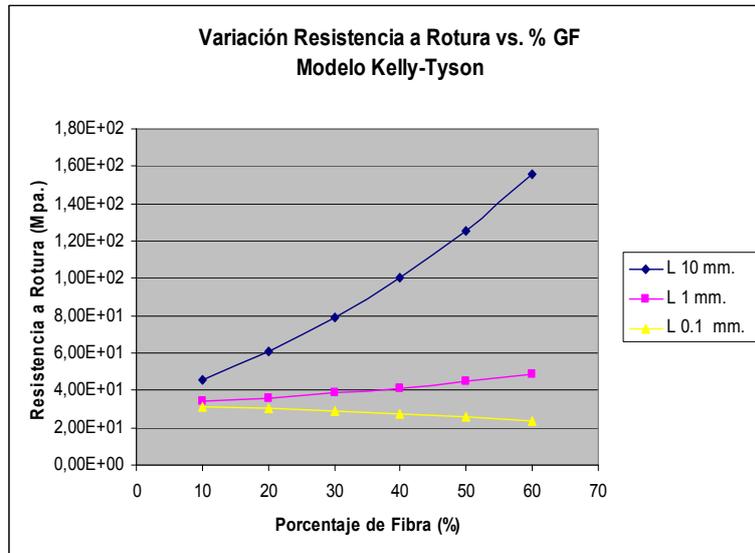


Figura 2.30: Detalle de la variación de la Resistencia a rotura con el porcentaje de fibra (K-T)

Para longitudes de fibra grandes (10 mm) la variación de la tensión de rotura con el porcentaje de fibra es importante, mientras que para longitudes de fibra más pequeñas (1 mm) la variación es muy inferior. Para el caso de longitudes de fibra de 0,1 mm la predicción del modelo dice que la tensión de rotura disminuiría al aumentar la concentración de fibra.

Para tener una primera valoración de la exactitud en la predicción de la tensión de rotura con el modelo desarrollado por Kelly-Tyson vamos a analizar los resultados obtenidos de materiales compuestos de matriz de polipropileno reforzados con distintos porcentajes de fibra (20, 30, 40 y 60%). Estos materiales compuestos fueron inyectados y posteriormente caracterizados para obtener la tensión de rotura a tracción.

Los materiales compuestos son comerciales, por lo cual suponemos que la interacción fibra-matriz es buena ($\tau = 6$ Mpa). Las probetas caracterizadas han sido obtenidas por inyección (factor de orientación ≈ 1). Midiendo la longitud de las fibras en las probetas

inyectadas se ha obtenido un valor promedio próximo a 1 mm para 20, 30 y 40%. Para la concentración del 60% se ha comprobado que la longitud de la fibra promedio resultante es de 0,8 mm.

En la [figura 2.31](#) se muestra de forma gráfica la comparativa entre los resultados que predice el modelo Kelly-Tyson y los valores reales obtenidos.

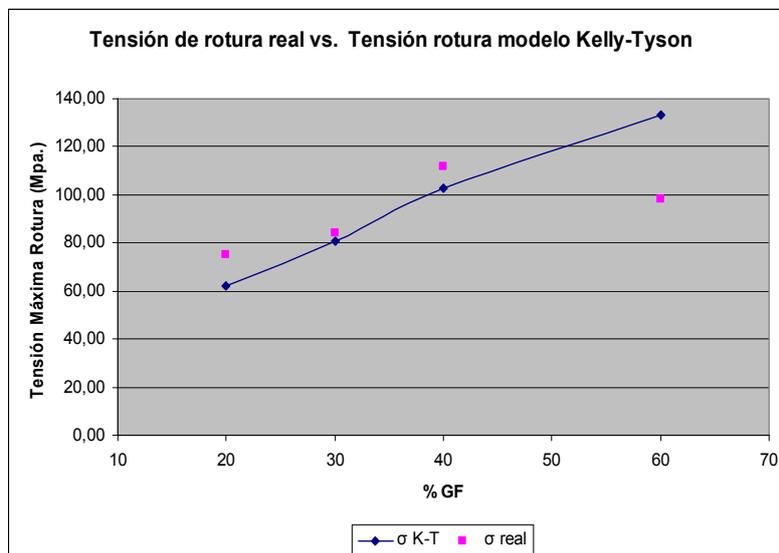


Figura 2.31: Comparación entre el valor real de tensión de rotura y la predicción (K-T)

Como puede apreciarse la predicción del modelo de Kelly-Tyson es excelente para la concentración de fibra del 30%. La aproximación para las concentraciones 20 y 40% es bastante buena. Sin embargo, cuando el material compuesto tiene un 60% de fibra, la aproximación del modelo no es buena. Esta falta de correspondencia entre los valores teóricos y reales cuando los materiales compuestos tienen concentraciones altas de fibra suele atribuirse a problemas de impregnación entre la fibra y la matriz, provocados por la presencia mayoritaria de fibra^{15,82}.

A continuación se estudiara con detalle como afectan a las predicciones del modelo Kelly-Tyson la variación de los principales parámetros de diseño del material compuesto. Para mostrar más claramente los resultados se van a graficar únicamente las concentraciones de fibra 20, 40 y 60%. En el análisis comparativo de

detalle nos centraremos en las longitudes de fibra de 1 y 10 mm. La longitud de fibra de 0,1 mm no se tendrá en cuenta porque para longitudes de fibra tan pequeñas consideramos que el modelo no es predictivo.

Variación del diámetro de las fibras

En el modelo Kelly-Tyson, el diámetro de la fibra influye en la resistencia a rotura a través del concepto de longitud crítica. Fijando el resto de las variables de diseño del material, cuanto menor sea el diámetro de la fibra de refuerzo mayor será la resistencia a rotura del material compuesto.

En la [figura 2.32](#) puede apreciarse la diferencia que predice el modelo Kelly-Tyson al utilizar fibras de refuerzo de 13 y 17 micras de diámetro.

La diferencia de comportamiento es mayor para longitudes de fibra menores (por debajo de la longitud crítica).

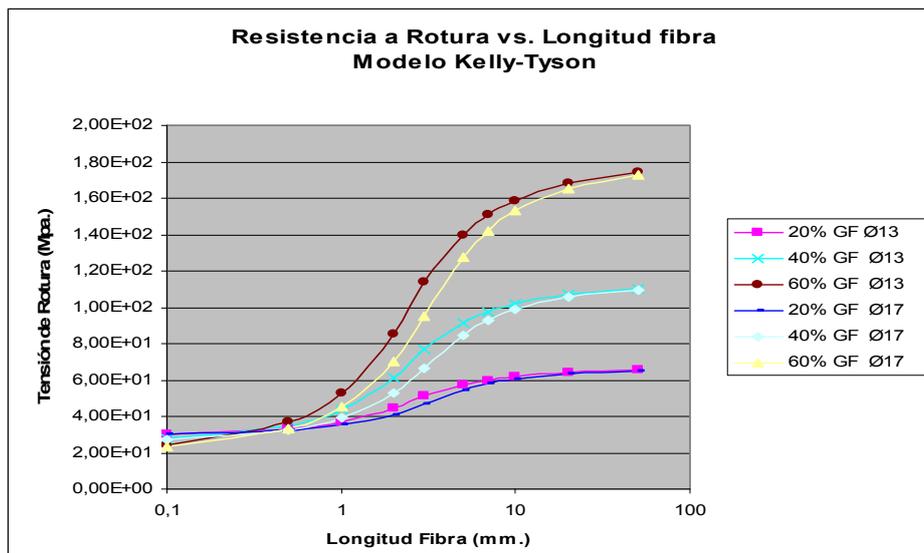


Figura 2.32: Influencia del diámetro de la fibra de refuerzo en la Resistencia a Rotura según el modelo Kelly-Tyson

En la [figura 2.33](#) se ha graficado, para dos longitudes de fibra, el comportamiento de la tensión de rotura al variar el diámetro de la fibra

de refuerzo. Para longitudes de fibra de 1 mm (figura 2.33 (a)) se aprecia diferencia en la tensión de rotura. Para longitudes de fibra de 10 mm (figura 2.33 (b)) las diferencias de comportamiento son pequeñas.

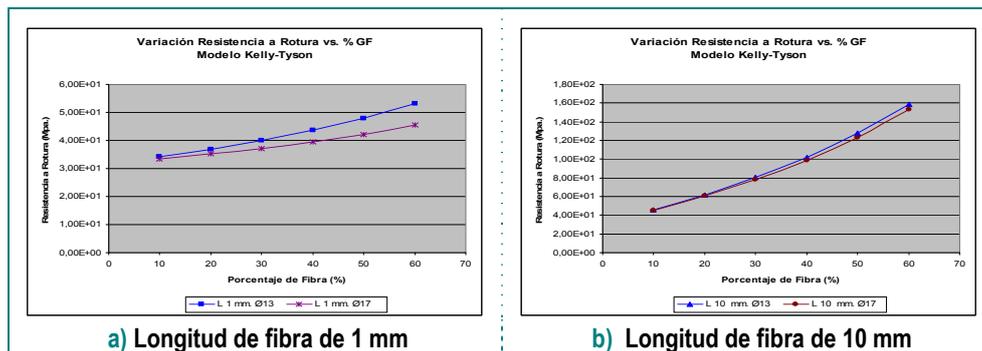


Figura 2.33: Detalle de la influencia del diámetro de la fibra de refuerzo en la Resistencia a Rotura (K-T)

Variación de la tensión de rotura de las fibras de refuerzo

A continuación se analiza la influencia que la tensión de rotura de la fibra de refuerzo tiene, según el modelo Kelly-Tyson, en la tensión de rotura del material compuesto. Es lógico pensar que el aumento de las prestaciones mecánicas asociadas a la fibra de refuerzo, va a tener una influencia significativa en las propiedades mecánicas del material compuesto.

En la figura 2.34 se muestra el comportamiento que predice el modelo Kelly-Tyson respecto a la variación de la tensión de rotura de la fibra de refuerzo. Analizando la gráfica se pueden extraer dos conclusiones importantes.

La primera es que, lógicamente, la tensión de rotura del material compuesto aumenta de forma significativa con el aumento de la tensión de rotura de la fibra de refuerzo.

La segunda, es que esta mejora de la tensión de rotura del material compuesto no se pone de manifiesto mientras que la longitud esté por debajo de la longitud crítica. Este aspecto es muy importante y merece la pena detenerse a reflexionar sobre él. Los dos parámetros mecánicos fundamentales que definen una fibra de refuerzo son la

rigidez y la tensión de rotura. Cuanto mayor sean estos parámetros “mejor” será la fibra. Desgraciadamente, cuanto mayor sean estos parámetros, más cara será la fibra. Es decir, existe una relación directa entre las prestaciones mecánicas y el precio de la fibra. Sin embargo, esta calidad de la fibra no sirve de nada si no somos capaces de trasladarla a las propiedades finales del material compuesto. En este punto entran en juego las características particulares de cada proceso de transformación y el concepto de longitud crítica. En concreto, si estamos pensando en la transformación del material compuesto mediante inyección, las longitudes finales máximas de fibra que podemos obtener están en el intervalo 1-2 mm.

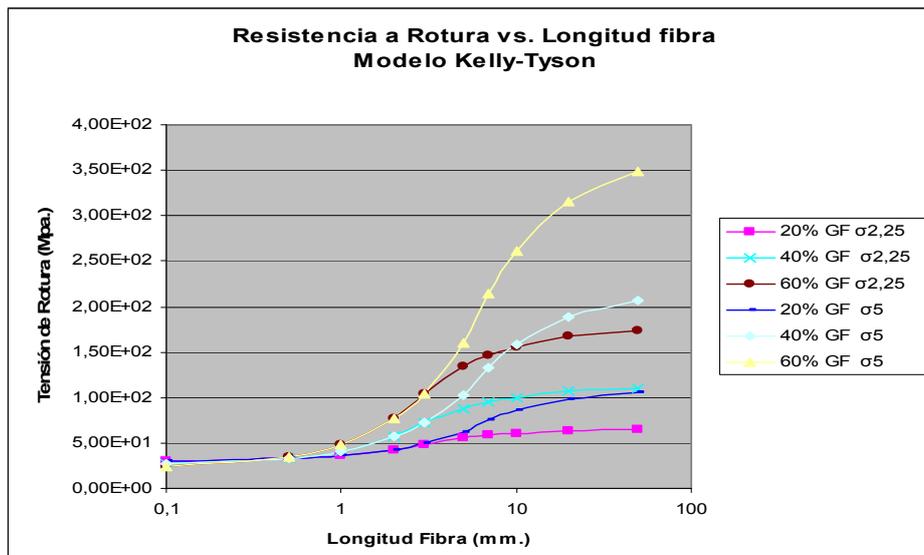


Figura 2.34: Influencia del diámetro de la fibra de refuerzo en la Resistencia a Rotura según el modelo Kelly-Tyson

Si analizamos las gráficas de la [figura 2.34](#) vemos que, duplicar el valor de la tensión de rotura de la fibra consigue un efecto nulo en la tensión de rotura del material compuesto ya que la longitud de fibra que se puede conseguir con el proceso de transformación elegido está por debajo de la longitud crítica. En estas condiciones, tanto las fibras “buenas” como las fibras “peores” serán arrancadas de la matriz y la diferencia entre las fibras no se pone de manifiesto dado que no hay rotura de fibras. Además, cuanto mayor sea la tensión de rotura de la fibra, mayor será la longitud crítica necesaria que evita el

desprendimiento de la matriz. Por lo tanto, siempre hay que tener en cuenta, a la vez las propiedades de la fibra de refuerzo, las longitudes alcanzables por el proceso de transformación y la interacción entre la fibra y la matriz. Únicamente teniendo en cuenta todos los aspectos a la vez, se pueden optimizar las propiedades mecánicas específicas frente al precio del material compuesto.

Para poner de manifiesto la importancia de la longitud de la fibra, se han graficado dos casos extremos. En la figura 2.35 (a) se presenta el resultado que predice el modelo para una longitud de fibra de 1 mm mientras que en la figura 2.35 (b) se puede apreciar el resultado esperado para una longitud de fibra de 10 mm.

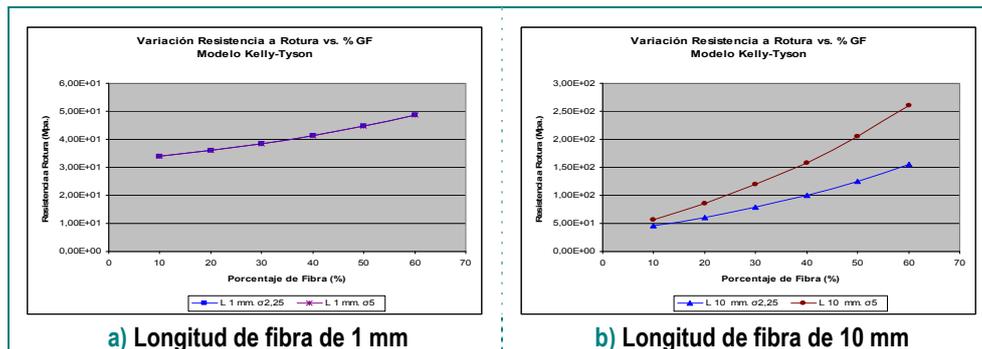


Figura 2.35: Detalle de la influencia de la resistencia de la fibra en la Resistencia a Rotura del material compuesto (K-T)

Para longitudes de fibra bajas, el aumento de la resistencia a tracción de las fibras de refuerzo no aporta mayor resistencia a rotura del material compuesto.

Estudio de la predictividad del modelo Kelly-Tyson a temperaturas elevadas

Para terminar con el estudio del modelo de predicción de la tensión de rotura de materiales compuestos desarrollado por Kelly-Tyson, vamos a analizar la predictividad del modelo para temperaturas elevadas (80°C).

Al aumentar la temperatura tanto la tensión interfacial polímero-fibras (τ) como el módulo elástico de la matriz polimérica (E_m)

disminuyen. Para estudiar la idoneidad del modelo vamos a representar dos casos extremos. El primer caso es un material que represente la situación normal a temperatura ambiente. Este material tendrá una buena tensión interfacial (12 Mpa) y una rigidez de matriz polimérica normal (1600 Mpa) El segundo caso es un material que representa la situación que se produce cuando la temperatura de funcionamiento es elevada (80°C). En este segundo material se ha tomado un valor de tensión interfacial mínimo (3 Mpa), el equivalente a una nula adherencia matriz-polímero. Además, para este segundo caso se ha tomado una rigidez de matriz equivalente a la temperatura de funcionamiento (800 Mpa)

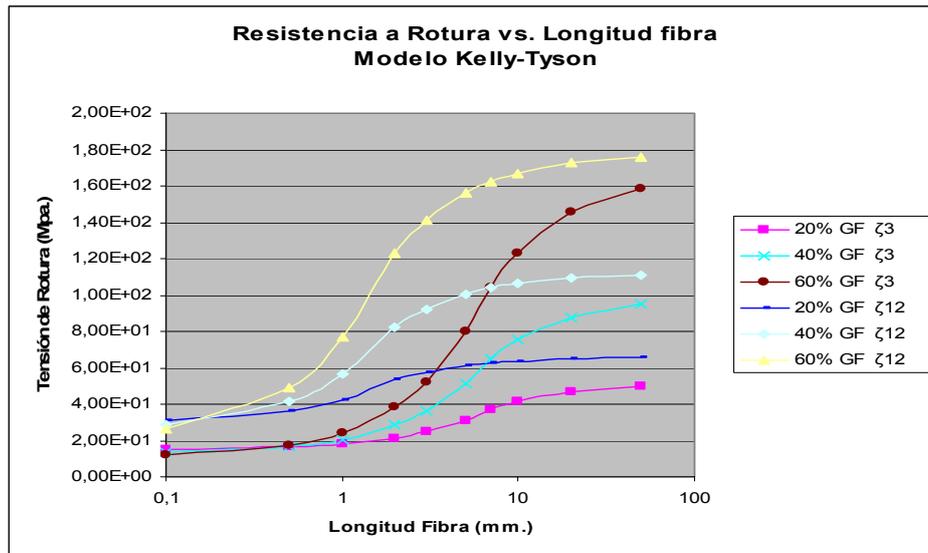


Figura 2.36: Influencia de la tensión interfacial fibra-polímero en la Resistencia a Rotura según el modelo Kelly-Tyson

En la [figura 2.36](#) puede observarse la predicción del modelo Kelly-Tyson para las dos situaciones planteadas. Los parámetros elegidos han provocado una variación drástica de la tensión de rotura del material compuesto. Analizando en detalle los resultados podemos obtener dos conclusiones interesantes:

- Por debajo de la longitud crítica la variación de la tensión interfacial produce una variación muy importante en la tensión de rotura del material compuesto.

- Incluso para altos valores de longitudes de fibra siempre se mantiene un “gap” entre los valores de tensión de rotura de ambos tipos de materiales. Este “gap” está asociado a la variación de la tensión de rotura de la matriz.

Para estudiar mejor estos efectos se han graficado por separado el caso de longitud de fibra por debajo de la longitud crítica (1 mm) y el caso correspondiente a longitud de fibra significativamente por encima de la longitud crítica (10 mm) crítica.

En la figura 2.37 puede observarse cada uno de los casos estudiados.

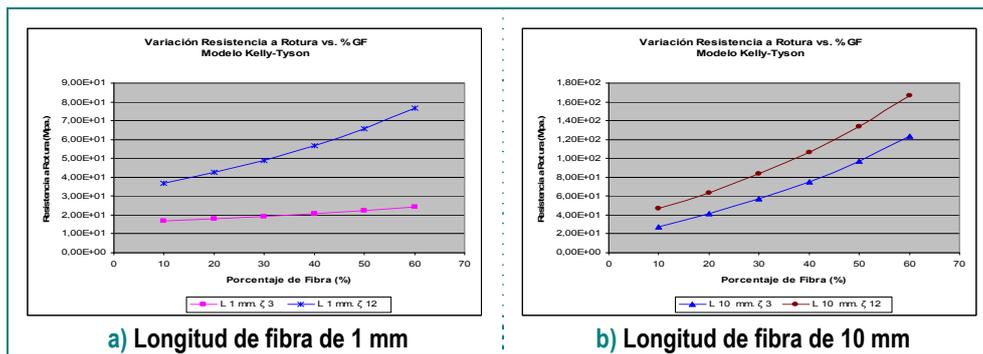


Figura 2.37: Detalle de la influencia de la tensión interfacial fibra-polímero en la Resistencia a Rotura (K-T)

Cuando la longitud de fibra es inferior a la longitud crítica (figura 2.37 (a)) la diferencia entre las dos situaciones es superior al 50%. Además puede apreciarse como esta diferencia aumenta con la concentración de las fibras. Cuando la longitud de fibra es muy grande, la diferencia entre las dos situaciones es menor y, además, virtualmente independiente de la concentración de fibra.

En la figura 2.38 se comparan los valores reales de tensión de rotura obtenida a 80°C para polipropilenos reforzados con fibra de vidrio (20,40 y 60% obtenidos por inyección) con las predicciones del modelo Kelly-Tyson en el supuesto comentado anteriormente (muy baja tensión interfacial y reducción del módulo elástico de la matriz).

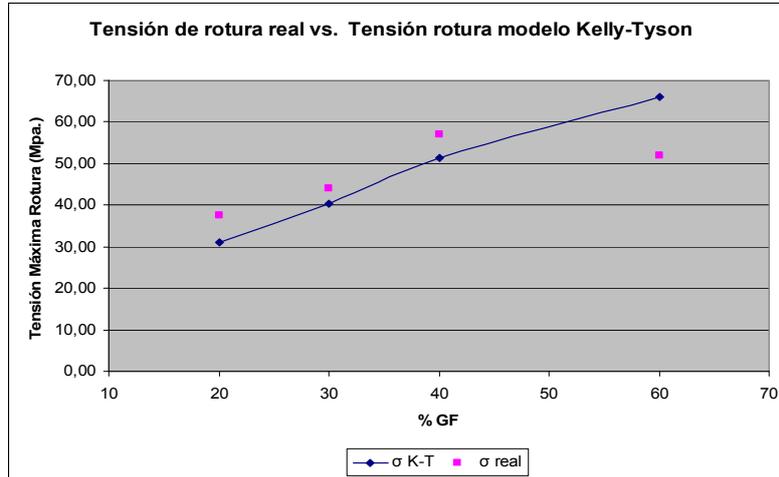


Figura 2.38: Comparación entre el valor real de tensión de rotura y la predicción del modelo Kelly-Tyson para Temperatura de 80°C

Como puede apreciarse, la predicción del modelo de Kelly-Tyson no es mala. El error es del orden de magnitud del que se observaba para ensayos a temperatura ambiente, sobre todo cuando el porcentaje de fibra es alto.

2.5.5. Modelos matemáticos para la energía disipada ante impacto

De la misma manera que se han estudiado los principales modelos predictivos relacionados con la rigidez y la tensión de rotura de materiales compuestos de matriz polimérica y fibra discontinua, a continuación se estudiarán los modelos que tratan de determinar la energía que puede disipar un material compuesto cuando es sometido a una sollicitación de “*impacto*”

Con el término “*impacto*” nos vamos a referir a sollicitaciones mecánicas caracterizadas por una elevada velocidad de deformación en las cuales, el material compuesto disipa energía mediante múltiples mecanismos, llegando incluso a la rotura completa del mismo. Esto hace que el fenómeno sea muy complejo y difícil de encontrar una modelo matemática predictivo de este fenómeno.

Incluso la forma de medir experimentalmente la energía disipada durante un ensayo de “*impacto*” dista mucho de ser unívoca.

En primer lugar, se aprecia que la dispersión de los resultados experimentales es muy grande, al contrario que con el módulo elástico.

En segundo lugar, cabría esperar que los resultados de energía específica (expresados en KJ/m^2 cuando se produce la rotura) fueran similares independientemente del tipo de ensayo. Sin embargo^{95,97,98,100} podemos asegurar que el tipo de ensayo influye notablemente en los resultados numéricos obtenidos. Factores tales como la forma de colocar y sujetar la probeta en el útil de ensayo (tipo Izod o Charpy), o la presencia de entalla inicial provocan distintos valores específicos de energía disipada durante el ensayo. Si además de las consideraciones anteriores, tenemos en cuenta que, en ocasiones, las roturas de las probetas son parciales y que, incluso en el mismo lote, se pueden producir mezcla de comportamientos dúctiles y frágiles, es evidente la dificultad de modelar matemáticamente de forma precisa este tipo de fenómenos.

2.5.5.1. Modelo de Cottrell para la energía disipada ante impacto de materiales compuestos

En la década de 1960, siguiendo la misma filosofía con la que se desarrollaron los modelos de Cox-Krenchel y de Kelly-Tyson, Cottrell y colaboradores^{95,96,97} presentan un modelo matemático para el cálculo de la energía disipada durante la deformación y rotura de aleaciones metálicas reforzadas con fibras discontinuas de alto módulo elástico.

Para Cottrell, la energía disipada por un material compuesto durante un proceso de impacto (U_c) podría calcularse como la suma de la contribución de la energía disipada por la matriz (U_m), más la contribución de la energía disipada por el resto (U_f') modulada por varios factores.

$$U_c = (1 - v_f) \cdot U_m + v_f \cdot U_f'$$

Igual que en el modelo Kelly-Tyson, Cottrell diferencia claramente entre la contribución de las fibras cuya longitud está por encima y por debajo de la longitud crítica (L_c).

Para $L < L_c$

$$U'_f = \left[\frac{L}{D} \cdot U_d \right] + \left[\frac{L^2 \cdot \tau_f}{6 \cdot D} \right]$$

Para $L > L_c$

$$U'_f = \left[\frac{(L - L_c)}{L} \cdot U_f \right] + \left[\frac{L_c^2}{D \cdot L} \cdot U_d \right] + \left[\frac{L_c^3 \cdot \tau_f}{6 \cdot D \cdot L} \right]$$

En las expresiones anteriores U_d es la energía de fractura de la interfase, U_f es la energía de fractura de la fibra, L y D son la longitud y el diámetro de la fibra de refuerzo, L_c es la longitud crítica (calculada igual que en el modelo Kelly-Tyson como $\sigma_f \cdot D / 2 \cdot \zeta$) y τ_f es la fricción interfacial fibra-polímero durante el desprendimiento de la fibra.

Conceptualmente, el modelo de Cottrell considera que el material puede disipar energía mediante cuatro mecanismos:

- ✓ Energía asociada a la matriz polimérica. Modelado por U_m
- ✓ Energía asociada a la rotura de las fibras de refuerzo. Modelado por U_f
- ✓ Energía asociada al despegue parcial de la fibra (“*debonding*”). Modelado por U_d
- ✓ Energía asociada a la extracción completa de la fibra (“*pull-out*”). Modelado por τ_f

Cada uno de los cuatro términos anteriormente descritos tendrá un peso en el mecanismo de disipación de la energía durante el impacto. En función de las características mecánicas relativas de la matriz y la fibra de refuerzo, cada autor considera más importante un término u otro.

En general^{98,99,100}, para materiales compuestos de matriz termoplástica y refuerzo de fibra discontinua, se considera que U_m es muy pequeña. La energía asociada a la rotura de la matriz (U_m) es mínima (del orden de 1KJ/m^2) debido a que la deformación posible de la

matriz está fuertemente restringida por la presencia de la fibra de refuerzo.

Cuando se formuló el modelo de Cottrell los investigadores^{95,99,100} focalizaron la atención sobre el término asociado al proceso de extracción completa de la fibra (*“pull-out”*).

Para poder calcular la energía disipada por una fibra cuando es arrancada completamente de la matriz polimérica sin que se produzca rotura, hay que conocer el *“coeficiente de fricción interfacial”* (τ_f). Este coeficiente no se debe confundir con la tensión interfacial fibra-polímero (τ) con la que se calcula la longitud crítica de fibra.

La fricción interfacial se calcula con la siguiente expresión¹⁰¹:

$$\tau_f = \mu \cdot \sigma_R$$

siendo μ el coeficiente de fricción entre la fibra y el polímero y σ_R la *“tensión radial”* que se produce durante la contracción del material polimérico sobre la fibra durante el proceso de compactación del material compuesto.

$$\sigma_R = \frac{(\alpha_m - \alpha_f) \cdot (T_s - T_t) \cdot E_f \cdot E_m}{(1 + \nu_f + 2 \cdot V_f) \cdot E_f + (1 + \nu_m) \cdot E_m}$$

dónde α_m y α_f son los coeficientes de expansión térmica de la matriz y de la fibra, ν_f y ν_m son los coeficientes de poisson de la fibra y de la matriz, T_s es la temperatura de solidificación de la matriz polimérica, T_t es la temperatura a la que se desea calcular σ_R , E_f y E_m son los módulos elásticos de la fibra y la matriz, V_f es la fracción volumétrica de la fibra en el material compuesto.

Predicciones del modelo de Cottrell aplicado a un caso concreto

A continuación se muestran los resultados obtenidos del estudio teórico realizado sobre un caso particular (polipropileno reforzado con fibra de vidrio) aplicando el modelo teórico de Cottrell.

Ecuaciones que describen el modelo de Cottrell⁹⁵:

$U_c = (1 - v_f) \cdot U_m + v_f \cdot U_f'$	
$U_f' = \left[\frac{L}{D} \cdot U_d \right] + \left[\frac{L^2 \cdot \tau_f}{6 \cdot D} \right] \quad L < L_c$	
$U_f' = \left[\frac{(L - L_c)}{L} \cdot U_f \right] + \left[\frac{L_c^2}{D \cdot L} \cdot U_d \right] + \left[\frac{L_c^3 \cdot \tau_f}{6 \cdot D \cdot L} \right] \quad L > L_c$	
$\tau_f = \mu \cdot \sigma_R$	$\sigma_R = \frac{(\alpha_m - \alpha_f) \cdot (T_s - T_t) \cdot E_f \cdot E_m}{(1 + v_f + 2 \cdot v_f) \cdot E_f + (1 + v_m) \cdot E_m}$

μ_m = Poisson matriz	0,38
μ_f = Poisson fibra	0,2
ρ_{fibra}	2,54
ρ_{matriz}	0,909
E_f = módulo elástico de la fibra (Mpa)	7,50E+04
E_m = módulo elástico de la matriz (Mpa)	1,60E+03
σ_f = Tensión Rotura de la fibra (Mpa)	2,25E+03
σ_{um} = Tensión Rotura de la matriz (Mpa.) (rotura fibra)	3,20E+01
ξ_f = Elongación a rotura de la fibra	2
D = Diámetro de la fibra (micras)	11
ζ = Tensión interfacial fibra-matriz (Mpa)	4
α_m = coeficiente exp. Térmico matriz	1,00E-04
α_f = coeficiente exp. Térmico fibra	1,00E-05
T_s = Temperatura solidificación matriz (°C)	1,60E+02
T_t = Temperatura ensayo (°C)	2,20E+01
ρ = coeficiente fricción matriz-fibra	1,00E-01
L_c = Longitud crítica de fibra (mm) = $\sigma_f \cdot D / 2\zeta$	3,09
ζ_f = Fricción Interfacial (Mpa)	2,22E+02
U_m = Energía fractura matriz (KJ/m ²)	1
U_d = Energía fractura interfase (KJ/m ²)	0,5
U_f = Energía fractura fibra (KJ/m ²)	0

En la [figura 2.39](#) puede observarse el resultado de aplicar el modelo de Cottrell al caso particular anteriormente expuesto.

Puede apreciarse que el comportamiento de la energía disipada por el material compuesto que predice el modelo de Cottrell tiene una dependencia singular con la longitud de la fibra. Para cualquier

concentración de fibra el modelo predice que el máximo de energía disipada está en el entorno de la longitud crítica. La energía disipada disminuye tanto si la longitud de fibra es muy pequeña como si es muy grande. Este comportamiento es extraño y contrario a lo que ocurre con la influencia de la longitud de la fibra en el resto de las propiedades mecánicas analizadas.

Desde que Cottrell propuso su modelo numerosas investigaciones han intentado validar la bondad del mismo aplicado a casos prácticos. Exceptuando los resultados obtenidos por G.A. Cooper¹⁰² con materiales compuestos de matriz epoxídica reforzados con fibra de vidrio de extraordinaria fragilidad, ningún investigador ha obtenido resultados experimentales que certifiquen el particular comportamiento de la energía disipada por un material compuesto que predice el modelo de Cottrell.

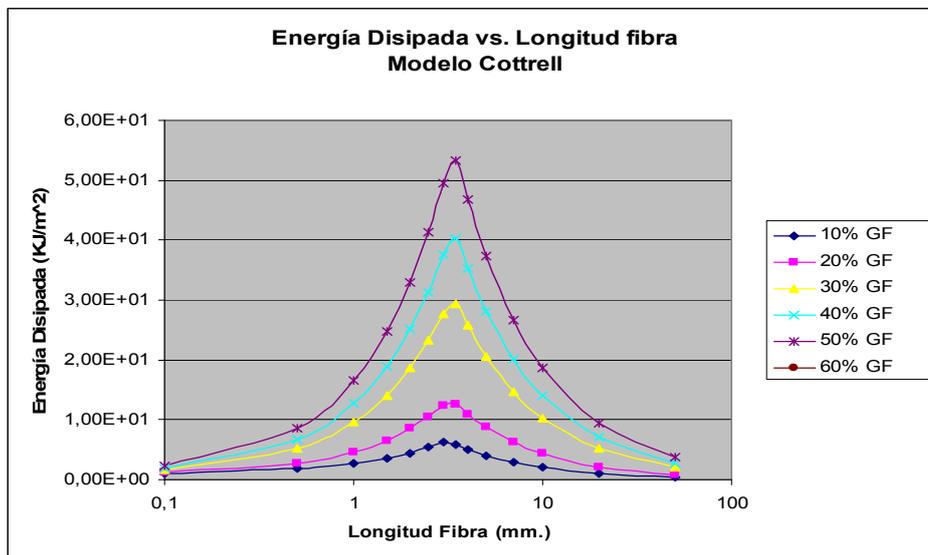


Figura 2.39: Predicción de la energía disipada ante impacto según el modelo de Cottrell para el caso analizado

Consideraciones sobre el modelo de Cottrell

Analizando el modelo propuesto por Cottrell para estimar la energía disipada por un material compuesto ante solicitaciones que impliquen la rotura del mismo, podemos destacar:

- Es un modelo complejo que incluye todos los mecanismos posibles por los cuales un material compuesto puede disipar energía cuando es sometido a solicitaciones de impacto.
- Incluye el concepto de longitud crítica. La aplicación del concepto de longitud crítica tal y como ha sido definida es discutible. Recordemos que la longitud crítica ha sido calculada para una única fibra alineada en la dirección de la carga, en estado de carga uniaxial y aplicación del esfuerzo de forma cuasi-estática. Esta forma de calcular la longitud crítica puede ser adecuada para los modelos predictivos del módulo elástico y la tensión de rotura, pero muy cuestionable para los modelos predictivos del comportamiento ante solicitaciones de impacto.
- Para poder aplicar el modelo analizado es necesario conocer la longitud de fibra real obtenida al procesar cada componente particular.
- El modelo no incluye ningún coeficiente que tenga en cuenta la orientación de la fibra¹⁰³.

2.5.5.2. Modelo “*breaking-debonded*” para la energía disipada ante impacto

En las décadas siguientes a la publicación del modelo de Cottrell, han sido numerosos los estudios^{104,105,106,107,108,112} que han puesto de manifiesto que la energía disipada ante solicitaciones de impacto no disminuye para longitudes de fibra mayores que la longitud crítica, sino todo lo contrario.

A partir de estas evidencias se han propuesto otros modelos, focalizando sobre los distintos mecanismos de disipación de energía

anteriormente expuestos. Wells y Beaumont proponen^{109,110,111} que el mecanismo fundamental de disipación de energía es el “*pull out*”, sin embargo, este modelo predice que la energía disipada a baja temperatura debe disminuir, mientras que la realidad es que la energía disipada aumenta al disminuir la temperatura.

En los últimos años han adquirido importancia los modelos que consideran que el mecanismo fundamental de disipación de energía es la rotura de las fibras, después de haberse producido un despegue parcial de las mismas (“*debonding*”). Los primeros investigadores en poner de manifiesto este mecanismo de disipación de energía fueron Outwater y Murphy¹¹². Otro hecho que destacan todos los investigadores es la relación casi lineal existente entre la energía disipada ante impacto y la tensión de rotura, sobre todo para matrices termoplásticas reforzadas con fibra de vidrio¹⁰⁰.

Combinando la relación lineal impacto-tensión, las ideas de Wells-Beaumont y Outwater-Murphy, se ha desarrollado un modelo de comportamiento conocido como “*breaking-debonded*” (modelo BD) que se expone a continuación¹¹¹:

El modelo BD parte de la ley de mezclas

$$U_c = (1 - v_f) \cdot U_m + v_f \cdot U_f'$$

donde U_f' tiene la expresión siguiente:

$$U_f' = \left(\frac{\sigma_f^2 \cdot L_d}{2 \cdot E_f} \right) \cdot \left(\frac{L}{L + L_c} \right)$$

Por lo tanto el modelo completo puede expresarse como:

$$U_c = (1 - v_f) \cdot U_m + v_f \cdot \left(\frac{\sigma_f^2 \cdot L_d}{2 \cdot E_f} \right) \cdot \left(\frac{L}{L + L_c} \right)$$

donde L_d (“*longitud de despegue*”) se determina experimentalmente a través de la expresión

$$L_d = \frac{2 \cdot U_f \cdot E_f}{\sigma_f^2}$$

siendo U_f la energía de rotura de las fibras de refuerzo.

Predicciones del modelo "breaking-debonded" aplicado a un caso concreto

A continuación se muestran los resultados obtenidos del estudio teórico realizado sobre un caso particular (polipropileno reforzado con fibra de vidrio) aplicando el modelo teórico de BD.

ρ_{fibra}	2,54
ρ_{matriz}	0,909
D = Diámetro de la fibra (micras)	11
U_m =Energía fractura matriz (KJ/m ²)	1
σ_f =Tensión Rotura de la fibra (Mpa)	2,25E+03
E_f = módulo elástico de la fibra (Mpa)	7,50E+04
E_m = módulo elástico de la matriz (Mpa)	1,60E+03
ζ =Tensión interfacial fibra-matriz (Mpa)	4
L_c = Longitud crítica de fibra (mm)= $\sigma_f \cdot D / 2\zeta$	3,09
L_d = Longitud debonding (mm)= $2 \cdot U_f \cdot E_f / \sigma_f^2$	7,59
U_f =Energía fractura fibra (KJ/m ²)	265

En la [figura 2.40](#) puede observarse el resultado de aplicar el modelo BD al caso particular anteriormente expuesto.

Puede apreciarse que el comportamiento de la energía disipada por el material compuesto que predice el modelo B-D tiene una dependencia con la longitud de la fibra muy similar al modelo Kelly-Tyson para la tensión de rotura.

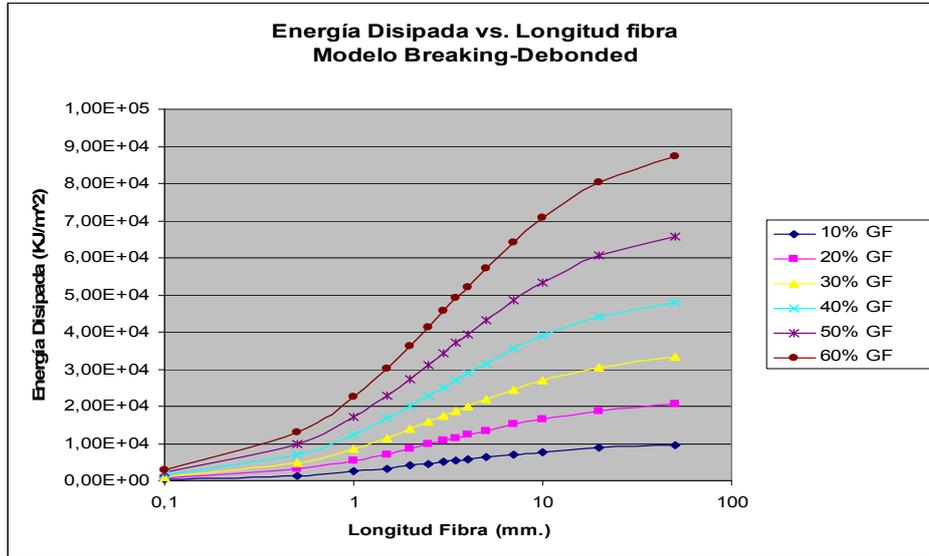


Figura 2.40: Predicción del modelo “*breaking-debonded*” para el caso analizado

Analizando con detalle tres longitudes de fibra representativas (0.1, 1 y 10 mm) se puede apreciar (figura 2.41) la importante influencia de la longitud de la fibra de refuerzo en la energía disipada por el material compuesto.

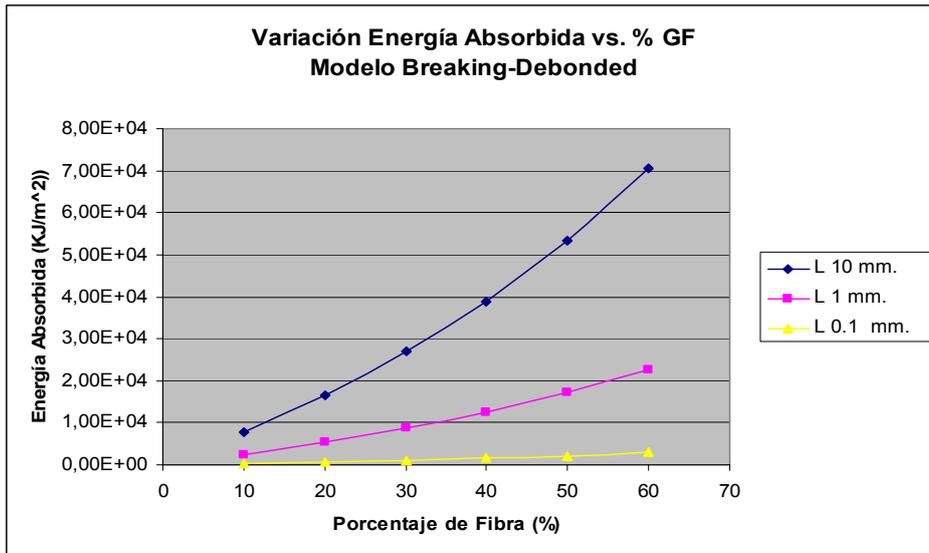


Figura 2.41: Detalle del análisis del modelo “*breaking-debonded*” para el caso estudiado

Variación de la tensión interfacial matriz-fibra.

A continuación se analiza la influencia que la interacción entre la fibra y la matriz tiene, según el modelo “*breaking-debonded*”, en la energía disipada del material compuesto.

En la [figura 2.42](#) se muestra el comportamiento que predice el modelo BD respecto a la variación de la tensión interfacial entre la fibra y el polímero.

Analizando la gráfica parece claro que la tensión interfacial entre la fibra y el polímero tiene un efecto significativo en la energía disipada por el material compuesto ante sollicitaciones de impacto.

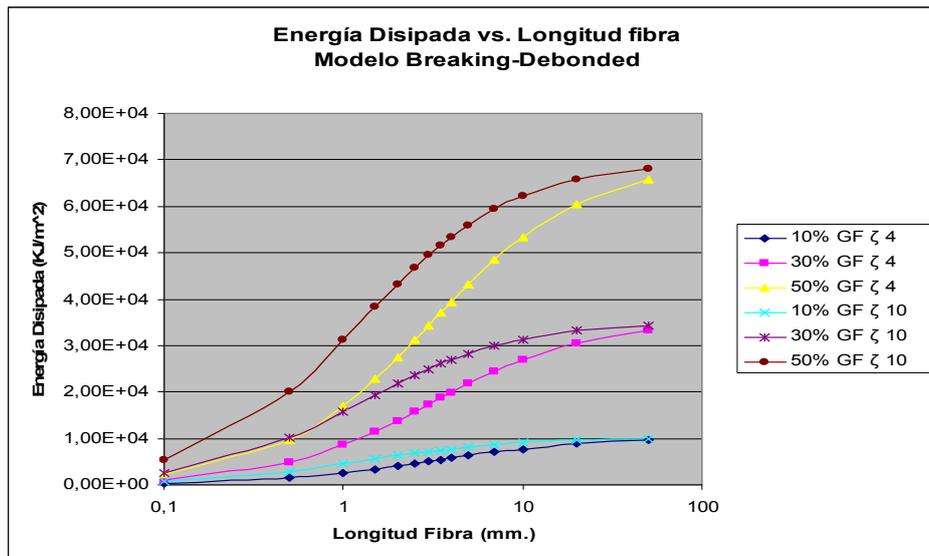


Figura 2.42: Predicción de la energía disipada ante impacto según el modelo “*breaking-debonded*” en función de la tensión interfacial matriz-fibra

En la [figura 2.43](#) se presenta el estudio detallado que se ha realizado sobre dos longitudes de fibra significativas. Para longitudes de fibra de 1 mm, el efecto de aumentar la tensión interfacial es muy importante, sobre todo para altas concentraciones de fibras. El efecto de aumentar la tensión interfacial para longitudes de fibra de 10 mm es sensiblemente inferior, incluso para altas concentraciones de fibra.

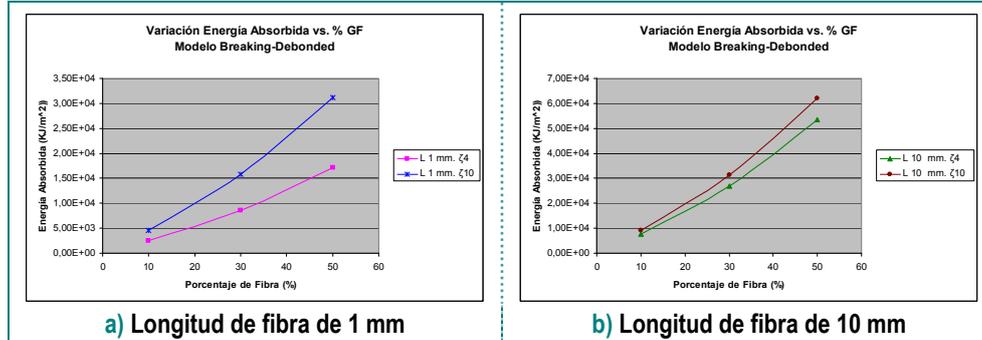


Figura 2.43: Detalle de la Influencia de la tensión interfacial fibra-polímero en la Energía Disipada ante impacto (BD)

Consideraciones sobre el modelo “breaking-debonded”

Analizando el modelo BD para estimar la energía disipada por un material compuesto ante solicitaciones que impliquen la rotura del mismo, podemos destacar:

- Es un modelo simplificado, basado en la relación entre la tensión de rotura y la energía disipada ante solicitaciones de impacto. Para el caso de matrices poliméricas reforzadas con fibra de vidrio de longitudes similares, ajustando de forma experimental las variables del modelo, éste ha demostrado buen grado de predictividad.
- Como principal novedad incluye el concepto de longitud de despegue (L_d) para modelar el fenómeno de “*debonding*”. Sin embargo, el cálculo de L_d es experimental, por lo tanto convierte al modelo en un modelo semi-empírico con limitada capacidad de predicción. El modelo no ofrece ninguna forma de calcular L_d en función de parámetros relacionados con la fricción fibra-matriz o la tensión interfacial entre las fases.
- En el modelo aparecen a la vez tanto la longitud crítica L_c , como la longitud de despegue L_d . Estos dos conceptos están calculados con planteamientos difíciles de compatibilizar. Recordemos que L_c ha sido calculada en un equilibrio de fuerzas en el cual no se permite movimiento relativo fibra-matriz. Mientras que L_d se introduce para modelar el

despegue parcial de la matriz que puede tener una fibra antes de romper. Igual que ocurre en el modelo de Cottrell parece que la aplicabilidad del concepto de longitud crítica a solicitaciones dinámicas de alta velocidad de deformación no es consistente.

- Para poder aplicar el modelo analizado es necesario conocer la longitud de fibra real obtenida al procesar cada componente particular (igual que en el modelo de Cottrell).
- El modelo no incluye ningún coeficiente que tenga en cuenta la orientación de la fibra¹⁰³ (igual que en el modelo de Cottrell).

2.5.6. Consideraciones finales generales sobre los modelos predictivos analizados

A modo de resumen podemos destacar las siguientes conclusiones derivadas de los modelos analizados:

- De los múltiples modelos predictivos de las propiedades mecánicas que existen, únicamente aquellos que tienen una base experimental significativa permiten hacer predicciones acertadas. La parte experimental asociada a los modelos para deducir el valor de las variables básicas que intervienen en los mismos es compleja, laboriosa y prácticamente restringida a cada caso particular.
- Cuando introducimos la problemática asociada al proceso de transformación (por ejemplo cuando se utilizan las tecnologías de inyección) se producen orientaciones y distribuciones de longitudes de fibra de refuerzo que no se pueden predecir mediante modelos teóricos. Sin embargo, estos datos son fundamentales para poder aplicar cualquiera de los modelos predictivos de propiedades mecánicas anteriormente analizados. Además, es inevitable que el material compuesto presente cierto grado de heterogeneidad asociado tanto a los procesos de fabricación de las fibras como a los procesos de funcionalización

de las matrices poliméricas. Estas heterogeneidades condicionan las propiedades mecánicas que se pueden conseguir con dichos materiales, sobre todo ante sollicitaciones caracterizadas por una alta velocidad de deformación.

- Las variables de diseño de los materiales compuestos que, teóricamente mayor influencia tienen sobre las propiedades mecánicas, como son todas las variables que afectan a la interacción fibra-matriz, no están contemplados explícitamente en los modelos predictivos. La contribución de estas variables se introduce en los modelos mediante parámetros empíricos obtenidos a través de ensayos de laboratorio. Siendo extremadamente complejo obtener relaciones causa/efecto entre las variables de diseño y las propiedades mecánicas macroscópicas de los materiales compuestos obtenidos.

2.6. PROCESADO DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ TERMOPLÁSTICA Y REFUERZO DISCONTINUO.

En los apartados anteriores hemos visto la influencia que las distintas variables de diseño de los materiales compuestos pueden tener en las propiedades mecánicas básicas de los mismos. Los materiales compuestos desarrollados deben ser transformados mediante el empleo de alguna tecnología de transformación para conseguir el producto/componente final deseado.

La elección del proceso de transformación así como el diseño del mismo (es decir la elección de los valores concretos de las variables del proceso) no es una decisión trivial. Existen múltiples tecnologías de transformación^{113,114,115,116} aplicables a materiales compuestos de matriz termoplástica y refuerzo de fibra discontinuo.

Cada tecnología de transformación tendrá, en general, sus ventajas y sus inconvenientes. Es habitual que la tecnología de transformación condicione tanto la tipología de material de partida (en forma de lámina, de grana, etc....) como las propiedades mecánicas finales que se pueden obtener. De la misma manera, cada tecnología de transformación tendrá unos costes fijos (asociados básicamente a las

inversiones iniciales) y costes variables (asociados básicamente a los ciclos de transformación y a los precios de los materiales de partida)

En la [tabla 2.IV](#) se presentan las características fundamentales de las principales tecnologías de transformación de materiales compuestos de matriz termoplástica. Como puede apreciarse, existen dos tecnologías básicas para transformar este tipo de materiales: la inyección y la compresión. Los mayores valores de longitud de fibra (y por lo tanto de propiedades mecánicas) se obtienen por compresión. Sin embargo, puede apreciarse que resulta muy difícil comparar de forma absoluta las distintas tecnologías.

Las tecnologías que precisan materia prima más específica (y por lo tanto más cara) son las que necesitan inversiones iniciales más bajas. De la misma manera, las tecnologías basadas en los procesos de compresión no permiten un alto grado de integración de funciones.

	Materiales Compuestos Fibra Corta		Materiales Compuestos Fibra Larga		
Longitud residual de la fibra en la pieza	<1 mm	1-5 mm	5-25 mm	5-25	>1000
Tipo Materia Prima	Granza convencional	Granza Pultrusión	Granza Pultrusión	Roving Fibra	Placa
Nombre Proceso	Inyección Convencional (SFC)	Inyección Fibra Larga (LFC-LFT)	LFC LFT	Procesos "In Line"	GMT "Glass Mat Thermoplastic"
Proceso de Transformación	Inyección		Compresión		
Grado de Orientación de la fibra	En dirección del flujo		Aleatorio		
Grado Integración de funciones	Alto		Bajo		
Coste Materia Prima	Medio	Alto	Alto	Medio	Muy Alto
Inversión inicial	Medio	Medio	Bajo	Muy alto	Bajo

Tabla 2.IV: Características de los principales procesos de transformación de materiales compuestos de matriz termoplástica y refuerzo de fibra discontinuo¹³

Para intentar tener una idea comparativa de las distintas tecnologías de transformación de materiales compuestos de matriz polimérica se han graficado el precio de la materia prima con las propiedades mecánicas que se pueden obtener con cada tecnología.

En la [figura 2.44](#) se muestra el resultado de esta comparativa. Puede apreciarse que, exceptuando las tecnologías denominadas "in-line compounding" el resto presentan una relación casi lineal entre el

coste de la materia prima de partida y las propiedades finales que se pueden obtener.

Al intentar comparar las propiedades mecánicas con el coste, para cada tecnología, hay que reflexionar también sobre los costes que no son directamente el coste de la materia prima (como por ejemplo las inversiones iniciales y coste unitario de transformación). Desde este punto de vista, la única forma real de comparar las distintas tecnologías es concretando tanto el pliego de condiciones del producto a desarrollar como la producción requerida. De hecho, es habitual que el condicionante fundamental para elegir la tecnología óptima de transformación sea el número de unidades requeridas.

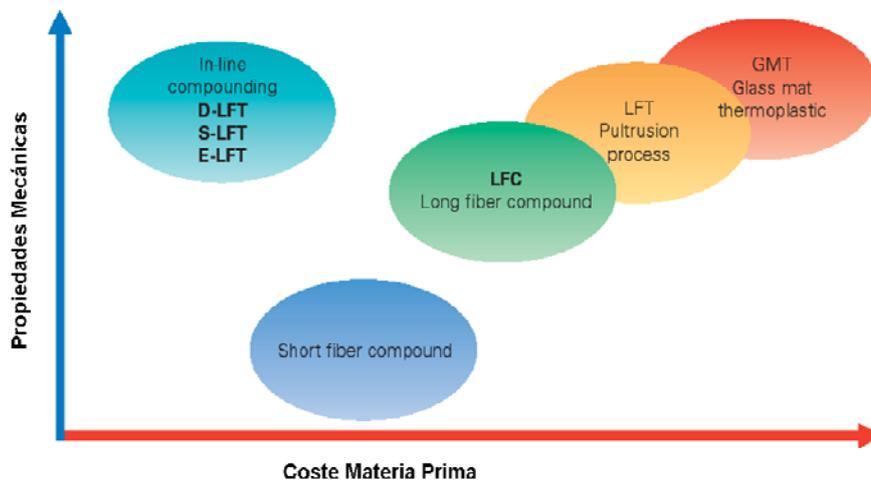


Figura 2.44. Coste de la materia prima vs. propiedades mecánicas de los principales procesos de transformación de materiales compuestos de matriz termoplástica y fibra de refuerzo discontinua¹¹³

Los procesos de transformación más utilizados se exponen y analizan a continuación: **SFC** (*Short Fiber Compound*); **LFC** (*Long Fiber Compound*); **LFT** (*Pultrusion Process*); **GMT** (*Glass Mat Thermoplastic*); **D-LFT**, **S-LFT**, **E-LFT** (*In Line Compound*).

2.6.1. SFC (Short Fiber Compound)

El proceso SFC es la inyección convencional utilizando como material de partida granza (3-5 mm) de material termoplástico reforzado con fibra de vidrio corta (0,5-1 mm). El material se transforma en una

inyectora convencional siguiendo el proceso clásico^{116,117}: el material es fundido en el interior de la unidad plastificadora e introducido a presión en el interior de un molde atemperado. Cuando el material ha vuelto a solidificar, es extraído del molde para comenzar con el ciclo siguiente.

2.6.2. LFC (*Long Fiber Compound*) y LFT (*Pultrusion Process*)

Los procesos LFC y LFT tienen una doble vertiente, pudiendo ser procesos de inyección o compresión. Las siglas LFC y LFT hacen referencia al método utilizado para obtener el material de partida. En ambos casos se trata de granza (10 - 12 mm) con fibra "*larga*" en su interior.

En los procesos LFC toda la fibra se encuentra en el interior de la granza y el termoplástico en el exterior.

En los procesos LFT la granza se obtiene por un proceso similar a la pultrusión, los distintos filamentos de fibra de refuerzo son separados previamente y después son impregnados por la matriz polimérica. De esta forma se obtiene una distribución de fibra prácticamente homogénea en cada granza del material compuesto. Lógicamente, el material obtenido mediante el proceso LFC es más barato y, teóricamente, de peor calidad que el obtenido por el proceso LFT.

Una vez obtenido el material puede transformarse por inyección (de forma parecida a la tecnología SFC) o mediante compresión.

La transformación del material compuesto por inyección implica una mayor degradación de la longitud de fibra (raramente se supera en el producto final un promedio de longitud residual de fibra por encima de 1 mm). La disminución significativa de la longitud promedio final tras el proceso de inyección ha sido estudiada^{118,119,120,121} en profundidad. La conclusión más importante a la que se ha llegado es que la reducción de la longitud final de la fibra afecta a cada propiedad mecánica de manera muy distinta.

La transformación del material por compresión consigue mayores longitudes de fibra pero limita de forma importante la integración de las funciones del producto.

2.6.3. GMT (Glass Mat Thermoplastic)

El proceso GMT consiste básicamente en el termo-conformado de una lámina de material compuesto previamente fabricada. El proceso completo se puede dividir en dos partes. En primer lugar la fabricación de la lámina de material compuesto y en segundo lugar el conformado de la lámina mediante el empleo de las condiciones de temperatura y presión adecuadas. La característica fundamental del proceso GMT es que se pueden conseguir distribuciones aleatorias de fibra de longitudes grandes y fácilmente controlables.

Para la fabricación de la lámina de material compuesto se pueden utilizar varios métodos que suelen dividirse en dos grandes familias: en seco y en húmedo (“*dry*” y “*wet*”).

La vía húmeda implica que el material termoplástico que se utiliza de matriz es disuelto en algún medio compatible. En ese estado es fácil impregnar las fibras de refuerzo que son cortadas a medida y depositadas de manera controlada. Eliminando el disolvente y compactando el material resultante se obtienen las placas con la matriz y concentración de fibra deseada.

La vía seca implica que las fibras de refuerzo son impregnadas por la matriz termoplástica cuando ésta se encuentra en estado fundido. Aplicando una combinación adecuada de presión y temperatura es posible obtener placas de material compuesto consolidadas. Dentro de la vía seca destacan los procesos de pultrusión y “*film stacking*”. En el proceso de pultrusión la fibra se incorpora al material en estado fundido en un elemento mezclador (normalmente un cabezal de extrusión diseñado a tal fin). En el proceso “*film stacking*” se intercalan láminas sólidas de matriz termoplástica con la fibra cortada a la medida correspondiente. El sándwich resultante es consolidado en una prensa mediante el empleo de la temperatura y presión durante un tiempo determinado. De esta manera se consigue que la matriz polimérica impregne de forma efectiva las fibras de refuerzo.

Una vez obtenida la placa de material compuesto, el proceso de termo-conformado para conseguir el producto final es relativamente sencillo.

El proceso GMT se desarrolló industrialmente de forma masiva a partir de la década de 1.990. Las buenas propiedades mecánicas que se pueden conseguir con este proceso hicieron que fuera estudiado en profundidad^{122,123,124,125,126,127,128,129,130}. El elevado coste de fabricación del material de partida y las limitaciones asociadas al proceso de termo-conformado han limitado la utilización de este proceso de transformación.

2.6.4. Tecnología ILC (*In Line Compound*)

En los últimos años^{113,131,132} se ha desarrollado una nueva tecnología de transformación de materiales compuestos de matriz termoplástica reforzados con fibra de refuerzo discontinua (mayoritariamente de vidrio) conocida como tecnología de transformación “*directa*” o “*en línea*”.

Esta tecnología se caracteriza por que los materiales de partida (fibra de refuerzo seca y polímero termoplástico) se introducen en la máquina de transformación por separado. El mezclado de los materiales para formar el material compuesto (“*compound*”) se realiza en una de las etapas del proceso de transformación.

El objetivo fundamental de las tecnologías ILC es abaratar los costes de transformación del material y reducir al mínimo el número de ciclos térmicos fusión/enfriamiento que sufre el material compuesto. Dentro de esta tecnología cabe destacar tres procesos distintos: E-LFT (extrusión), D-LFT (compresión) y S-LFT (inyección).

Estos tres procesos tienen en común la forma de preparar el material compuesto (etapa de “*compounding*”) y difieren en el procedimiento para obtener el producto final. La preparación del material compuesto se realiza en la primera fase del proceso. En las [figuras 2.45](#), [2.46](#) y [2.47](#) puede apreciarse como se utiliza un mezclador (1) para homogeneizar los componentes de la matriz polimérica. La fibra se obtiene a partir de bobinas (2). Tanto la matriz polimérica como la fibra es introducida en el interior de una extrusora de doble husillo (3). La fibra

es alimentada por el último puerto de la extrusora para evitar la rotura prematura de la misma. En el interior de la extrusora se produce el mezclado en fundido de la fibra y la matriz polimérica. El gas que pudiera haber en el interior de la extrusora es extraído a través de un puerto de vacío (4). De esta forma, a la salida de la extrusora (5) se obtiene el material compuesto con el porcentaje de fibra deseado. A partir de este material es cuando se diferencian los procesos según el procedimiento utilizado para obtener la pieza final (extrusión, compresión o inyección)

2.6.4.1. E-LFT

El proceso E-LFT se utiliza para obtener placas planas con acabado decorativo o perfil extruido de material termoplástico reforzado con fibra de vidrio^{113,132}

En la [figura 2.45](#) puede apreciarse el esquema del proceso para la obtención de placas con acabado decorativo. Una vez que se ha obtenido el material compuesto a la salida de la extrusora, se introduce un film con el acabado decorativo deseado (5). El conjunto se hace pasar por los rodillos de consolidación (6) y el sistema de calibrado y enfriamiento (7)

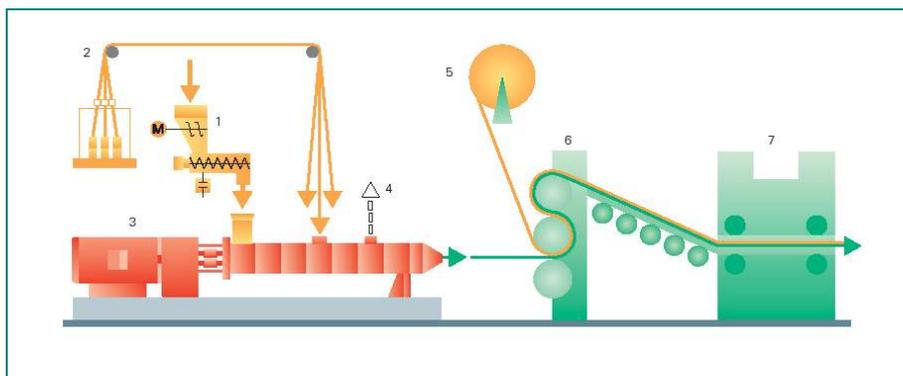


Figura 2.45: Diagrama descriptivo del proceso E-LFT¹¹³

2.6.4.2. D-LFT

El proceso D-LFT se utiliza para obtener piezas por termoconformado utilizando material compuesto en forma de placa plana^{113,133}

En la [figura 2.46](#) puede apreciarse el esquema del proceso. Una vez que se ha obtenido el material compuesto a la salida de la extrusora

(5), se obtienen placas planas pre-consolidadas (6). Un robot (7) es el encargado de llevar cada placa a la prensa de compresión (8) donde tiene lugar el proceso de conformado por compresión.

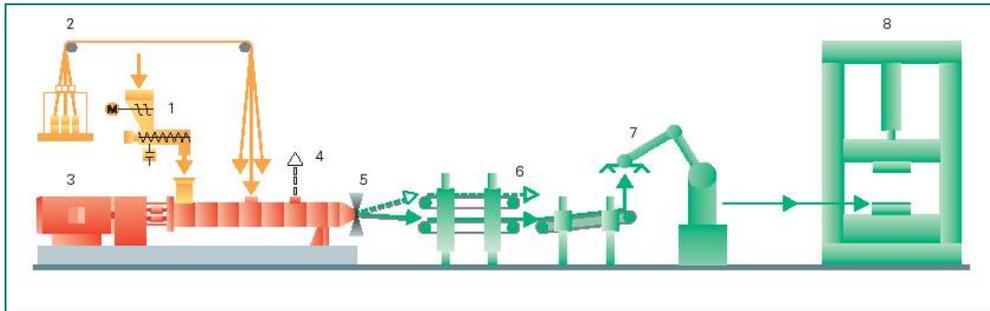


Figura 2.46: Diagrama descriptivo del proceso D-LFT¹¹³

2.6.4.3. S-LFT

El proceso S-LFT se utiliza para obtener piezas por inyección partiendo de material compuesto en estado fundido^{113,134,135}

En la figura 2.47 puede apreciarse el esquema del proceso. El material compuesto obtenido del proceso de extrusión (5) es introducido en estado fundido en el interior de la unidad de plastificación (6) de una inyectora que se va a utilizar únicamente para inyectar el material (7). Una vez que el material se encuentra en el interior de la inyectora, el resto de las etapas son las mismas que en el proceso de inyección (8)

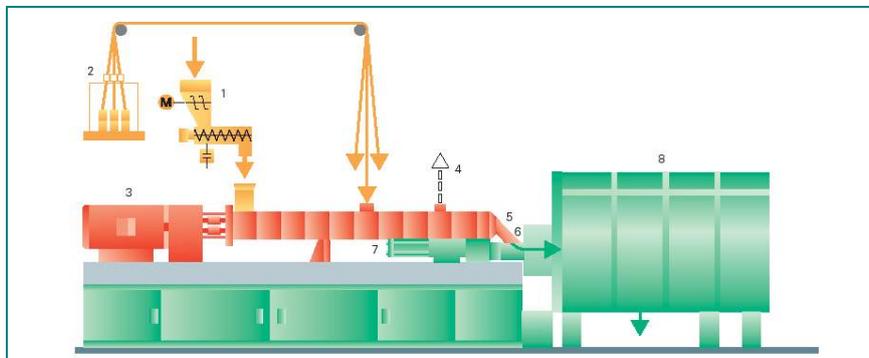


Figura 2.47: Diagrama descriptivo del proceso S-LFT¹¹³

Capítulo III

3. DISEÑO DE EXPERIMENTOS

3.1. INTRODUCCIÓN

En este capítulo nos centraremos en el diseño de experimentos como herramienta fundamental de análisis utilizada en el presente trabajo de investigación. A lo largo del capítulo se intentará, de forma muy resumida, presentar una visión general del potencial de aplicación de lo que se conoce como diseño de experimentos (DOE) contestando a las siguientes preguntas: ¿Qué es el diseño de experimentos y por qué se utiliza? ¿Para qué se utiliza? ¿Cuántos tipos de diseño de experimentos existen?

Además, particularizando para el caso de estudio que nos ocupa, se contestará a las siguientes preguntas: ¿Por qué hemos optado por el diseño de experimentos basado en matrices ortogonales? ¿Cómo y por qué hemos seleccionado las variables en nuestros diseños de experimentos?

Al final del capítulo se describirán, brevemente, las funciones que utiliza el programa estadístico (MiniTab 16) para el análisis de los datos generados al implementar los diseños de experimentos elegidos.

Un experimento puede definirse¹³⁶ como *“una prueba o serie de pruebas en las que se hacen cambios deliberados en las variables de*

entrada de un proceso o sistema para observar e identificar las razones de los cambios que pudieran observarse en la respuesta de salida”.

El diseño experimental estudia procesos. En cualquier proceso o sistema se identifican cuatro elementos fundamentales: las Entradas, las Salidas o Respuesta [Y], los Factores Controlables [X] y los Factores No Controlables [Z] (ruido).

Por “*diseño de experimentos*” se entiende la estrategia llevada a cabo para obtener, mediante cambios sistemáticos y controlados, la mejor combinación de los niveles de los factores controlables [X] para optimizar las características buscadas en la respuesta [Y].

La utilización del diseño de experimentos permite de manera rápida y económica:

- ✓ Determinar cuáles son las variables que tienen mayor influencia sobre la Respuesta
- ✓ Determinar cuál es el ajuste de los Factores Controlables que tienen mayor influencia para que la Respuesta estén cerca del valor nominal deseado
- ✓ Determinar cuál es el ajuste de los Factores Controlables para que la variabilidad de la Respuesta sea mínima
- ✓ Determinar cuál es el ajuste de los Factores Controlables que tienen mayor influencia para que los efectos de los Factores No Controlables sea mínimo

Los objetivos que se pretenden alcanzar al utilizar un diseño de experimentos son:

- ✓ Mejora en el rendimiento de los procesos
- ✓ Reducción de la variabilidad (aumentar la robustez de los procesos)
- ✓ Reducción de tiempos de desarrollo
- ✓ Reducción de los costes globales

Históricamente se reconoce a Ronald A. Fisher^{137,138} (1890 -1962) como padre fundador de la teoría de diseño de experimentos. Las ideas

de Fisher cambian completamente el enfoque del estudio de sistemas complejos multivariantes desarrollando una estrategia de experimentación innovadora que permitía obtener más información con menos esfuerzo y en menor tiempo, estudiando simultáneamente varios factores en lugar de uno solo.

Aunque inicialmente Fisher dedicó su investigación a la agricultura, rápidamente se observó el gran potencial asociado a esta nueva forma de concebir la experimentación.

Actualmente el diseño de experimentos es una herramienta básica utilizada en cualquier disciplina científica. En particular, dentro del ámbito de la Ingeniería y las ciencias físicas-químicas, se utiliza ampliamente para diseñar y optimizar nuevos productos y procesos.

El auge definitivo de la utilización del diseño de experimentos se debe a que se ha convertido en la herramienta de referencia de las dos principales filosofías de estudio de la Calidad Total (6σ ^{139,140} y Taguchi^{141,142,143}).

Debido a la utilización masiva de esta herramienta, la bibliografía generada en las últimas décadas es muy amplia, tanto desde el punto de vista teórico como de aplicaciones prácticas.

Los distintos autores^{136,143,144,145,146}, aunque utilizan terminología diferente, coinciden en identificar las siguientes estrategias de experimentación: enfoque de la mejor conjetura, enfoque de un factor a la vez, diseño factorial (completo o fraccionado) y diseño Ortogonal.

A continuación se realiza una breve descripción de cada uno de ellos, profundizando en el diseño de experimentos basado en matrices Ortogonales.

Enfoque de la mejor conjetura. El experimentador, tomando como referencia su propia experiencia, elige una combinación inicial de los niveles de los factores con los que piensa que se obtiene la mejor solución. Durante el transcurso de los experimentos, en función de los resultados obtenidos, realiza la conjetura de lo que está ocurriendo y modifica los niveles de las variables en función de la conjetura realizada. Para realizar este enfoque es fundamental tener un control elevado del

proceso. Los principales inconvenientes de esta estrategia es que no se puede estar nunca seguro de que la solución alcanzada sea la óptima y, además, si la conjetura inicial no conduce a un buen resultado no sabemos en que dirección tenemos que cambiar las variables.

Enfoque de un factor a la vez. El experimentador selecciona un punto de partida (línea base de los niveles) y posteriormente varía sucesivamente cada factor dentro del rango preestablecido. En cada experimento se varía únicamente un factor. Esta estrategia es un intento de sistematizar la estrategia de la mejor conjetura. El principal problema que presenta esta estrategia es que la solución no es independiente del punto de partida elegido. Distintos puntos de partida dan lugar a distintas soluciones. La explicación de este fenómeno es la interacción entre variables. Existe interacción entre variables cuando uno de los factores no produce el mismo efecto en la respuesta con niveles diferentes de otro factor. Dado que la interacción entre factores es un fenómeno que se produce de forma habitual en la mayoría de los procesos, una estrategia de experimentación que no tenga en cuenta la posible interacción entre variables no dará, en general, buenos resultados.

Diseño factorial (completo o fraccionado). Las estrategias de diseño factorial se caracterizan porque los factores se hacen variar en conjunto en lugar de uno cada vez. Es decir, se realizan experimentos en los cuales se provocan combinaciones de todos los factores. En los diseños factoriales completos se eligen todas las combinaciones posibles de todos los factores con todos los niveles. En los diseños factoriales fraccionados se elige un subconjunto (utilizando reglas preestablecidas) del diseño factorial completo equivalente. En el diseño factorial completo se pueden analizar los efectos principales de las variables y todas las interacciones entre los factores. En un diseño fraccionado, en función de la reducción de experimentos que se haya realizado, únicamente será posible analizar un número limitado de interacciones. Es posible, incluso, que no se puedan aislar completamente la contribución a la respuesta de las variables principales de las interacciones de mayor orden. En general, cuanto mayor sea la reducción del experimento factorial fraccionado menor será el número de experimentos necesarios y, menor será la profundidad del análisis que

se pueda efectuar sobre la interacción entre las distintas variables. Este fenómeno es lo que se denomina en diseño de experimentos “*confusión de efectos*”. Cuanto mayor sea la resolución del diseño planteado (cuanto más cerca esté de un diseño factorial completo) menor será la confusión de efectos y, por lo tanto, más información se podrá obtener tanto de la influencia de cada factor como de las interacciones entre factores.

3.2. DISEÑOS DE EXPERIMENTOS BASADOS EN MATRICES ORTOGONALES O EQUILIBRADAS

Dentro de los diseños de experimentos factoriales fraccionados existe un grupo particular basados en lo que denominaremos matrices “*ortogonales*” o “*equilibradas*” que merecen una consideración especial.

Este tipo de experimentos son los utilizados por Taguchi en el desarrollo de sus métodos y presentan una característica que los hacen muy interesantes para su utilización en el diseño de experimentos.

La característica fundamental de los diseños de experimentos basados en matrices equilibradas es, precisamente, la condición de equilibrio. En un diseño de experimentos equilibrado, cada variable es evaluada en las mismas condiciones del resto de variables.

Para entender mejor el concepto de equilibrado de la matriz de experimentos vamos a proponer un caso práctico: partimos de un diseño de experimentos con siete variables (A,B,C,D,E,F,G) y dos niveles para cada variable (1,2). En la [figura 3.1](#) puede observarse el desarrollo de este diseño de experimentos. Utilizando el método del factorial completo tenemos un total de 128 experimentos. La forma de obtener todas las combinaciones posibles de las variables es sencilla (aunque laboriosa).

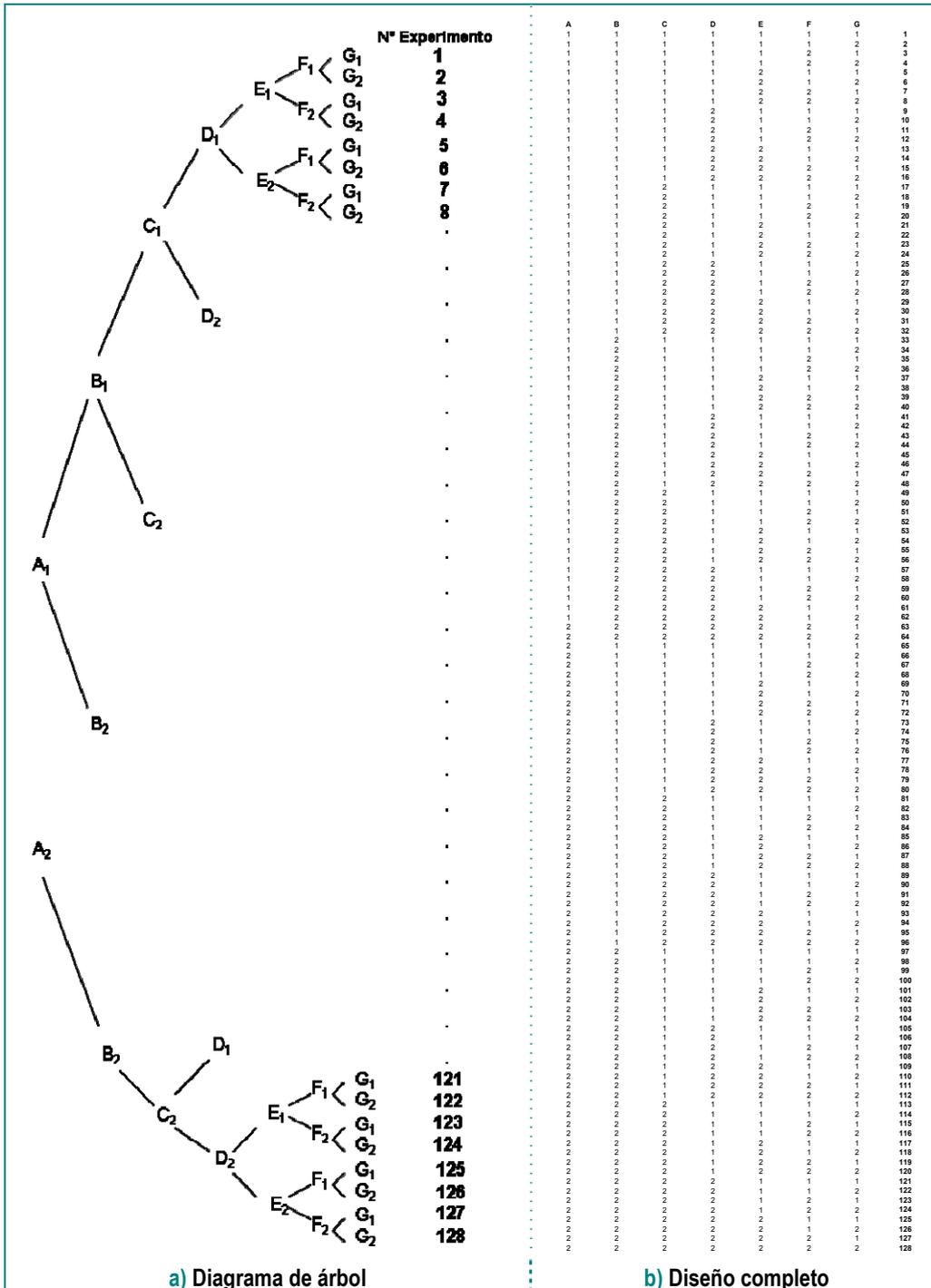


Figura 3.1: Desarrollo de experimento factorial completo de siete factores a dos niveles

En la [figura 3.1 \(a\)](#) se presenta el diagrama de árbol con el que se obtienen los valores de las variables en cada experimento. En la [figura 3.1 \(b\)](#) se muestran, tabuladas, las combinaciones de todos los experimentos.

El número total de experimentos (128) es muy grande. Vamos a simplificar el diseño de experimentos considerando únicamente un subgrupo de todo el diseño. La elección no se puede realizar al azar. Dependiendo de los experimentos particulares que elijamos, las conclusiones que extraigamos serán más o menos representativas de la realidad que queremos estudiar. La pregunta clave que nos hacemos es ¿cómo tenemos que elegir los experimentos para obtener la máxima información con el mínimo número de experimentos?

La respuesta a esta pregunta es utilizar una matriz equilibrada. Las matrices equilibradas se denotan por la letra **L** y un subíndice que representa el número de experimentos del diseño al que se refiere.

Para el caso que nos ocupa tenemos que utilizar una matriz L_8

En la [tabla 3.1](#) se representa la matriz utilizada par reducir el experimento factorial completo (7 factores 2 niveles) de forma equilibrada.

Nº	A	B	C	D	E	F	G
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

Tabla 3.1: Diseño equilibrado utilizando la matriz L_8

Sobre la matriz L_8 vamos a estudiar la condición de equilibrado.

Analizando la variable A observamos que va a ser evaluada cuatro veces a nivel 1 (experimentos 1,2,3 y 4) y cuatro veces a nivel 2 (experimentos 5,6,7 y 8). Analizando la variable B observamos que va a ser evaluada cuatro veces a nivel 1 (experimentos 1,2,5 y 6) y cuatro veces a nivel 2 (experimentos 3,4,7 y 8). Para el resto de las variables

sucede exactamente lo mismo, todas serán evaluadas la mitad de las veces a nivel 1 y la otra mitad a nivel 2.

Esta condición es necesaria pero no suficiente para asegurar el equilibrado del experimento. Hay otras condiciones más sutiles: si observamos los experimentos en los cuales la variable A tiene el nivel 1 (1,2,3 y 4), en la mitad de ellos la variable B tendrá nivel 1 (experimentos 1 y 2) y en la otra mitad tendrá nivel 2 (experimentos 3 y 4). Analizando la variable C en los experimentos en los cuales la variable A tiene nivel 1 observamos lo mismo. En la mitad de los experimentos la variable C tiene nivel 1 (experimentos 1 y 2) y en la otra mitad la variable C tiene nivel 2 (experimentos 3 y 4). Analizando el resto de las variables vemos que tienen el mismo comportamiento, la mitad de las veces en las que A tiene nivel 1 el resto de las variables tendrán nivel 1 y la otra mitad de las veces tendrán nivel 2. Cuando A tiene nivel 2 ocurre exactamente lo mismo. Puede comprobarse fácilmente que lo mismo que sucede con la variable A ocurre con el resto de variables.

Cuando un experimento cumple las condiciones expuestas anteriormente decimos que es un experimento equilibrado. La condición de equilibrado permitirá evaluar lo que le pasa a cada variable a nivel 1 en un escenario en el que los efectos del resto de las variables se compensan entre sí. De la misma manera podemos evaluar lo que le ocurre a cada variable a nivel 2. Comparando estos dos valores podemos tener una idea muy aproximada de la contribución neta de cada variable a la Respuesta que estamos analizando.

Lógicamente, al reducir el número de experimentos de 128 (diseño factorial completo) a 8 (diseño basado en matriz equilibrada L_8) tendremos un nivel de confusión importante. El número de interacciones entre variables que podemos analizar es limitado. El resto de las interacciones estarán mezcladas con las variables y, por lo tanto, no se podrán separar los efectos principales de cada variable con las interacciones. Debido a esta limitación siempre que se realiza un diseño de experimentos basado en matrices equilibradas es necesario realizar experimentos confirmatorios para verificar que la combinación de niveles óptima es realmente la esperada (**ANEXO IV**).

A pesar de los posibles fenómenos de confusión de efectos, los diseños de experimentos basados en matrices equilibradas ofrecen la mejor relación entre número de experimentos y resultados obtenidos. Este tipo de diseño de experimentos resultan particularmente útiles cuando el número de factores y/o niveles es elevado. En estas circunstancias, cualquier otra estrategia de experimentación es inabordable por el gran número de experimentos necesarios.

Otra particularidad asociada a este tipo de experimentos es que las matrices equilibradas son una rareza matemática. Existen muy pocas matrices que cumplan las condiciones de equilibrado. En la [tabla 3.II](#) se pueden observar las matrices equilibradas existentes hasta tamaño 27.

Matriz	Factores / Niveles	Diseño	Nº Exp. Factorial Completo
L ₄	3 factores 2 niveles	222	8
L ₈	a	7 factores 2 niveles	2222222
	b	1 factor 4 niveles y 4 factores 2 niveles	42222
L ₉	4 factores 3 niveles	3333	81
L ₁₆	a	15 factores 2 niveles	22222222222222
	b	1 factor 4 niveles y 12 factores 2 niveles	4222222222222
	c	2 factores 4 niveles y 9 factores 2 niveles	4422222222
	d	3 factores 4 niveles y 6 factores 2 niveles	444222222
	e	4 factores 4 niveles y 3 factores 2 niveles	4444222
	f	5 factores 4 niveles	44444
	g	1 factor 8 niveles y 8 factores 2 niveles	82222222
L ₁₈	a	7 factores 3 niveles y 1 factor 2 niveles	33333332
	b	1 factor 6 niveles y 6 factores 3 niveles	6333333
L ₂₇	a	13 factores 3 niveles	3333333333333
	b	1 factor 9 niveles y 9 factores 3 niveles	9333333333

Tabla 3.II: Matrices equilibradas disponibles.

La posibilidad de estudiar un número relativamente grande de variables a múltiples niveles que ofrecen los diseños de experimentos basados en matrices equilibradas es utilizada para realizar múltiples tipos de estudios.

Centrándonos en la ciencia y tecnología de polímeros se han realizado numerosos estudios utilizando matrices equilibradas. Por ejemplo:

- Estudio de las deformaciones en piezas inyectadas utilizando materiales termoplásticos^{147,148,149,150}

- Estudio de los efectos de delaminación en materiales compuestos durante el proceso de ensamblaje^{151,152}
- Estudio de la variación de las propiedades mecánicas, en función de los parámetros de procesado, en materiales termoplásticos reciclados^{153,154,155,156,157}
- Estudio de la influencia de los parámetros fundamentales de inyección en el aspecto superficial de los productos inyectados^{158,159,160}
- Análisis de la variación de las propiedades tribológicas en función de los parámetros de procesado¹⁶¹

3.3. DISCUSIÓN DE LOS DISEÑOS DE EXPERIMENTOS UTILIZADOS

La parte experimental del presente trabajo de investigación se han realizado utilizando diseños de experimentos basados en matrices equilibradas. El motivo fundamental de esta elección es poder analizar todas las variables que, potencialmente, pueden influir en los fenómenos analizados utilizando un número asequible de experimentos.

Analizando el número de variables y los niveles a los que queremos estudiar cada variable, se ha optado, para todos los casos, por un diseño de experimentos basado en la matriz equilibrada $L_{16}(d)$. En la [tabla 3.III](#) puede observarse la matriz utilizada. Se trata de una matriz de 16 experimentos.

Las interacciones fundamentales de este diseño están recogidos en las variables H y J ($H=D \times G$ y $J=E \times F$). Debido a esta característica, en los casos de estudio que se describen a continuación, se dejarán libres estas columnas, es decir en nuestros estudios, únicamente se asignarán variables desde A hasta G. El diseño de experimentos basado en la matriz equilibrada $L_{16}(d)$ corresponde a la reducción de un diseño factorial completo de 4096 experimentos (1024 experimentos si no consideramos las variables H y J).

Nº	A	B	C	D	E	F	G	H	J	H=DXG J=EXF
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
2	1	2	2	1	1	2	2	2	2	
3	1	3	3	2	2	1	1	2	2	
4	1	4	4	2	2	2	2	1	1	
5	2	1	2	2	2	1	2	1	2	
6	2	2	1	2	2	2	1	2	1	
7	2	3	4	1	1	1	2	2	1	
8	2	4	3	1	1	2	1	1	2	
9	3	1	3	1	2	2	2	2	1	
10	3	2	4	1	2	1	1	1	2	
11	3	3	1	2	1	2	2	1	2	
12	3	4	2	2	1	1	1	2	1	
13	4	1	4	2	1	2	1	2	2	
14	4	2	3	2	1	1	2	1	1	
15	4	3	2	1	2	2	1	1	1	
16	4	4	1	1	2	1	2	2	2	

Tabla 3.III: Diseño equilibrado utilizando la matriz $L_{16}(d)$

En el Estudio I (**Capítulo V**) se analiza la influencia que las variables fundamentales, intrínsecas al diseño del material, tienen en las propiedades mecánicas seleccionadas (rigidez, tensión de rotura, energía disipada y HDT). Se han realizado dos diseños de experimentos iguales, uno para la fibra de vidrio y otro para la fibra de basalto.

Basándonos tanto en el análisis bibliográfico presentado en el **Capítulo II** como en nuestra propia experiencia hemos decidido elegir como variables de estudio: la longitud, concentración y el diámetro de la fibra de refuerzo, la viscosidad de la matriz poliolfínica, el tipo y grado de funcionalización de la matriz poliolfínica y la activación ácida regenerativa de la fibra después del proceso de eliminación del ensimaje.

Las variables que se consideran más influyentes (longitud de fibra, concentración de fibra y grado de funcionalización de la matriz) se ha decidido estudiarlas a cuatro niveles. Para el resto de las variables (viscosidad de la matriz, tipo de funcionalizante, diámetro de la fibra y activación ácida) se utilizarán únicamente dos niveles.

A continuación se describen las variables, la nomenclatura utilizada y los niveles de estudio:

A: Longitud de la fibra de refuerzo, de vidrio o de basalto (L_{GF} ó L_{BF}). 4 niveles (0,3, 1, 6 y 12 mm)

B: Concentración de la fibra de refuerzo, de vidrio o de basalto, en peso, ($\%_{GF}$ ó $\%_{BF}$). 4 niveles (5, 10, 20 y 30%)

C: Grado de funcionalización de la matriz polimérica. ($\%_{func}$). 4 niveles (0, 3, 6 y 9%)

D: Viscosidad de la matriz polimérica de partida (visc.). 2 niveles (BC245MO = viscosidad alta, BH345MO = viscosidad baja)

E: Tipo de funcionalizante de la matriz polimérica (TF). 2 niveles (M = anhídrido maleico, S = Viniltrietoxisilano)

F: Diámetro de la fibra de refuerzo (\emptyset). 2 niveles (13 y 17 μm)

G: Activación ácida regenerativa de la fibra de refuerzo tras el proceso de eliminación del ensimaje (Act.). 2 niveles (0%=no activada, 10%=activada)

Introduciendo las variables y los niveles anteriormente descritos en la matriz $L_{16}(d)$ se obtiene el diseño de experimentos utilizado para la realización del **Estudio I**. En la [tabla 3.IV](#) puede observarse la especificación completa de cada uno de los dieciséis materiales compuestos con fibra de vidrio que hay que fabricar. Para el caso de la fibra de basalto el diseño de experimentos sería conceptualmente igual (bastaría con cambiar la denominación GF por BF). En la columna “*Nomenclatura*” aparece el código que se ha asignado a cada material compuesto para asegurar la correcta trazabilidad durante el proceso de fabricación.

Nº	LGF (mm)	%GF (%)	%func (%)	visc	TF	\emptyset (μm)	Act. (%)	NOMENCLATURA
1	0.3	5	0	Alta	M	13	0	1M0%GFL0,3mm \emptyset 13C5%HC10%
2	0.3	10	3	Alta	M	17	10	1M3%GFL0,3mm \emptyset 17C10%HC10%
3	0.3	20	6	Baja	S	13	0	2S6%GFL0,3mm \emptyset 13C20%HC10%
4	0.3	30	9	Baja	S	17	10	2S9%GFL0,3mm \emptyset 17C30%HC10%
5	1	5	3	Baja	S	13	10	2S3%GFL1mm \emptyset 13C5%HC10%
6	1	10	0	Baja	S	17	0	2S0%GFL1mm \emptyset 17C10%HC10%
7	1	20	9	Alta	M	13	10	1M9%GFL1mm \emptyset 13C20%HC10%
8	1	30	6	Alta	M	17	0	1M6%GFL1mm \emptyset 17C30%HC10%
9	6	5	6	Alta	S	17	10	1S6%GFL6mm \emptyset 17C5%HC10%
10	6	10	9	Alta	S	13	0	1S9%GFL6mm \emptyset 13C10%HC10%
11	6	20	0	Baja	M	17	10	2M0%GFL6mm \emptyset 17C20%HC10%
12	6	30	3	Baja	M	13	0	2M3%GFL6mm \emptyset 13C30%HC10%
13	12	5	9	Baja	M	17	0	2M9%GFL12mm \emptyset 17C5%HC10%
14	12	10	6	Baja	M	13	10	2M6%GFL12mm \emptyset 13C10%HC10%
15	12	20	3	Alta	S	17	0	1S3%GFL12mm \emptyset 17C20%HC10%
16	12	30	0	Alta	S	13	10	1S0%GFL12mm \emptyset 13C30%HC10%

Tabla 3.IV: Diseño equilibrado utilizado en el Estudio I para la fibra de vidrio

Así por ejemplo, en el experimento 8 el material compuesto tiene el código **1M6%GFL1mm \emptyset 17C30%HC10%** que quiere decir que la matriz poliolefínica utilizada es la de alta viscosidad (1) funcionalizada con anhídrido maleico al 6%, como refuerzo se ha utilizado un 30% de fibra de vidrio de 1 mm de longitud y 17 micras de diámetro. Además, la

fibra de refuerzo ha sido activada después del proceso de eliminación del ensimaje original.

En el Estudio II (**Capítulo VI**) se analiza la influencia que las variables fundamentales del proceso de inyección tienen en las propiedades mecánicas seleccionadas (rigidez, tensión de rotura, energía disipada y HDT).

De manera análoga al Estudio I, basándonos tanto en el análisis bibliográfico como en nuestra propia experiencia hemos decidido elegir como variables de estudio: la velocidad de giro del husillo en el proceso de plastificación (v_{rodar}), la contrapresión durante el proceso de plastificación (BP), la velocidad de inyección (v_{iny}), la temperatura de masa del material fundido ($T^{\text{a}}_{\text{masa}}$), el tiempo de mantenimiento de la primera etapa de la presión posterior (t_{HP}), la temperatura del molde ($T^{\text{a}}_{\text{molde}}$) y el nivel de la primera etapa de la presión posterior (HP).

Como tecnología de transformación, en el **Estudio II**, se ha elegido la inyección, prestando especial atención a las etapas de plastificación e inyección (debido a la posible rotura de la fibra y degradación de la matriz asociada a los fenómenos de cizalla). Las variables analizadas a cuatro niveles han sido v_{rodar} , BP y v_{iny} . Para el resto de las variables ($T^{\text{a}}_{\text{masa}}$, t_{HP} , $T^{\text{a}}_{\text{molde}}$, HP) se han utilizado dos niveles.

A continuación se describen las variables, la nomenclatura utilizada y los niveles de estudio:

A: Velocidad angular del husillo durante el proceso de plastificación del material plástico (v_{rodar}). 4 niveles (30, 50, 70 y 90 % de la máxima velocidad angular del husillo = 100 rpm.)

B: Contrapresión durante el proceso de plastificación del material plástico (**BP**). 4 niveles (5, 15, 25 y 35% de la máxima contrapresión = 100 kg/cm²)

C: Velocidad de inyección del material plástico (v_{iny}). 4 niveles (10, 30, 50 y 80% de la máxima velocidad de inyección = 50 mm/s)

D: Temperatura de masa del material plástico ($T^{\text{a}}_{\text{masa}}$). 2 niveles (200 y 250°C)

E: Tiempo de aplicación de la primera fase de la presión posterior (t_{HP}). 2 niveles (3 y 6 segundos)

F: Temperatura del molde (T^a_{molde}). 2 niveles (20 y 60 °C)

G: Primera etapa de presión posterior (**HP**). 2 niveles (25% y 50% de la máxima presión de inyección)

En la elección de los niveles de cada una de las variables se han tenido en cuenta tanto los límites operativos reales de la inyectora utilizada como los intervalos de procesado (recomendados por el fabricante) para el material plástico seleccionado.

Introduciendo las variables y los niveles anteriormente descritos en la matriz $L_{16}(d)$ se obtiene el diseño de experimentos utilizado para la realización del **Estudio II**. En la [tabla 3.V](#) puede observarse la especificación completa de las condiciones de inyección para cada una de las 16 pruebas.

Nº	V _{rodar} (%)	BP (%)	V _{iny} (%)	T ^a _{masa} (°C)	t _{HP} (s)	T ^a _{molde} (°C)	HP (%)
1	30	5	10	250	3	20	25
2	30	15	30	250	3	60	50
3	30	25	50	200	6	20	25
4	30	35	80	200	6	60	50
5	50	5	30	200	6	20	50
6	50	15	10	200	6	60	25
7	50	25	80	250	3	20	50
8	50	35	50	250	3	60	25
9	70	5	50	250	6	60	50
10	70	15	80	250	6	20	25
11	70	25	10	200	3	60	50
12	70	35	30	200	3	20	25
13	90	5	80	200	3	60	25
14	90	15	50	200	3	20	50
15	90	25	30	250	6	60	25
16	90	35	10	250	6	20	50

Tabla 3.V: Diseño equilibrado utilizado en el Estudio II

3.4. DESCRIPCIÓN DE LA HERRAMIENTA DE ANÁLISIS ESTADÍSTICO UTILIZADA

La utilización de diseños de experimentos nos permite tanto implementar las pruebas de manera sistemática como analizar los resultados de forma cuantitativa. En los propios diseños de experimentos se han definido las variables y los niveles a los que van a ser evaluadas. De la misma manera, se han definido las variables o funciones de control (Respuestas) necesarias para evaluar la influencia de cada variable.

Como funciones de control se han elegido las principales propiedades que caracterizan termo-mecánicamente a un material compuesto (módulo elástico a tracción a temperatura ambiente, módulo elástico a tracción a alta temperatura, tensión de rotura a tracción, energía disipada en ensayo uniaxial a temperatura ambiente, energía disipada en ensayo uniaxial a baja temperatura, energía disipada en ensayo biaxial y temperatura de deflexión bajo carga). Para el análisis de cada una de las características mecánicas analizadas se han utilizado las normas correspondientes^{162,163,164,165,166,167,168}. La utilización de las normas anteriormente mencionadas implica la realización de una serie de repeticiones en los ensayos efectuados. Los resultados obtenidos de las repeticiones realizadas tendrán importancia en el tratamiento estadístico de los datos (**ANEXO V**)

Para el análisis de los datos generados en los diseños de experimentos se ha utilizado el programa Minitab[®] (v. 16). Aunque no es el objetivo del presente trabajo de investigación, se presentará una visión general del programa Minitab[®] particularizando en las herramientas más utilizadas para el análisis de los datos generados durante el presente trabajo de investigación.

Minitab[®] es un software ampliamente utilizado en el análisis estadístico y en el diseño de experimentos, tanto en la construcción del propio diseño de experimentos como en el análisis posterior de los resultados obtenidos^{169,170,171}.

Este programa que comenzó implementando únicamente las herramientas estadísticas básicas para el análisis tanto analítico como gráfico, se ha convertido en una herramienta de referencia dentro de las

estrategias de calidad total. En la [figura 3.2](#) se muestra la pantalla principal del programa y los formularios desde los cuales se introducen los datos.

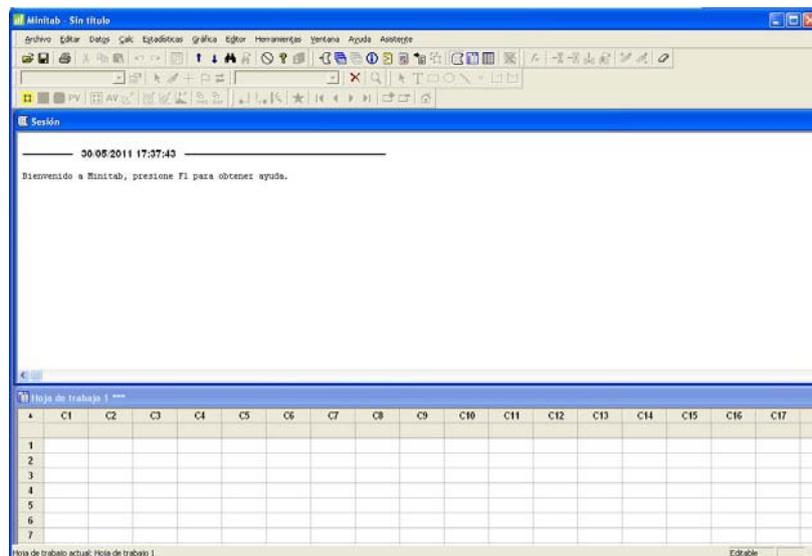


Figura 3.2: Pantalla de inicio de Minitab® 16

De todo el potencial del programa Minitab®, en el presente trabajo de investigación, vamos a utilizar las herramientas implementadas en el tratamiento de datos en diseños de experimentos tipo Taguchi. Se van a realizar dos tipos fundamentales de análisis de datos que proporcionarán dos tipos de conclusiones complementarias.

En primer lugar, se realizará un análisis de efectos principales, estudiando la influencia que, cada variable estudiada, tiene en cada una de las salidas analizadas. En la [figura 3.3](#) puede apreciarse el tipo de resultados que se obtiene con este análisis.

Aprovechando la condición de equilibrio en el diseño de experimentos se puede evaluar (sobre la media) el efecto individual de cada uno de los niveles de cada variable objeto de estudio. Para entender mejor este tipo de resultados vamos a analizar con más detalle la contribución de dos variables con comportamientos extremos.

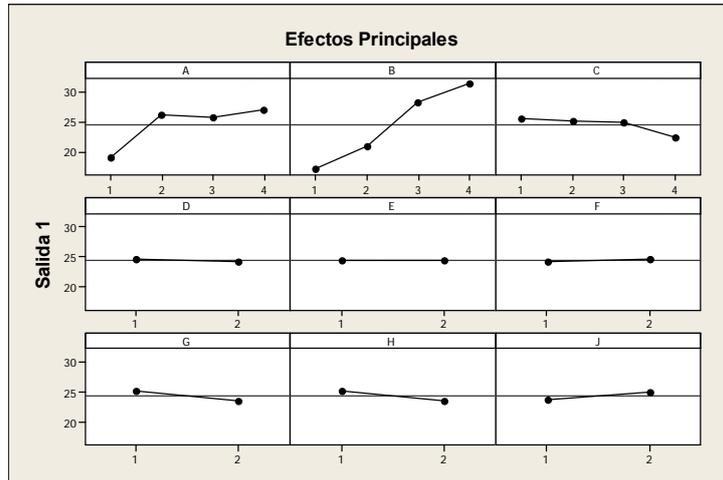


Figura 3.3. Estudio de efectos principales utilizando Minitab® 16

En la figura 3.4 (a) se presenta la contribución de la variable B. Podemos observar que la contribución del factor B a la Salida 1 es significativa, es decir, dependiendo del valor que tome B (1, 2, 3 ó 4) la Salida 1 toma valores muy distintos. La media de la Salida 1 es aproximadamente 25 unidades. Cuando la variable B toma el nivel 1 la respuesta promedio es de 17 unidades, mientras que cuando B toma el valor 4 la Salida 1 tiene un valor de 31 unidades. Si queremos maximizar el valor de la Salida 1 tendremos que tomar la variable B al nivel 4. Al tomar ese valor (B4) es de esperar que la media de la Salida 1 se incremente en $(31-25) = 6$ unidades.

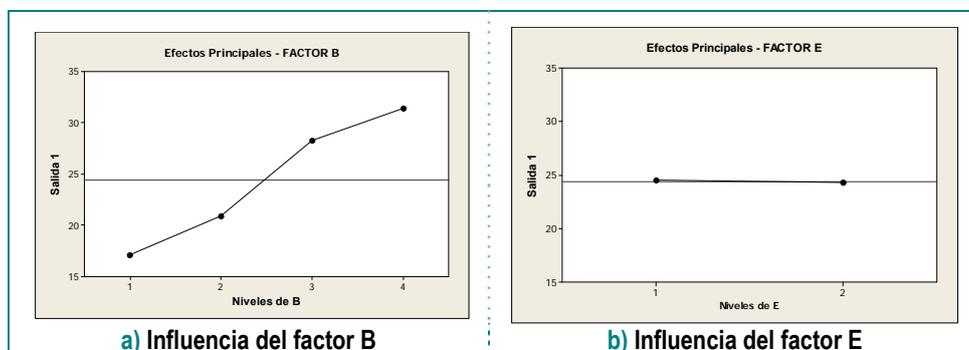


Figura 3.4: Estudio de efectos principales de las variables B y E utilizando Minitab® 16

En la figura 3.4 (b) se presenta la contribución de la variable E. Como puede apreciarse la influencia de la variable E es radicalmente diferente a la influencia de la variable B. De hecho, la influencia de la

variable E en la Salida 1 es prácticamente cero (es lo que comúnmente se denomina “*cero estadístico*”). El valor de la variable E se elegirá siguiendo el criterio de robustez y no de contribución a la media.

En segundo lugar, se realizará, utilizando el análisis de la relación entre señal y ruido, un análisis de la variabilidad en la respuesta. Aprovechando la repetición de los ensayos que establecen las normas^{162,163,164,165,166,167,168}, además del análisis de las medias, puede estudiarse la variabilidad de los resultados obtenidos y, utilizando el análisis de la Señal/Ruido, estimar como afecta el nivel de cada variable en la robustez de las Respuestas analizadas. En la [figura 3.5](#) puede observarse el tipo de resultados que se obtienen con este análisis.

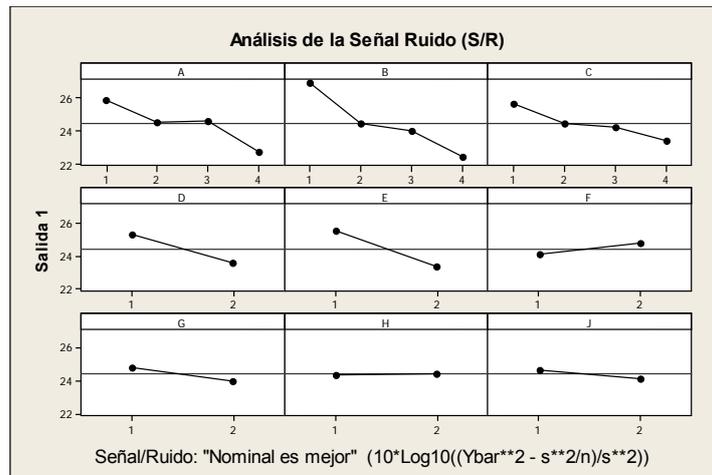


Figura 3.5: Estudio de robustez (relación señal/ruido) utilizando Minitab® 16

Con los resultados que se obtienen utilizando Minitab®, podemos analizar la contribución individual de cada variable a la robustez de la Salida 1. La principal diferencia entre este estudio y el anterior es que no estamos evaluando el valor de la Salida 1 sino su variabilidad a través de una característica desarrollada por el Dr. Taguchi¹⁴¹ denominada “*Relación Señal/Ruido*” (S/R).

La robustez de la Salida 1 se mide en decibelios. En las gráficas podemos ver que el promedio S/R es de aproximadamente 24 dB. Cuando B toma el valor 1 la señal S/R sube a 27 dB, mientras que cuando B toma el valor 4 la señal S/R baja a 22,5 dB. Cuanto mayor sea la señal S/R mayor será la robustez de la Salida 1. Cuando la variable B

toma el valor 1 la señal S/R de la Salida 1 debería de aumentar en 3 dB (27-24).

La estrategia habitual para elegir los niveles de las variables de un proceso es la siguiente: para las variables que no afectan a la media se fijan los valores de las variables que mayor robustez proporcionen, mientras que para las variables que si afectan a la media se debe llegar a un compromiso entre la media de la salida (señal) y la variabilidad de la salida (ruido).

Capítulo IV

4. OBTENCIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS

4.1. INTRODUCCIÓN

Para poder realizar el presente trabajo de investigación es fundamental la elaboración de los materiales compuestos objeto de estudio. A partir de la obtención de los materiales compuestos, se puede proceder, utilizando las técnicas experimentales necesarias, a su caracterización y posterior análisis de los resultados obtenidos.

En el presente trabajo de investigación se han utilizado tanto materiales de elaboración propia (Estudio I, **Capítulo V**) como materiales comerciales (Estudio II, **Capítulo VI**).

En este capítulo se describe, de forma pormenorizada, el procedimiento que se ha seguido para obtener los materiales compuestos utilizados en el estudio realizado en el **Capítulo V**.

En la [figura 4.1](#) se muestra el proceso completo que se ha diseñado para la obtención de los materiales compuestos definidos. El proceso completo consta de ocho etapas (funcionalización, molturación, eliminación térmica, ensimado, corte, mezclado en seco, mezclado en fundido y compresión).

El punto de partida del proceso han sido los siguientes materiales comerciales:

- **Matrices termoplásticas:** Dos copolímeros en bloque PP-PE de distintas viscosidades en formato de grana (BC245MO y BH345M0 del fabricante Borealis). En la [figura 4.1](#) están representados por PP_{1_g} y PP_{2_g}
- **Funcionalizantes de las matrices poliméricas:** Anhídrido maleico (MAH) y Viniltrietoxisilano (VTES). En la [figura 4.1](#) están representados por Mod₁ y Mod₂
- **Iniciador de la reacción de funcionalización:** 2,5-dimetilhexano-2,5-di-ter-Butil peróxido (DTBH ó DBPH)
- **Fibras de refuerzo:** Fibra de vidrio tipo E RO99-5383 del fabricante Saint Gobain (en la [figura 4.1](#) están representados por GF_{13μ_ei} y GF_{17μ_ei}). Fibra de basalto BCF 1200-KV11 (en la [figura 4.1](#) están representados por BF_{13μ_ei} y BF_{17μ_ei}). Cada una de las familias de fibras empleadas tienen un ensimaje industrial diferente
- **Agente de acoplamiento:** Viniltrimetoxisilano (VTMO) En la [figura 4.1](#) está representado por Mod₃

En el **Anexo I** se presentan las características fundamentales de cada uno de los materiales utilizados en la presente investigación. Además se incluyen las fichas técnicas facilitadas por los proveedores.

El proceso de obtención de estos materiales, aunque puede parecer complejo, es fundamental para garantizar que, con los materiales obtenidos, pueda realizarse el estudio que permita obtener las conclusiones objeto de este trabajo de investigación.

En particular, se ha tenido especial cuidado en asegurar tanto la adecuada dispersión de las fibras e impregnación en la matriz polimérica, como en conseguir que no se produzca ni rotura incontrolada de la fibra, ni degradación de la matriz polimérica.

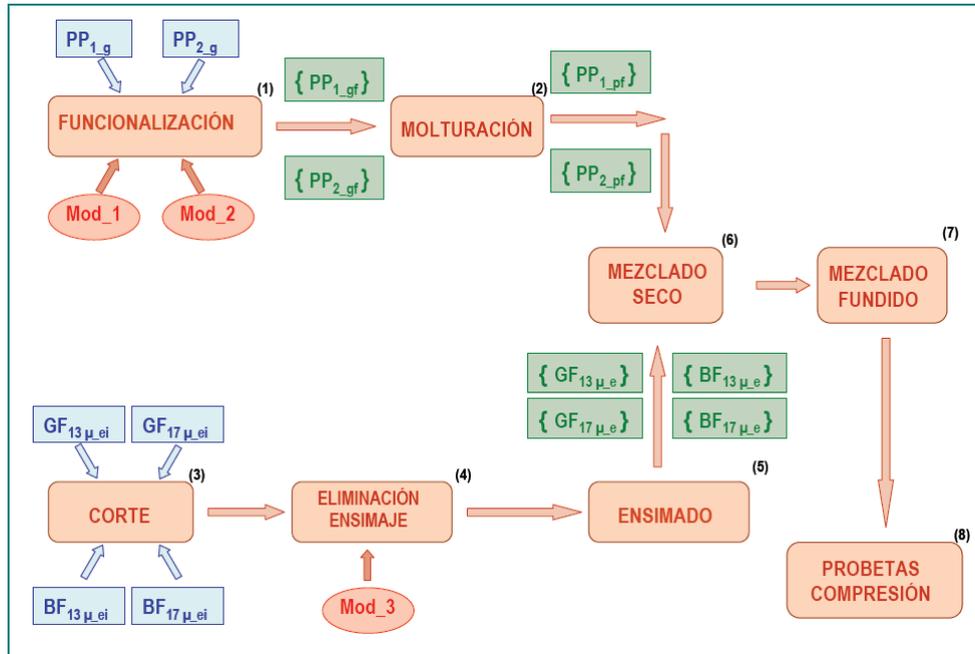


Figura 4.1: Resumen del proceso de obtención de los materiales compuestos

Para poder asegurar que los materiales han sido elaborados de forma correcta, se han diseñado una serie de pruebas de control en cada uno de los puntos más críticos del proceso.

A continuación se describen, de forma pormenorizada, cada una de las ocho etapas que se han seguido para elaborar los materiales utilizados. Para cada uno de las etapas se especifican los materiales de partida, los materiales obtenidos, los equipos utilizados y se realiza una breve descripción de los aspectos fundamentales de las técnicas empleadas.

4.2. FUNCIONALIZACIÓN DE LAS MATRICES POLIMÉRICAS

El primer paso para obtener los materiales compuestos con los que se va a realizar la parte experimental del presente trabajo de investigación es la funcionalización de las matrices poliméricas.

Mediante el proceso de funcionalización se consigue injertar en la cadena polimérica principal determinados grupos funcionales (según el funcionalizante utilizado). Los grupos funcionales introducidos modifican la morfología y/o composición de la matriz polimérica de partida con el objetivo de mejorar la interacción de éstas con las fibras de refuerzo para fabricar los materiales compuestos.

Aunque existen múltiples procedimientos para funcionalizar matrices poliméricas, en el presente trabajo se ha utilizado la inserción de monómeros reactivos vía radicales libres. Tal y como se ha expuesto en el **Capítulo II** (apartado 2.4.1), la funcionalización de matrices poliméricas es un proceso comúnmente utilizado desde hace mucho tiempo. Las reacciones que se producen durante el proceso son muy complejas, compitiendo las reacciones deseadas (inserción de los grupos funcionales elegidos) con reacciones indeseadas (rotura de cadenas poliméricas y entrecruzamientos).

En la funcionalización de matrices poliméricas se han seguido los procedimientos comúnmente descritos en la bibliografía existente^{53,54,55,56,57,58,59,60,61,62,63,64}, teniendo especial cuidado en comprobar que efectivamente, se ha producido inserción de los grupos funcionales y que la rotura de cadenas producida es admisible.

En el diseño de experimentos planteado en el **Capítulo III** con el cual se realizará el estudio presentado en el **Capítulo V**, se van a analizar dos tipos de funcionalizantes (Anhídrido maleico y Viniltrietoxisilano). Para cada uno de ellos se estudiarán cuatro concentraciones (0, 3, 6 y 9%). De esta manera podremos analizar el efecto que tienen, en las propiedades mecánicas, tanto el tipo de modificante como la concentración del mismo.

Con el objetivo de reducir, en las conclusiones finales, los posibles defectos asociados al proceso de funcionalización, se ha

optado por la estrategia de obtener un material concentrado tipo “*masterbatch*” y, posteriormente, diluirlo mediante mezclado físico, para conseguir los distintos porcentajes de cada funcionalizante objeto de estudio.

La estrategia alternativa sería obtener cada uno de los materiales funcionalizados a las concentraciones deseadas en procesos de extrusión independientes. Esta estrategia implica el riesgo evidente de que el proceso de funcionalización de algunos de los materiales obtenidos sea diferente (por cualquier causa) y este error sea arrastrado en todo el diseño de experimentos, proporcionándonos conclusiones erróneas en el análisis final de la influencia relativa de cada variable en el comportamiento mecánico de los materiales compuestos obtenidos.

Proceso de funcionalización

El proceso seguido para la funcionalización de las matrices poliméricas ha sido el mismo para los dos funcionalizantes utilizados (Anhídrido maleico y Viniltrietoxisilano).

El proceso de funcionalización se ha realizado en dos pasos:

En el primer paso se ha introducido el 80% del monómero (MAH o VTES). Las condiciones de procesado han sido 75 r.p.m. de velocidad de husillo y 180-190°C de temperatura de husillo. En este primer paso no se introduce el iniciador de la reacción, con lo cual lo que se consigue es una mezcla física del material base y del monómero que queremos injertar.

En el segundo paso se ha introducido el 20% restante del monómero (MAH o VTES) y el 100% del peróxido iniciador (DTBH). En este paso las condiciones de procesado han sido menos agresivas (35 r.p.m. de velocidad de husillo y 180-190°C de temperatura de husillo) para intentar minimizar la rotura de cadenas poliméricas y las reacciones secundarias no deseadas.

Al final del proceso de funcionalización se ha utilizado un 10% de monómero (MAH o VTES) y un 0.25% de peróxido (DTBH). Se han conseguido cuatro tipos distintos de materiales:

BC245MO funcionalizado con Anhídrido maleico.
BC245MO funcionalizado con Viniltrietoxisilano.
BC345MO funcionalizado con Anhídrido maleico.
BC345MO funcionalizado con Viniltrietoxisilano.

Como se verá en el apartado siguiente se han elegido los dos primeros materiales para su utilización en la obtención de los materiales compuestos y se ha desestimado la utilización de los dos últimos.

En las [figuras 4.2 y 4.3](#) pueden observarse la extrusora y la configuración de los husillos utilizados en el proceso de funcionalización.



Figura 4.2: Extrusora (EDH) utilizada en el proceso de funcionalización

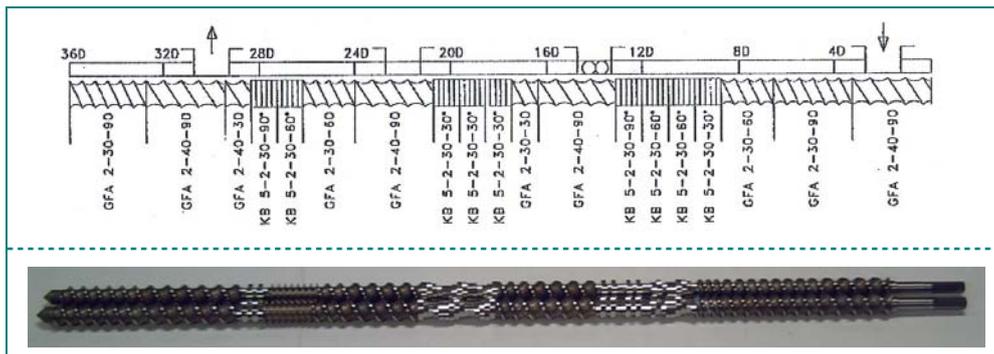


Figura 4.3: Husillos utilizados en el proceso de funcionalización

Validación del proceso de funcionalización

Durante el proceso de funcionalización de las matrices poliméricas junto con la reacción principal de inserción se producen inevitablemente, reacciones secundarias de rotura de cadena y entrecruzamientos. Estas reacciones no deseadas pueden provocar modificaciones significativas en las propiedades de los materiales funcionalizados, imposibilitando, incluso, su utilización posterior.

Para evaluar tanto la efectividad de la inserción de monómero, como el efecto de las reacciones no deseadas durante al proceso de funcionalización, se han realizado dos tipos de análisis:

- Espectroscopia FTIR-ATR
- Reometría Capilar (RC)

Utilizando la técnica FTIR-ATR (espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier y reflectancia total atenuada) puede determinarse la presencia de los grupos funcionales que han sido injertados en la cadena polimérica principal. En la [figura 4.4](#) pueden observarse los resultados obtenidos para los dos copolímeros objeto de estudio (BH245MO y BH345MO) después del proceso de funcionalización con los dos modificantes utilizados. Analizando las frecuencias asociadas a los grupos funcionales injertados, puede constatarse la presencia de los mismos en cada uno de los materiales funcionalizados.

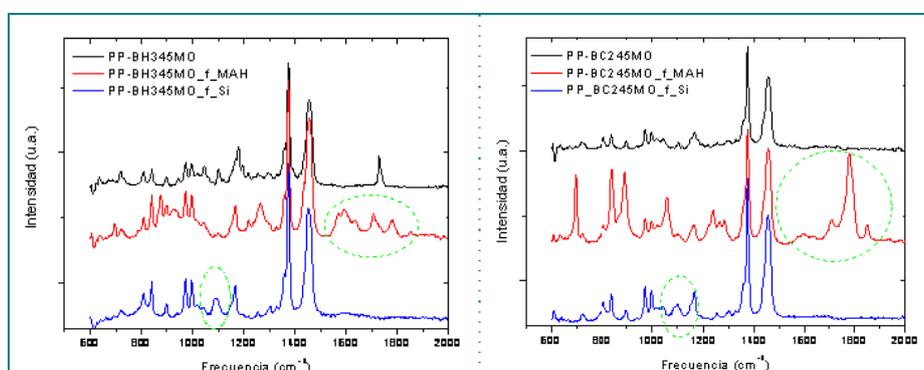


Figura 4.4: Resultados de FTIR-ATR de los materiales funcionalizados

Utilizando la técnica RC (reometría capilar) se ha estudiado la variación de viscosidad en función de la velocidad de cizalla comparando los materiales sin funcionalizar y los materiales funcionalizados con los dos funcionalizantes elegidos.

La comparativa reológica de cada material sin funcionalizar con el mismo material funcionalizado, nos permitirá deducir la variación sufrida durante el proceso de funcionalización (asociada fundamentalmente a la escisión de cadenas) y, de este modo, la idoneidad de su utilización posterior. El objetivo ideal sería conseguir que la variación reológica al introducir los funcionalizantes fuera mínima, ya que indicaría que las reacciones secundarias de rotura de cadena han sido mínimas. Una pérdida brusca de viscosidad en los materiales funcionalizados nos indicará que las reacciones secundarias de rotura de cadena han sido significativas.

En la [figura 4.5](#) puede observarse la curva de viscosidad vs. velocidad de cizalla para el material BC-245MO y los dos materiales obtenidos de la funcionalización con MAH y VTES.

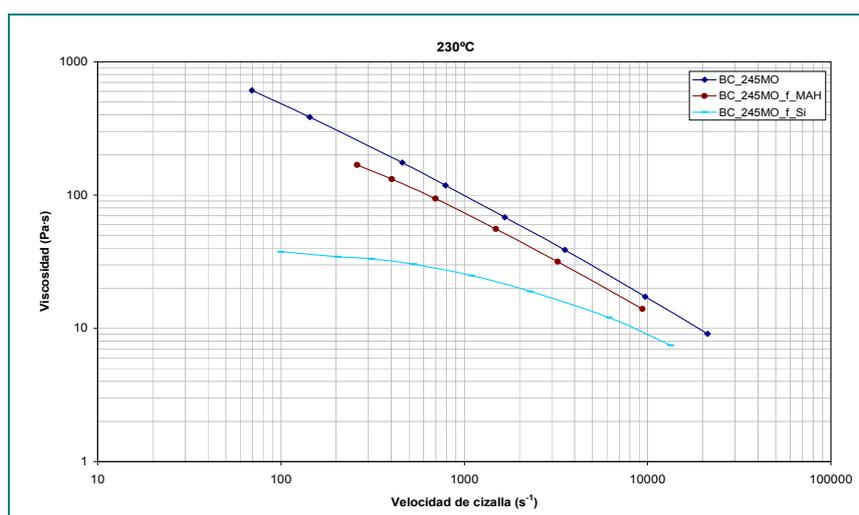


Figura 4.5: Caracterización reológica del material BC-245MO y los productos de la funcionalización

En la gráfica puede apreciarse como la reducción de viscosidad es más acusada cuando se utiliza como funcionalizante el Viniltrietoxisilano. En cualquier caso, utilizando como material base el

BC-245MO los resultados de viscosidad obtenidos en la funcionalización son aceptables.

En la [figura 4.6](#) puede observarse la curva de viscosidad vs. velocidad de cizalla para el material BC-345MO y el material obtenido de la funcionalización con MAH. En el proceso de funcionalización se ha observado que la variación de la curva reológica ha sido significativa. De hecho, el material obtenido de la funcionalización del BC-345MO con Viniltrietoxisilano es tan fluido que es imposible caracterizarlo.

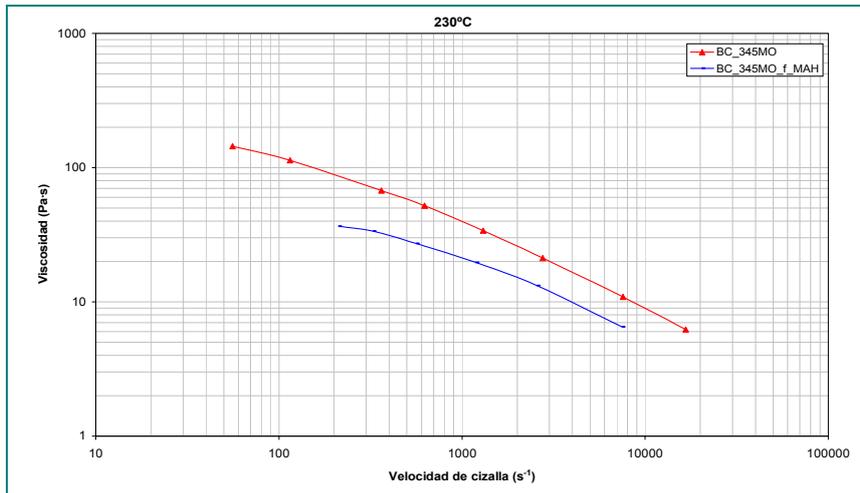


Figura 4.6: Comparación entre la caracterización reológica del material BC-345MO y el producto de la funcionalización

En la [figura 4.7](#) puede observarse una comparación entre la viscosidad de los distintos materiales funcionalizados y el material comercial funcionalizado con anhídrido maleico (Polybond 3200) que sirve de referencia. Debido a los resultados de viscosidad tan bajos obtenidos en el proceso de funcionalización del material BC-345MO, se ha decidido utilizar los productos de la funcionalización del material BC-245MO como “*masterbach’s funcionalizados*” para mezclarlos con los dos materiales de partida y obtener, de esta manera, las proporciones establecidas en el diseño de experimentos.

El resumen del proceso de funcionalización se describe en la [tabla 4.1](#). Este tipo de resumen se realizará para cada uno de los procesos realizados.

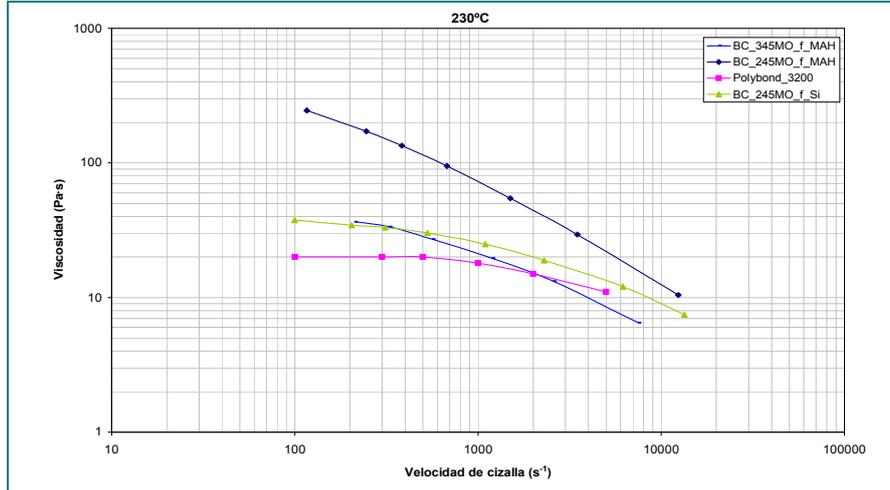


Figura 4.7: Comparación entre la caracterización reológica de los materiales BC-245MO / BC-345MO y Polybond 3200

	Descripción	Observaciones
Objetivo	Conseguir matrices poliméricas funcionalizadas, para mejorar la compatibilidad con las fibras al fabricar los materiales compuestos.	El proceso de funcionalización de las matrices poliméricas puede modificar sensiblemente las propiedades de los materiales involucrados.
Materiales de partida	Los copolímeros poliolefinicos elegidos (BC245MO y BH345M0) Los funcionalizantes MAH y VTES. Iniciador Peróxido DTBH.	Los materiales plásticos están en forma de granza.
Materiales obtenidos	Los dos copolímeros poliolefinicos de partida funcionalizados con MAH y VTES en formato granza {PP ₁ _gf} y {PP ₂ _gf}	Los materiales obtenidos se utilizarán como "masterbatch" para conseguir los porcentajes requeridos en el diseño de experimentos
Procesos utilizados	Extrusión en fundido dos etapas: 1ª etapa: V _{rodar} 75 r.p.m. T ^a 180-190°C 2ª etapa: V _{rodar} 35 r.p.m. T ^a 180-190°C	1ª etapa: Mezclado polímero con 80% monómero. 2ª etapa: Mezclado 20% monómero y el 100% del iniciador. Extrusora LEISTRITZ Micro-27GL-36D
Controles efectuados	Reometría Capilar Espectroscopia FTIR-ATR	La reometría capilar indica la modificación reológica asociada a la funcionalización. La espectroscopia FTIR-ATR permite determinar la presencia de los grupos injertados.

Tabla 4.I: Resumen del proceso de funcionalización de las matrices poliméricas

4.3. MOLTURACIÓN DEL MATERIAL PLÁSTICO

Las matrices termoplásticas comerciales utilizadas en el presente trabajo de investigación son suministradas en forma de granza. En la figura 4.8 puede apreciarse una muestra de la morfología inicial que presenta el material plástico de partida.

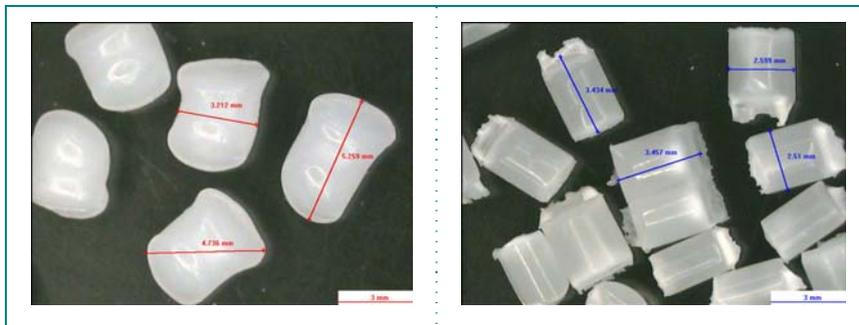


Figura 4.8: Morfología del material plástico de partida. Izq. Material sin funcionalizar. Dcha. Material funcionalizado

En la imagen de la izquierda se puede apreciar la heterogeneidad de tamaños en la granza del material plástico de partida. El tamaño promedio oscila entre 3 y 5 mm. En la imagen de la derecha puede apreciarse el tamaño de granza conseguido después del proceso de extrusión y corte asociado al proceso de funcionalización al que han sido sometidas las matrices de partida. Como puede apreciarse, después del proceso de extrusión, la granza resultante es más homogénea, de forma cilíndrica y con dimensiones aproximadas de 2.5 x 3.5 mm.

Para conseguir un buen proceso de mezclado del material plástico funcionalizado con las fibras compatibilizadas y optimizar la impregnación de la fibra con la matriz termoplástica durante el proceso de compresión, es conveniente maximizar la superficie de contacto entre los dos tipos de materiales y minimizar el espacio vacío entre ellos.

Mediante la molturación del material plástico se consigue disminuir significativamente el tamaño promedio de la granza de partida y, por consiguiente, aumentar el área efectiva de contacto matriz-fibra.

Utilizando como materiales de partida tanto la granza original como la granza resultante del proceso de funcionalización se ha procedido al proceso de molturación para reducir de forma significativa el

tamaño de la granza. El objetivo inicial se ha fijado en conseguir una reducción de aproximadamente un orden de magnitud. De esta manera la dimensión característica del material molturado será de 0.2-0.4 mm.

Proceso de molturación

El proceso de molturación se ha realizado con un molino ultracentrífugo ZM 200. En la [figura 4.9](#) pueden apreciarse una imagen de conjunto y varias imágenes de detalle del equipo utilizado.



Figura 4.9: Vista general del molturador ZM200 (Izq.) y detalles del rotor y del tamiz (drcha)

La trituración del material plástico se realiza por efectos de impacto y cizalla entre el rotor y el tamiz anular estacionario. En la [figura 4.10](#) se muestra una representación esquemática del proceso de molturación realizado.

El material plástico a molturar es enfriado por inmersión en nitrógeno líquido para evitar degradación local por efecto de la temperatura durante la molienda. A través de la tolva, el material enfriado cae en el rotor. Éste es proyectado radialmente hacia afuera por la aceleración centrífuga y choca con los dientes cuneiformes del rotor que giran a gran velocidad, los cuales realizan la trituración gruesa. La trituración fina se realiza entre el rotor y el tamiz. El material triturado es recogido en el recipiente colector que rodea a la cámara de molienda.

El diseño del molidor permite que el tiempo de residencia del material en el interior del rotor sea bajo, minimizando la posible degradación del material y, en consecuencia, la alteración de las propiedades físico-mecánicas asociadas al material de partida.

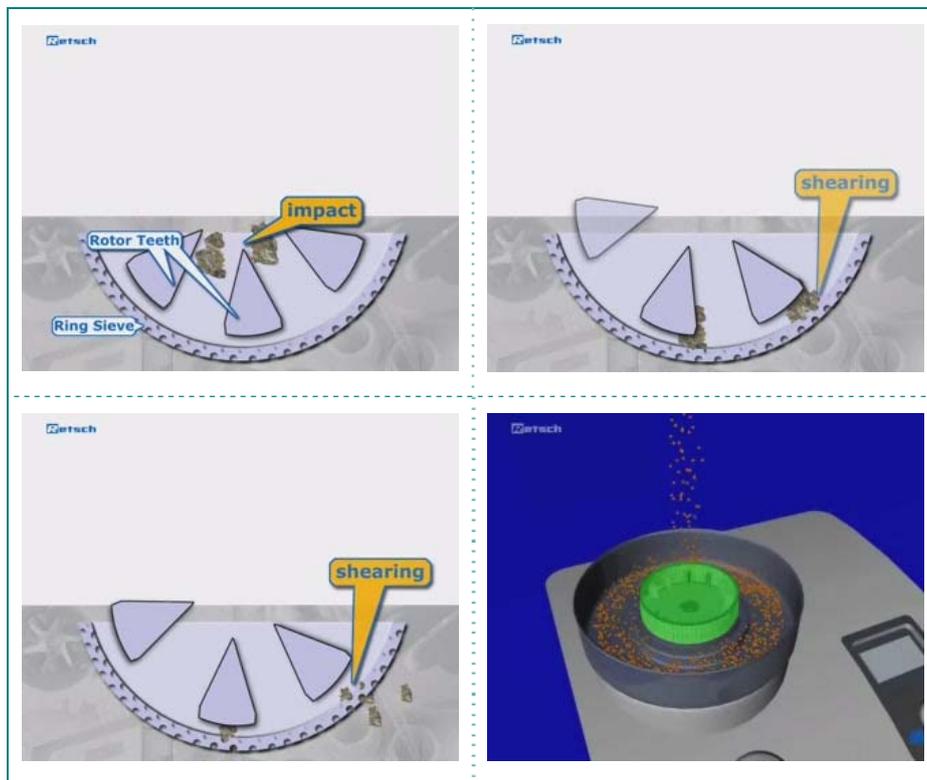


Figura 4.10: Representación esquemática del proceso de molido

En la figura 4.11 puede apreciarse el resultado del proceso de molidura anteriormente descrito, sobre dos materiales. Como puede observarse no existen diferencias significativas entre las dos muestras. Para realizar el proceso de molidura se ha utilizado un tamiz de 0.5 mm. En las imágenes correspondientes puede apreciarse que, aunque existe heterogeneidad en la morfología final, la mayoría de las partículas tienen una dimensión característica cercana al tamaño del tamiz.

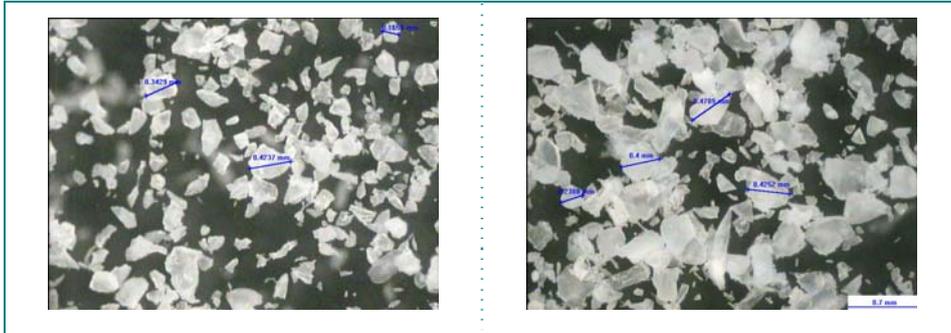


Figura 4.11: Morfología resultante después del proceso de molturado. Izq. Material sin funcionalizar. Dcha. Material funcionalizado

Validación del proceso de molturado

La utilización del material plástico molturado obtenido por el proceso de molturación anteriormente descrito, presenta evidentes ventajas prácticas respecto a la utilización del material en el formato original. Sin embargo, no hay que obviar que el material plástico ha sufrido un re-procesado y que no es trivial asegurar a priori que la modificación del tamaño de partícula no haya afectado a alguna de las características iniciales de los materiales.

En particular interesa analizar tres aspectos:

- Degradación térmica por calentamiento local durante el molturado.
- Variación de propiedades termo-mecánicas debido a rotura de cadenas poliméricas.
- Variación del grado y/o efectividad del proceso de funcionalización de las matrices poliméricas.

Aunque existen una gran cantidad de técnicas analíticas complementarias que pueden utilizarse para responder a las preguntas anteriormente formuladas, la reología capilar es la más utilizada. Cualquier modificación significativa de la morfología intrínseca de los materiales utilizados (rotura de cadenas poliméricas, variación del grado de funcionalización, degradación térmica) debería de provocar una variación en el comportamiento reológico que se pondrá de manifiesto al realizar los análisis comparativos de las curvas viscosidad vs. velocidad

de cizalla de los materiales antes y después del proceso de molturado. Si las modificaciones en las curvas reológicas son significativas habrá que suavizar las condiciones de la molienda o, en el caso más extremo, diseñar otro proceso de obtención de polvo que no provoque pérdida de propiedades de los materiales poliméricos utilizados.

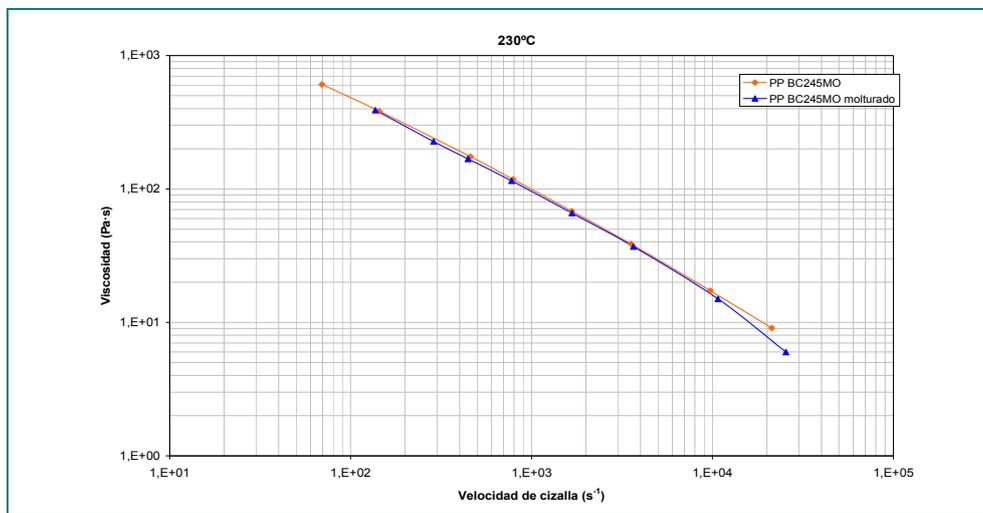


Figura 4.12: Comparación entre el material BC245MO en granza y molturado utilizando Reometría capilar

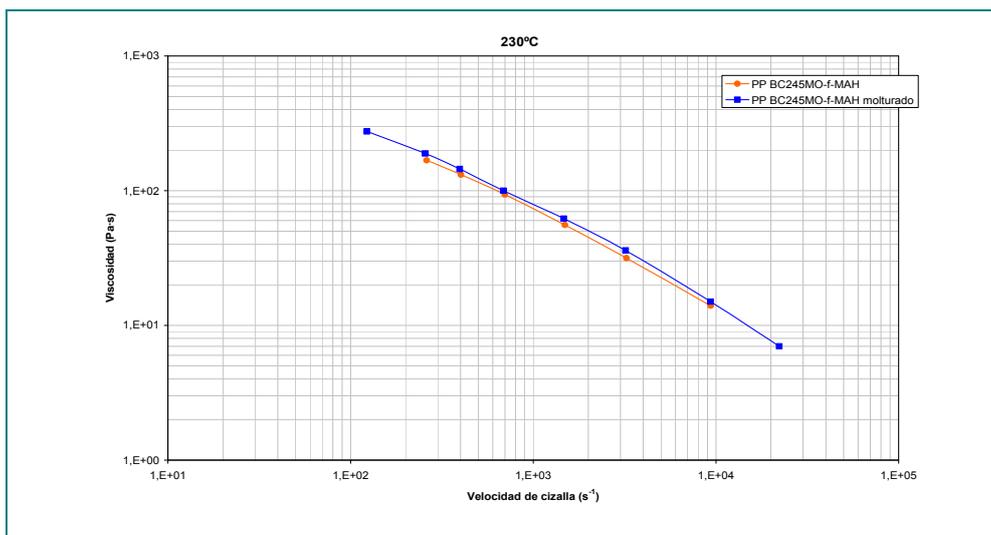


Figura 4.13: Comparación entre el material PP BC245MO funcionalizado con anhídrido maleico en granza y molturado utilizando Reometría capilar

Comparando las curvas correspondientes de cada material antes y después del proceso de molturación (figuras 4.12 y 4.13), se puede

concluir que el daño que el proceso ha inflingido a cada material es mínimo y, por lo tanto, el proceso de molturación utilizado es válido.

En la [tabla 4.II](#) se presenta el resumen del proceso de molturación realizado.

	Descripción	Observaciones
Objetivo	Reducir la granulometría de los materiales plásticos de partida, aproximadamente un orden de magnitud	Hay que conseguir que, durante el procesado de molturación, los materiales de partida no hayan sufrido modificaciones de propiedades
Materiales de partida	Las familias de materiales en granza {PP _{1_gf} } y {PP _{2_gf} } correspondientes a los copolímeros poliolefinicos elegidos (BC245MO y BH345M0)	Los materiales de partida se encuentran tanto en su forma original como funcionalizados (con MAH y VTMO)
Materiales obtenidos	Las mismas familias de materiales que las de partida pero con granulometría reducida "polvo" {PP _{1_pf} } y {PP _{2_pf} }	Se consigue una granulometría promedio de 0.2-0.4 mm
Procesos utilizados	Molturación mecánica. Trituración del material por impacto previamente enfriado en nitrógeno líquido	MOLINO CENTRÍFUGO ZM200. - Enfriamiento de la granza en nitrógeno t=20 s - V _{rotor} =18.000 rpm. - Caudal = 10 g/s
Controles efectuados	Reología capilar. Obtención de las curvas viscosidad/velocidad cizalla a distintas temperaturas	Comprobación de concordancia entre los resultados de reología obtenidas antes y después del proceso de molturación, para evaluar posible degradación

Tabla 4.II: Resumen del proceso de molturación del material plástico

4.4. PROCEDIMIENTO PARA EL CORTE CONTROLADO DE LAS FIBRAS

Las fibras utilizadas para reforzar los materiales compuestos diseñados en el presente trabajo de investigación, han sido suministradas en forma de mecha continua (roving, figura 4.14). Como ya se ha expuesto con detalle en el **Capítulo II**, la longitud final de la fibra determina en gran medida las características termomecánicas del material compuesto formulado.



Figura 4.14: Fibras de vidrio (izq.) y basalto (dcha.) en formato de “roving”

Para conseguir las longitudes de fibra fijadas en el diseño de experimentos expuesto en el **Capítulo III**, es fundamental disponer de un procedimiento que permita cortar las fibras de forma controlada y repetitiva a las longitudes deseadas.

Proceso de corte controlado de las fibras

Debido a la disparidad de tamaños de fibras que se pretenden conseguir, no se ha podido utilizar un único procedimiento o técnica para conseguir dicho objetivo. Para cada uno de los cuatro tipos de fibras ($GF_{13\mu}$, $GF_{17\mu}$, $BF_{13\mu}$, $BF_{17\mu}$) hay que conseguir cuatro longitudes de fibra (0.3, 1, 6 y 12 mm) Para conseguir las fibras a los tamaños requeridos se han utilizado tres procedimientos distintos.

- Molino planetario
- Útil de corte con cuchillas
- Pistola neumática de corte

Cada una de las longitudes de fibra requeridas ha sido obtenida utilizando uno de los procesos anteriormente enunciados. En la [tabla 4.III](#) se resume la viabilidad de obtención de cada uno de los tamaños de fibra con los distintos procedimientos.

	Molino planetario	Útil de corte	Pistola neumática
0.3 mm	X		
1 mm		X	
6 mm		X	X
12 mm		X	X

Tabla 4.III: Resumen de los procesos de corte aplicables para cada longitud de fibra.

Molino planetario

El molino planetario se ha utilizado para obtener el menor tamaño de fibra (0.3 mm) estudiado en el presente trabajo de investigación.

En la [figura 4.15 \(b\)](#) se representa de forma esquemática el principio básico de funcionamiento de este dispositivo. El molino planetario dispone de un disco principal (plato) sobre el cual se acopla un dispositivo en el que hay un recipiente que contiene el material que se quiere moler y las bolas encargadas de efectuar la molienda. El recipiente gira en sentido contrario al plato (a la misma velocidad) y respecto a un eje no coaxial con el plato. Los movimientos giratorios superpuestos provocan que las fuerzas que se aplican a las bolas de molienda y al material a moler varíen continuamente de dirección e intensidad. Debido a las elevadas velocidades que alcanzan las bolas de molienda en el interior del recipiente, se consigue transferir una gran cantidad de energía sobre el material a moler. Los múltiples impactos de las bolas contra el material y la fricción ejercida por las bolas sobre el material a moler contra la pared del recipiente provocan la sucesiva fragmentación de la fibra.



Figura 4.15: Molino Planetario

Para conseguir el objetivo de tamaño de fibra prefijado, es necesaria una adecuada elección de las bolas de molienda (material y tamaño) así como de la longitud de la fibra de partida y de la velocidad de giro del molino planetario. Después de un estudio experimental del proceso de molienda para los tipos de fibra seleccionadas, se ha elegido:

- Tipo de bolas: Circona de 5 mm de diámetro
- Velocidad de rotación: 500 rpm
- Tiempo de molienda: 3 minutos
- Material de partida: Mecha de cada una de las fibras de 6 mm de longitud

Los resultados obtenidos se presentan en la [figura 4.16](#)



Figura 4.16: Fibra de basalto antes (izq.) y después (dcha.) del proceso de molienda energética

Útil de corte con cuchillas

Para conseguir cortar las fibras a 1, 6 y 12 mm se ha diseñado un útil de corte versátil con cuchillas equiespaciadas. La distancia entre cuchillas puede variarse para conseguir cortar las fibras a las longitudes deseadas.

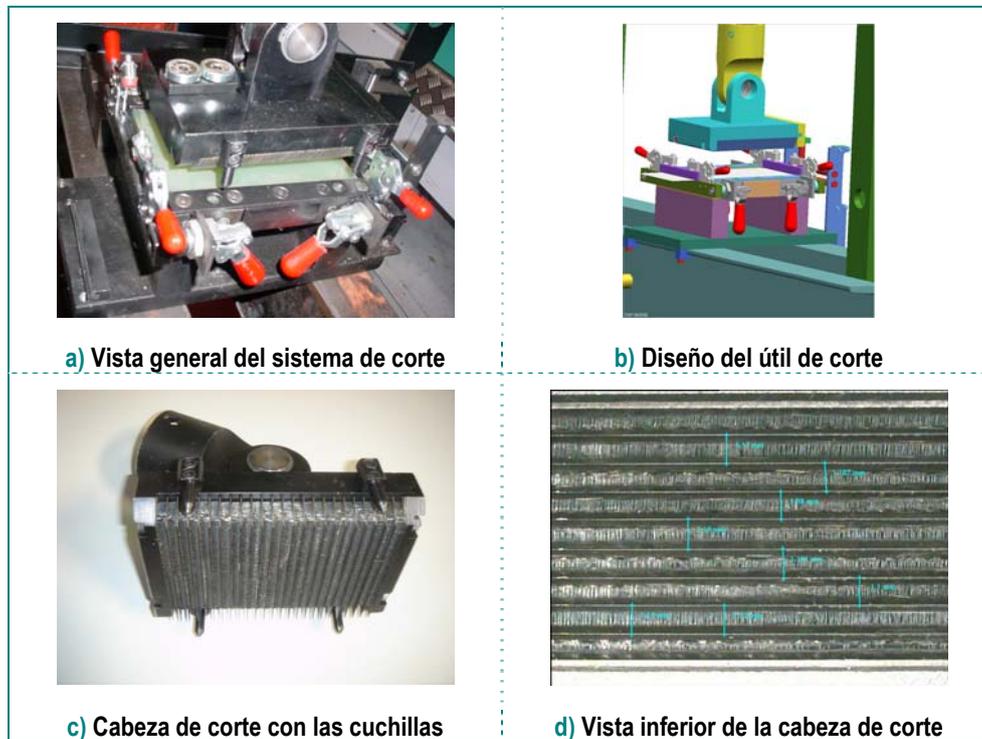


Figura 4.17: Útil de corte diseñado y fabricado para el corte controlado de fibras

En la [figura 4.17](#) pueden observarse distintas imágenes del diseño y resultado final del útil de corte utilizado.

El proceso de corte con el útil diseñado es muy simple. La cabeza de corte dispone de cuchillas afiladas y separadas la distancia que se pretende conseguir como longitud de la fibra. Esta cabeza de corte se coloca en una prensa y el corte se realiza mediante presión de las cuchillas contra un elemento elastomérico.

En la imagen [4.17 \(d\)](#) puede observarse la cabeza utilizada para conseguir el corte de fibras a 1 mm de longitud. Por debajo de esta cota resulta muy complicado disponer las cuchillas y obtener un corte limpio de las fibras. El proceso de corte utilizando el útil de corte es preciso y robusto, pero extremadamente lento y laborioso, aunque se pueden utilizar múltiples hebras de fibra en cada golpe de prensa. Debido a estas limitaciones, únicamente se ha utilizado el útil de corte con cuchillas para obtener las fibras de 1 mm ya que éste es el único método disponible para conseguir dicha longitud.

Pistola neumática de corte

El último procedimiento utilizado para conseguir el corte controlado de las fibras es una pistola neumática de corte, comúnmente utilizada para cortar fibras a las longitudes predeterminadas deseadas.



Figura 4.18: Pistola neumática de corte

La pistola neumática de corte es un dispositivo comercial ampliamente utilizado para cortar fibras a las longitudes predeterminadas deseadas. En la [figura 4.18](#) puede observarse la pistola de corte utilizada así como un detalle de los dos elementos fundamentales (cabeza de corte con cuchillas y rodillo elastomérico). El principio de funcionamiento es el siguiente: mediante un motor neumático se mueve el rotor (cabeza) que contiene las cuchillas de corte. La fibra que se desea cortar se alimenta en forma de mecha entre el rotor y el cilindro de material elastomérico. Ajustando adecuadamente la presión de entrada del aire, la tensión de las hebras de fibra y la holgura entre las cuchillas y el cilindro de material elastomérico se consigue cortar la fibra a la misma separación que tienen las cuchillas en el rotor.

La utilización de la pistola neumática de corte para conseguir los tamaños de fibra deseados presenta importantes ventajas a la vez que limitaciones que se necesario conocer.

Las principales ventajas de este procedimiento de corte son la sencillez del dispositivo y la elevada velocidad de corte (500-1000 gramos/minuto en función del tipo de fibra).

Las principales limitaciones de este sistema de corte radican en la imposibilidad de obtener fibras por debajo de 6 mm de longitud y la necesidad de un buen ajuste entre los elementos mecánicos que configuran el sistema. El deterioro del cilindro elastomérico, la pérdida de filo de las cuchillas o la falta de tensión de la hebra que está siendo cortada, provocan que el resultado final no sea el esperado (en lugar de obtener el mismo tamaño de fibra que la distancia entre cuchillas se consiguen múltiplos enteros de dicha separación).

Mediante este procedimiento de corte se han obtenido las fibras de 6 y 12 mm utilizadas en el presente trabajo de investigación.

Validación del proceso de corte de fibras

Utilizando los tres procedimientos anteriormente descritos se han obtenido los cuatro tipos de fibras con los cuatro tamaños definidos en el diseño de experimentos correspondiente al **ESTUDIO I**.

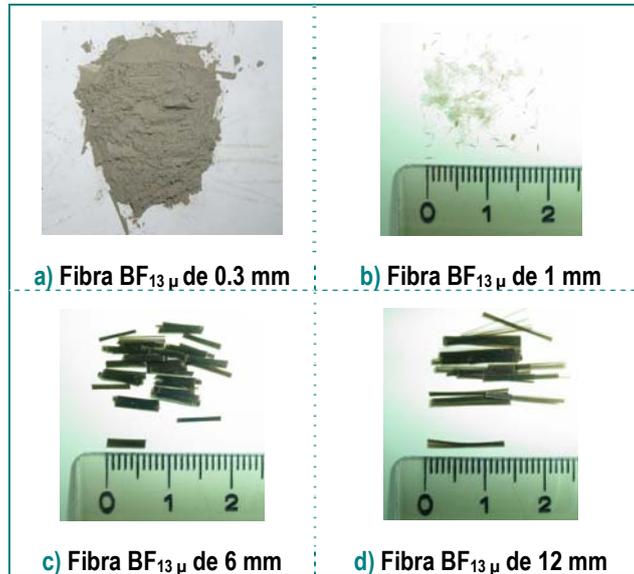


Figura 4.19: Fibras resultantes de los procesos de corte

En la figura 4.19 pueden observarse los resultados obtenidos para uno de los tipos de fibras (BF₁₃ μ fibra de basalto de 13μ de diámetro).

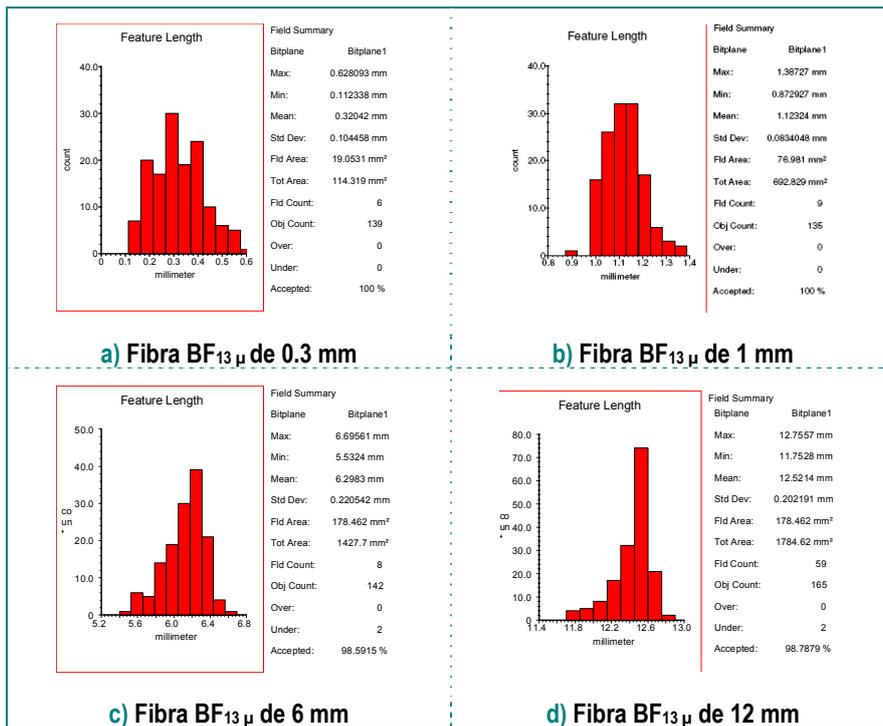


Figura 4.20: Análisis de las longitudes de fibra obtenidas en el proceso de corte

Para asegurar que el proceso de corte se ha realizado correctamente se han analizado al microscopio óptico los resultados obtenidos utilizando como muestra de control la fibra BF_{13μ}. Como puede apreciarse en la figura 4.20 se han obtenido distribuciones aproximadamente gaussianas centradas básicamente en las longitudes que pretendíamos obtener.

Lógicamente, las fibras obtenidas para cada tamaño deseado no son exactamente iguales, existiendo dispersión de tamaños. Lo realmente importante es que los cuatro tamaños conseguidos sean significativamente distintos entre sí, es decir, que las distribuciones de las longitudes no se solapen

En la tabla 4.IV se presenta el resumen del proceso de corte controlado de las fibras realizado.

	Descripción	Observaciones
Objetivo	Cortar fibras de forma controlada	Los tamaños de fibra han sido fijados en el diseño de experimentos (0.3, 1, 6 y 12 mm)
Materiales de partida	Los cuatro tipos de fibras seleccionadas en el estudio GF _{13μ} , GF _{17μ} , BF _{13μ} , BF _{17μ}	El formato de suministro de las fibras, ha sido en bobinas (roving) de aproximadamente 20 Kg. de peso
Materiales obtenidos	Los cuatro tipos de fibras de partida cortadas a los cuatro tamaños prefijados (0.3, 1, 6 y 12 mm)	Los procedimientos de corte han sido los mismos para los cuatro tipos de fibras
Procesos utilizados	Molino planetario de bolas: - Modelo Pulverisette 7 Premium Line Útil de corte con cuchillas: - Diseñado y fabricado en Cidaut. Pistola neumática de corte: - Modelo Florida 94854	Condiciones Proceso - Molino Planetario: Bolas de circona de 5 mm de diámetro, $V_{rotor} = 500$ rpm. $t_{permanencia} = 3$ minutos - Útil corte cuchillas: Presión 150 kg/cm ² - Pistola neumática: Presión de red = 8 kg/cm ²
Controles efectuados	Medida mediante microscopia óptica de la distribución de longitudes de fibra para cada uno de los tamaños prefijados	Los resultados de los análisis microscópicos demuestran que las distribuciones que se han conseguido no discrepan significativamente de los objetivos prefijados

Tabla 4.IV: Resumen del proceso de corte controlado de las fibras

4.5. PROCEDIMIENTO DE ELIMINACIÓN DEL ENSIMAJE COMERCIAL Y ENSIMADO DE LAS FIBRAS

En un material compuesto de matriz polimérica y fibra de refuerzo es fundamental que ambos tipos de materiales interactúen de forma adecuada cuando son sometidos a sollicitaciones mecánicas externas. Para los materiales compuestos objeto de estudio, la fracción en peso de polímero es significativamente mayor que la fracción de refuerzo. Sin embargo, es la fibra de refuerzo, debido a su superior rigidez y resistencia a rotura, la que aporta mayores prestaciones mecánicas al conjunto.

Para conseguir un adecuado comportamiento mecánico del conjunto matriz-refuerzo hay que conseguir que la transmisión de cargas en la interfase de unión de ambos materiales sea correcta. La matriz polimérica ha sido funcionalizada de forma conveniente (**apartado 4.2**). En este apartado se detalla el proceso seguido para conseguir un recubrimiento de las fibras (ensimaje) compatible con las matrices utilizadas.

Cada familia de fibras utilizadas en el presente trabajo de investigación (GF y BF) han sido suministradas con un tipo de ensimaje distinto. No ha sido posible disponer de los cuatro tipos de fibra comerciales con el mismo tipo de ensimaje y que, además, este ensimaje estuviera optimizado para su utilización con matrices poliolfínicas.

Las fibras de vidrio (GF_{13μ} y GF_{17μ}) han sido suministradas con el ensimaje tipo 5383 (código interno de Saint-Gobain) preparado para poliamida y poliéster termoplástico. Las fibras de basalto (BF_{13μ} y BF_{17μ}) han sido suministradas con el ensimaje KV11 (código interno de Kamenny Vek) preparado para resina epoxy, poliéster y vinil-éster.

El tipo y la cantidad de ensimaje utilizado en las fibras de refuerzo no es objeto de estudio en el presente trabajo de investigación. Sin embargo, con el objetivo de que la variable “*tipo de ensimaje*” no afecte al resto de las variables que si son objeto de estudio, se ha procedido a eliminar el ensimaje comercial de todas las fibras y, a continuación, aplicar el mismo ensimaje (adecuado a matrices

poliolefinicas) a todas las fibras utilizadas en la investigación. De esta forma se ha superado el inconveniente generado por la imposibilidad de disponer de fibras comerciales con los ensimajes deseados.

Proceso de eliminación del ensimaje comercial

El proceso completo de ensimaje de las fibras comienza con la eliminación del ensimaje comercial de partida, asegurando además que las fibras no sufran ningún tipo de alteración/degradación, que repercuta en una minoración de su comportamiento mecánico.

La eliminación del ensimaje ha de efectuarse de la forma más completa posible y sin dañar las fibras. Existen dos métodos principales para eliminar el ensimaje de la fibra: métodos químicos y métodos térmicos.

Métodos químicos

Los métodos químicos se basan en el distinto comportamiento de la fibra y del ensimaje ante determinados disolventes. Hay que encontrar un medio reactivo en el cual las fibras objeto de estudio sean inertes pero los distintos ensimajes comerciales sean sensibles y, por lo tanto, puedan eliminarse. En el **Anexo II (10.2.9)** se presenta el estudio realizado para la eliminación química del ensimaje, los resultados obtenidos y la argumentación por la cual se desestima la utilización de este método en el presente trabajo de investigación.

Métodos térmicos

Los métodos térmicos se basan en aprovechar el distinto comportamiento que presentan la fibra y el ensimaje ante la temperatura. Mientras que las fibras (tanto de vidrio como de basalto) son materiales inorgánicos, los materiales utilizados como ensimaje son materiales orgánicos. Las fibras utilizadas son completamente estables hasta temperaturas relativamente elevadas (600 °C) mientras que los ensimajes orgánicos se descomponen completamente a temperaturas inferiores a 500 °C. Por lo tanto, en teoría, existe una ventana de temperaturas que

permite eliminar completamente el ensimaje sin dañar la fibra. Dentro de los métodos térmicos de desensimaje se han utilizado una fuente láser y un horno tipo mufla.

En el **Anexo II (10.2.10)** se presenta el estudio realizado para la eliminación del ensimaje utilizando una fuente láser, los resultados obtenidos y la argumentación por la cual se desestima la utilización de este método en el presente trabajo de investigación.

Eliminación del ensimaje mediante horno tipo mufla

El método utilizado para la eliminación del ensimaje de las fibras utilizadas en el presente trabajo de investigación ha sido la eliminación térmica utilizando un horno tipo mufla. En la [figura 4.21](#) puede apreciarse el proceso seguido para eliminar el ensimaje.

Las fibras, ya cortadas a las longitudes predefinidas, son depositadas en bandejas metálicas ([figura 4.21 \(b\)](#)) e introducidas en el interior de un horno tipo mufla ([figura 4.21 \(a\)](#)) donde serán sometidas a un ciclo térmico temperatura/tiempo.

La cantidad de fibra que se introduce en cada ciclo térmico es muy limitada (aproximadamente 200 gramos) para poder distribuir la fibra homogéneamente por toda la bandeja, evitando, en la medida de lo posible, que la aglomeración de fibra dificulte la eliminación del ensimaje provocando resultados heterogéneos en las fibras tratadas.

El diseño del ciclo térmico es fundamental conseguir que el proceso de eliminación del ensimaje sea efectivo y, a la vez, no se modifiquen las propiedades mecánicas de las fibras tratadas.

El ciclo térmico al que van a ser sometidas las fibras de refuerzo consta de tres etapas:

- Calentamiento de las fibras hasta la temperatura de desensimaje elegida
- Mantenimiento de las fibras en el interior de la mufla a la temperatura de desensimaje durante el tiempo predefinido
- Enfriamiento de las fibras desde la temperatura de desensimaje hasta la temperatura ambiente

Los parámetros fundamentales a determinar en el ciclo de calentamiento son la temperatura máxima a la que estarán sometidas las fibras y el tiempo de permanencia de las fibras a la temperatura máxima definida. La determinación de estos dos parámetros se explicita detalladamente en el apartado “*validación del proceso de eliminación del ensimaje y ensimado de las fibras*”

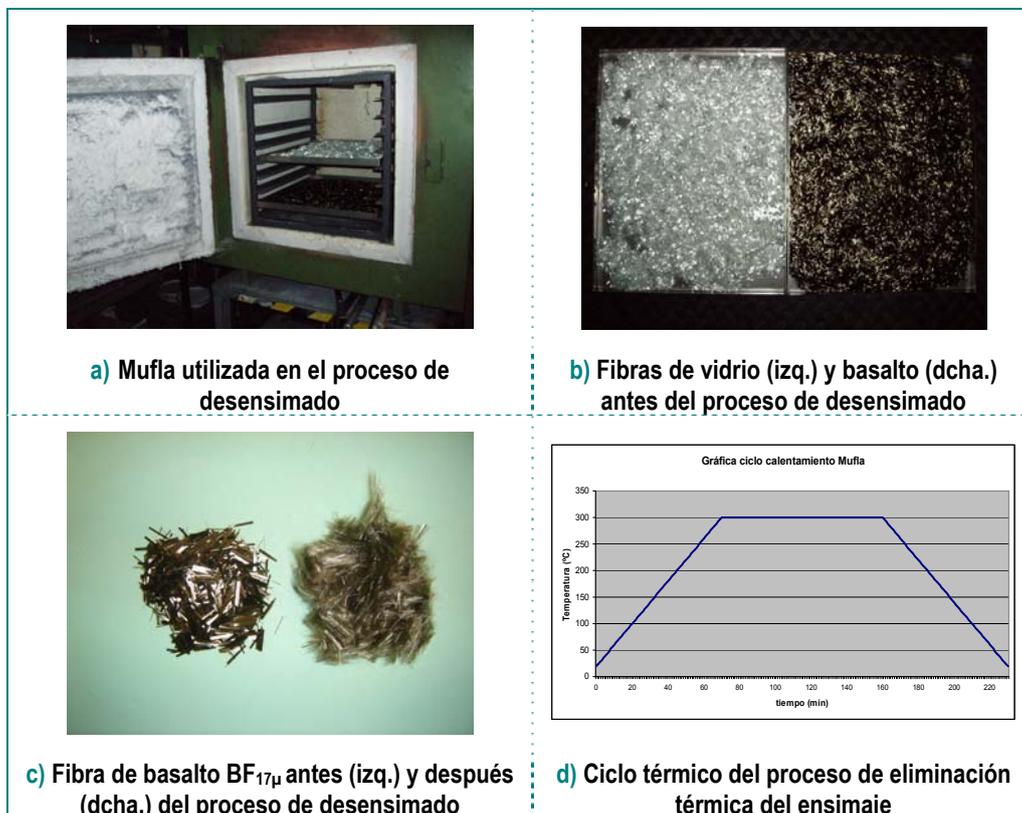


Figura 4.21: Proceso de eliminación del ensimaje comercial utilizando un horno tipo mufla

El proceso de calentamiento de las fibras tratadas desde temperatura ambiente hasta la máxima temperatura definida se debe realizar a una velocidad de calentamiento que minimice los efectos negativos del choque térmico. La primera medida que se ha tomado para minimizar el efecto del choque térmico es introducir las fibras en el interior de la mufla antes de iniciar el proceso de calentamiento. De esta manera las fibras se van calentando lentamente a la vez que se atempera la mufla. El horno tipo mufla utilizado permite programar una rampa de calentamiento, de esta manera las fibras tratadas serán sometidas a una rampa de calentamiento perfectamente controlada. Aunque no existe bibliografía que asocie la posible degradación de la fibra con la velocidad de calentamiento, en el presente trabajo de investigación se ha elegido una velocidad de calentamiento baja ($4^{\circ}\text{C}/\text{minuto}$), para asegurar que no se produzca ningún problema asociado a este efecto. La elección de la velocidad de calentamiento se ha hecho coincidir con la mínima temperatura de enfriamiento que se puede conseguir en el equipo utilizado. De esta manera se consigue que el calentamiento y el enfriamiento de las fibras sean simétricos.

Debido a que la mufla utilizada no está diseñada específicamente para controlar una rampa de enfriamiento, la mínima velocidad de enfriamiento corresponde con el proceso de enfriamiento con la puerta de la mufla cerrada ($4^{\circ}\text{C}/\text{minuto}$). En la [figura 4.21 \(c\)](#) se muestra la gráfica temperatura/tiempo seguida durante el proceso de eliminación térmica del ensimaje.

Proceso de ensimado de las fibras

El tratamiento de las fibras utilizadas en el presente trabajo de investigación concluye con el proceso de ensimado. Una vez eliminado el ensimaje comercial, que diferenciaba a los dos tipos de fibras que se pretenden utilizar, se procederá a proporcionar a todas las fibras el mismo tipo de recubrimiento que favorezca el anclaje con las matrices poliolefinicas en los materiales compuestos diseñados.

En el **Capítulo II (2.42)** se realizó una descripción teórica de las reacciones químicas que tienen lugar durante el proceso de ensimado.

Para realizar este proceso se ha seguido fundamentalmente la patente US 20080305329A1¹⁷² en la cual se describe un proceso de modificación de fibras apropiado al objetivo que se persigue en el presente trabajo de investigación.

El proceso realizado consta de cuatro fases:

- Activación de la superficie de las fibras
- Disolución del agente silano
- Curado del recubrimiento
- Lavado de las fibras

Después de someter a las fibras a un proceso de eliminación térmica (calcinación) más o menos agresiva, es razonable pensar que la superficie de las fibras pueda haber sufrido algún tipo de daño que pueda provocar una minoración de las propiedades mecánicas. Para “reparar” la superficie de las fibras, se realiza un proceso de activación en vía ácida. La activación se realiza con ácido clorhídrico al 10% durante sesenta minutos y posterior secado de las fibras. El efecto que la activación ácida produce sobre las propiedades mecánicas de las fibras cuando se introducen en compuestos poliméricos es uno de los objetivos de estudio del presente trabajo. Para conseguir este objetivo se ha introducido la variable “*activación*” dentro del diseño de experimentos (tal y como se detalló en el **Capítulo III**). Para poder realizar este estudio se han activado la mitad de las fibras, según el diseño de experimentos seleccionado.

El siguiente paso del proceso es preparar la disolución del silano VTMO para proceder a su hidrólisis y a la formación de los puentes de hidrógeno con los grupos hidroxilo presentes en la superficie de las fibras. La disolución del silano se realiza al 2% en un PH de aproximadamente 9 que se consigue con ácido acético.

Una vez conseguida la interacción por puentes de hidrógeno entre el grupo silanol y los grupos hidroxilo de la superficie de la fibra, es necesario provocar la reacción de condensación. Para conseguir esta reacción se procede a secar (curar) las fibras a 120°C con recirculación durante cinco horas (figura 4.22).



Figura 4.22: Proceso de secado de las fibras

El último paso para concluir el proceso, es eliminar la parte del compuesto organosilano que no se ha adherido químicamente a la superficie de las fibras. Numerosos investigadores^{69,70,71,72} han señalado que existe una parte importante de compuesto organosilano cuya unión a la fibra es de naturaleza física y no química. La fracción de organosilano no anclada químicamente, se elimina mediante un proceso exhaustivo de lavado de la fibra en tolueno. En la [figura 4.23](#) puede apreciarse la diferencia de aspecto superficial que presenta uno de los tipos de fibras tratadas antes y después del proceso de lavado en tolueno.

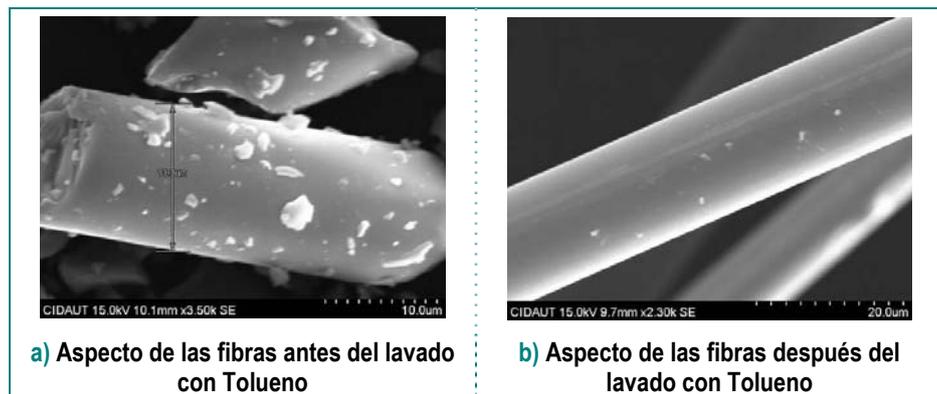


Figura 4.23: Microscopia SEM de fibra de basalto en distintas etapas del proceso de ensimaje

Validación del proceso de eliminación del ensimaje y ensimado de las fibras

En el proceso de eliminación del ensimaje comercial y posterior ensimado de las fibras hay dos aspectos claves que deben de controlarse para asegurar que el proceso se ha realizado correctamente: En primer lugar que la eliminación del ensimaje comercial no ha dañado las fibras de refuerzo. En segundo lugar que el nuevo ensimaje se ha anclado químicamente

La determinación del tipo y cantidad de componentes orgánicos presentes en las fibras de vidrio/basalto es una tarea extremadamente compleja por los siguientes motivos:

- Los fabricantes de fibras no declaran ni los tratamientos a los que someten a sus productos, ni los modificantes utilizados en estos procesos. Lo consideran la clave diferenciadora de sus productos y, por lo tanto, no es información disponible.
- Los compuestos orgánicos depositados sobre las fibras se presentan de manera muy heterogénea. Es decir, el mismo lote de fibra analizado en dos zonas contiguas presentan divergencias significativas tanto en la cantidad total de compuestos orgánicos como en el tipo de compuestos.
- Los porcentajes en peso de los compuestos orgánicos en las fibras son muy bajos, dificultando por ello tanto la detección como la determinación del tipo particular de compuesto analizado.
- Los recubrimientos orgánicos de las fibras comerciales están formados por distintos compuestos, cada uno de los cuales cumple una misión tanto durante el proceso de producción de las fibras, como en el uso final de las mismas en los materiales compuestos diseñados. Aunque el compuesto orgánico utilizado para mejorar la adherencia e interacción entre la fibra y la matriz es el fundamental, existen otros compuestos con funciones específicas, como los agentes antiestáticos, los lubricantes y los plastificantes

Cada uno de los compuestos anteriormente descritos suele presentarse en las fibras en un porcentaje variable entre 0.1 y 0.5%.

La determinación de la eficiencia que se ha conseguido tanto en el proceso de eliminación del ensimaje de las fibras comerciales como del ensimaje de las fibras utilizadas se basa en los siguientes supuestos:

- La cantidad total de compuestos orgánicos presentes en las fibras comerciales está en el intervalo 0.5 – 1.5%.
- La parte de compuestos orgánicos correspondiente al compuesto que mejora la compatibilidad con la matriz polimérica (ensimaje) es de aproximadamente un 0.4 - 0.5%.

En los estudios de TGA realizados con segmento dinámico hasta 500°C y posterior mantenimiento a esa temperatura durante 90 minutos (figura 4.24) ha podido comprobarse que la cantidad de masa eliminada está en el intervalo 1.2 – 1.4% para la fibra de basalto y en el intervalo 0.6 – 1% para la fibra de vidrio.

Para que el proceso de desensimaje térmico sea efectivo hay que definir el ciclo térmico (temperatura/tiempo) para eliminar la mayor cantidad posible de ensimaje pero sin afectar la integridad estructural de las fibras tratadas. Cuanto mayor sea la temperatura elegida mayor será la probabilidad de eliminar el ensimaje de partida, pero también será mayor el riesgo de que el tratamiento térmico afecte a la estructura de la fibra y, por lo tanto, a sus propiedades mecánicas.

Tanto los fabricantes de las fibras como la bibliografía consultada coinciden en el intervalo de temperatura 400-500°C (durante una hora) como el más adecuado para realizar el proceso de desensimaje térmico.

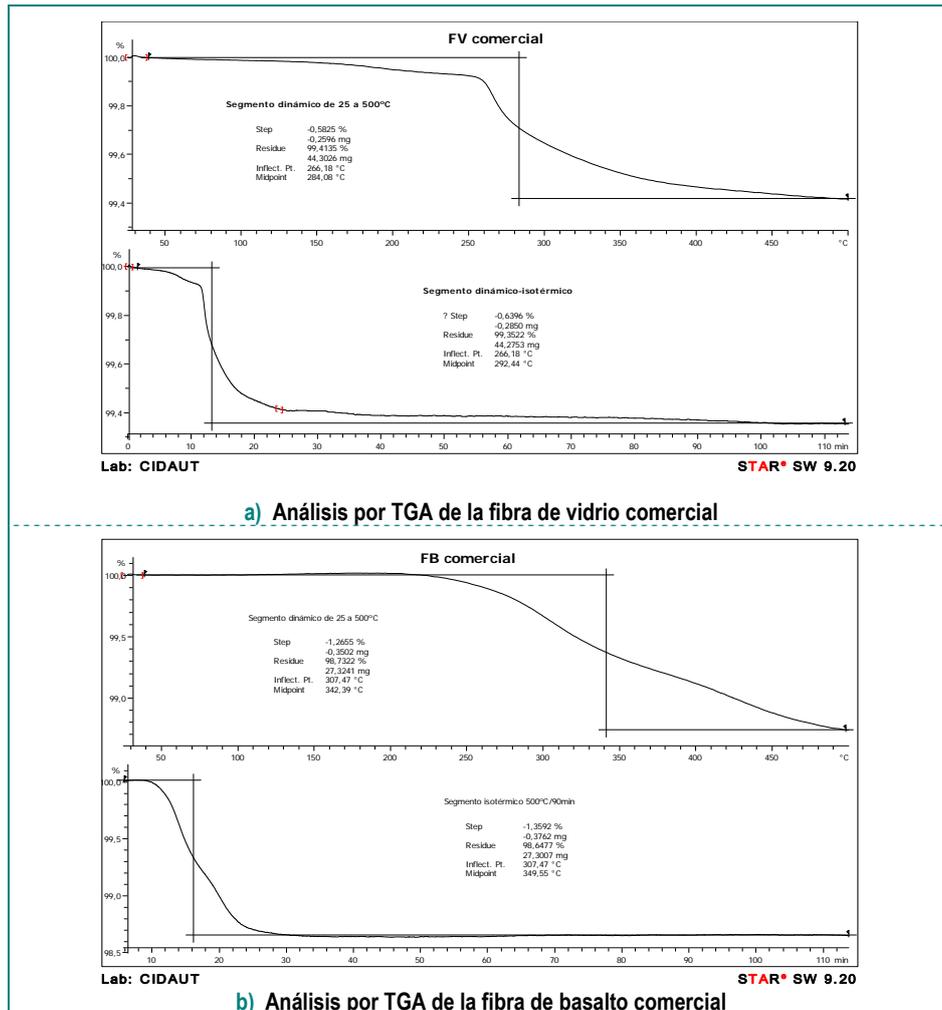


Figura 4.24 Determinación de la cantidad de materia orgánica en las fibras comerciales

Las pruebas de calcinación de fibra efectuadas a 500°C durante una hora para eliminar el ensimaje han provocado una extrema fragilidad de la fibra, la cual se rompía mayoritariamente al someterla al proceso de ensimado anteriormente descrito.

Estas mismas pruebas han sido repetidas a una temperatura de 400°C consiguiéndose resultados parecidos, la fragilidad de la fibra era menor pero no se podía manipular sin provocar rotura de la misma.

La definición del ciclo térmico óptimo se ha realizado mediante un estudio completo de TGA. En el estudio realizado ha podido

comprobarse como el pico de descomposición de los compuestos orgánicos presentes en las fibras se produce a 249°C.

En la **figura 4.25** pueden observarse los resultados obtenidos en los ensayos efectuados sobre las fibras de vidrio y basalto. En la figura puede observarse como se ha realizado un segmento dinámico (en el intervalo 25-300°C) y, posteriormente, un estudio isotérmico a 300°C durante 90 minutos.

La cantidad de masa eliminada durante el proceso de calentamiento ha sido de aproximadamente de un 1 % para la fibra de basalto y de un 0.6% para la fibra de vidrio.

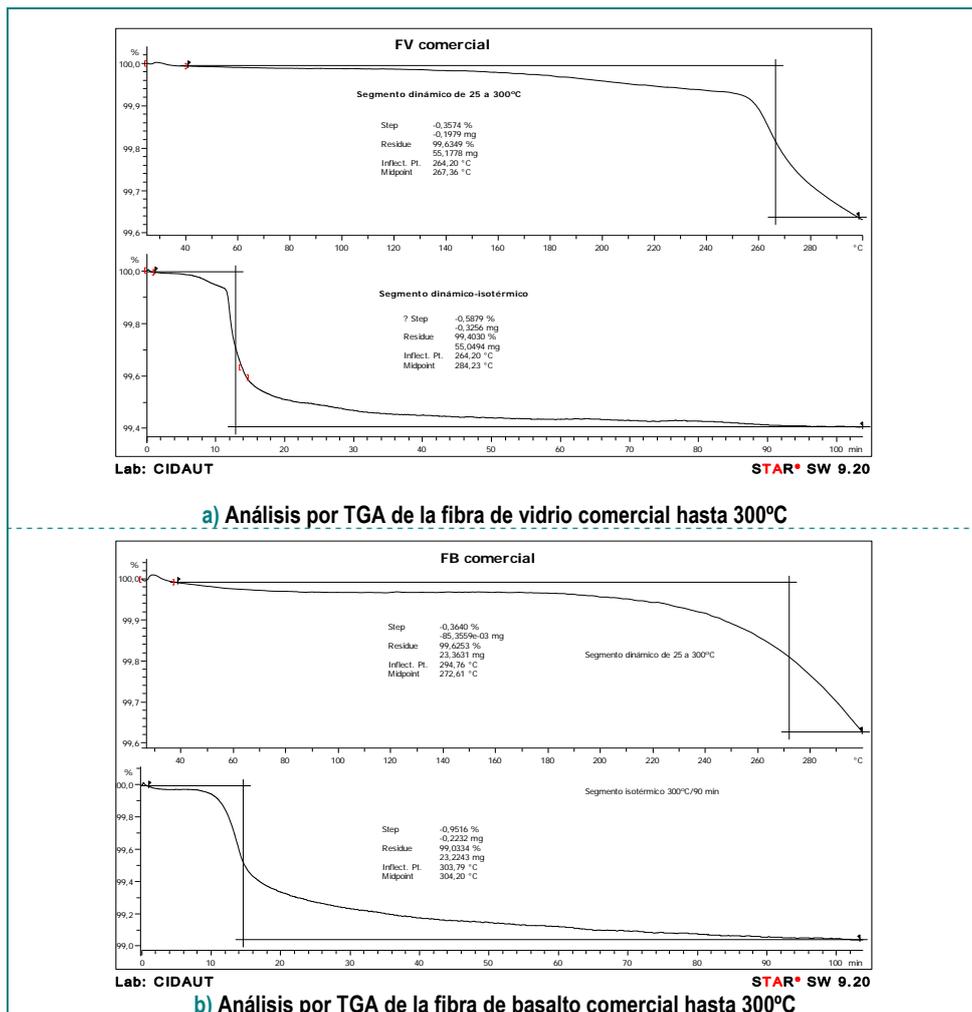


Figura 4.25: Eficacia de eliminación del ensimaje a 300°C

Analizando los resultados obtenidos en estudio TGA efectuado, incluyendo la temperatura a la que se produce el pico de descomposición y la cantidad de masa eliminada a cada temperatura se ha decidido utilizar un ciclo térmico de **300°C durante 90 minutos** para el tratamiento de eliminación térmica del ensimaje comercial.

Los valores elegidos para el ciclo térmico utilizado en el proceso de desensimaje han sido conservadores, minimizando los riesgos de provocar degradación en las fibras que provocaran rotura incontrolada en las manipulaciones posteriores. Los parámetros elegidos pueden provocar que la eliminación del ensimaje comercial no sea completa.

Sin embargo, a la vista de los resultados obtenidos del estudio por TGA pensamos que la eliminación del ensimaje que se va a provocar es suficiente e igual para todas las fibras tratadas. Además, pretendemos que la parte significativa del ensimaje sea la que hemos introducido durante el posterior proceso de ensimaje, igual para todas las fibras.

Siguiendo la misma metodología anteriormente descrita para estudiar el proceso de eliminación del ensimaje comercial, se ha estudiado la cantidad de ensimaje introducido en las fibras tratadas.

En la [figura 4.26](#) puede observarse el estudio TGA realizado en las mismas condiciones que el anterior.

Si asumimos que todo el compuesto organosilano que no está químicamente unido a la fibra ha sido eliminado por el exhaustivo proceso de limpieza en tolueno, podemos comprobar como la cantidad de organosilano que ha pasado a formar parte del nuevo ensimaje de las fibras es de aproximadamente un 0.42% para la fibra de basalto y un 0.33% para la fibra de vidrio.

Los parámetros elegidos en el proceso de eliminación del ensimaje y posterior ensimado de las fibras parece que han conseguido los objetivos fundamentales que se perseguían en este apartado.

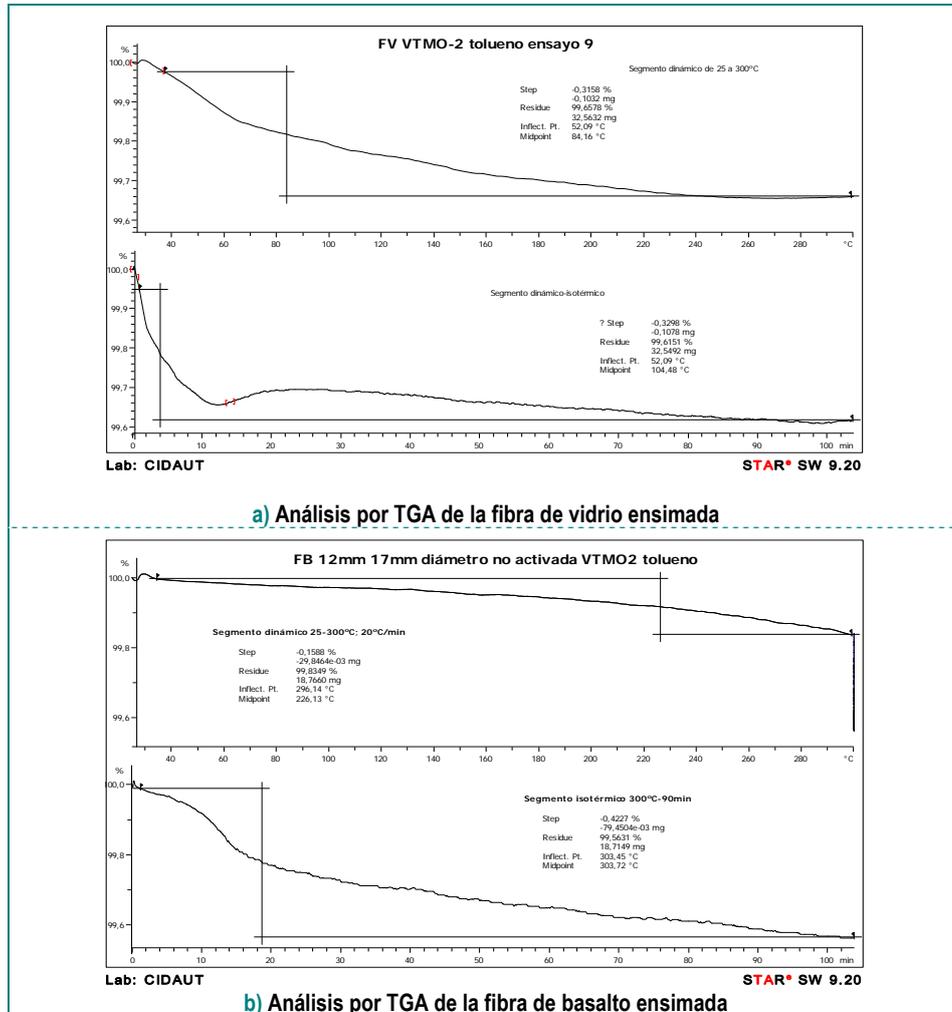


Figura 4.26: Estudio por TGA de las fibras ensimadas

Las fibras tratadas mantienen sus propiedades mecánicas y se ha conseguido proporcionar a las fibras el mismo ensimaje que, además, es compatible con la matriz poliolefínica que se va a utilizar en la fabricación de los materiales compuestos.

En la [tabla 4.V](#) se presenta el resumen del proceso de eliminación del ensimaje realizado.

	Descripción	Observaciones
Objetivo	Eliminar el ensimaje original de las fibras comerciales utilizadas, asegurando no dañar la estructura/propiedades de las fibras.	El tipo y la cantidad de ensimaje no son variables objeto de estudio. Este procedimiento tiene como objetivo que el ensimaje de partida no afecte a las propiedades mecánicas analizadas
Materiales de partida	Los cuatro tipos de fibras objeto de estudio (GF _{13μ} , GF _{17μ} , BF _{13μ} , BF _{17μ} .)	Las fibras han sido cortadas a sus longitudes definitivas (0.3, 1, 6 y 12 mm)
Materiales obtenidos	Los cuatro tipos de fibras objeto de estudio (GF _{13μ} , GF _{17μ} , BF _{13μ} , BF _{17μ} .) sin el ensimaje de partida.	Los posibles restos de ensimaje de partida se consideran poco significativos comparados con el re-ensimaje al que van a ser sometidas todas las fibras.
Procesos utilizados	Desensimaje térmico en horno tipo mufla a T ^a = 300 °C durante 90 minutos.	Mufla Marca <i>Emison</i> Velocidad _{calentamiento} = 4°C/min. Velocidad _{enfriamiento} = 4°C/min.
Controles efectuados	Análisis Termogravimétrico completo para definir las variables óptimas del proceso de eliminación térmica del ensimaje comercial.	La posible influencia del tratamiento térmico de la fibra sobre sus propiedades mecánicas, no puede ser evaluada hasta la caracterización de los materiales compuestos.

Tabla 4.V: Resumen del proceso de eliminación del ensimaje original

En la [tabla 4.VI](#) se presenta el resumen del proceso de ensimaje realizado.

	Descripción	Observaciones
Objetivo	Proporcionar a todas las fibras el nuevo ensimaje compatible con las matrices poliolefinicas	No es necesario proporcionar a las fibras ningún tipo de aditivo (además del ensimaje) debido a que no se precisan procesos de hilado
Materiales de partida	Los cuatro tipos de fibras objeto de estudio (GF _{13μ} , GF _{17μ} , BF _{13μ} , BF _{17μ} .)	Las fibras han sido calcinadas con el ciclo térmico definido para eliminar la mayor parte del ensimaje comercial
Materiales obtenidos	Los cuatro tipos de fibras objeto de estudio (GF _{13μ} , GF _{17μ} , BF _{13μ} , BF _{17μ} .) con el nuevo ensimaje compatible con matriz poliolefinica	Todas las fibras tendrán el mismo tipo de ensimaje y en cantidad similar a la fibras comerciales
Procesos utilizados	Activación ácida utilizando HCl. Disolución del silano en PH 9. Curado del recubrimiento (120°C – 9 horas) Lavado de las fibras en Tolueno	Por cada 100 g de fibra: -1000 ml de disolución de HCl (227 ml HCl comercial (37%) + 773 ml agua desionizada) - 600 ml de disolución de silano (En 600 ml: 13.725 ml AcH y 12.372 ml VTMO) - 800 ml de tolueno
Controles efectuados	Análisis Termogravimétrico completo para estudiar la cantidad final de organosilano que ha formado el nuevo ensimaje de las fibras	La cantidad total del nuevo ensimaje que está unido químicamente no ha podido determinarse con exactitud

Tabla 4.VI: Resumen del proceso de ensimado de las fibras

4.6. PROCEDIMIENTOS PARA EL DESAGLOMERADO DE LAS FIBRAS. MEZCLADO EN SECO

Para conseguir que las probetas de caracterización de los materiales compuestos que se han desarrollado sean fabricadas correctamente, es importante conseguir una buena impregnación de las fibras por parte del material plástico utilizado.

El material plástico ha sido molturado (**apartado 4.3**) para aumentar el área efectiva de contacto con la fibra. En este apartado se describe el primer procedimiento que se ha llevado a cabo sobre las fibras, encaminado a conseguir su correcta impregnación, durante el proceso de compresión utilizado para la fabricación de probetas de caracterización.

En el presente trabajo de investigación se han utilizado cuatro tipos de fibras. Dos materiales distintos (vidrio y basalto) y dos diámetros diferentes (13 y 17 μ). Estas fibras han sido denominadas GF_{13 μ} , GF_{17 μ} , BF_{13 μ} y BF_{17 μ} .

Cada una de estas fibras tiene un Tex (gramos/km) diferente. Para cada una de las fibras utilizadas se ha calculado el número de filamentos individuales que componen cada mecha (**tabla 4.VII**).

Denominación	Tipo Fibra	Ø fibra	Tex	Nº Filamentos
GF _{13μ}	Vidrio	13	1200	3560
GF _{17μ}	Vidrio	17	2400	4164
BF _{13μ}	Basalto	13	1200	3426
BF _{17μ}	Basalto	17	2000	3338

Tabla 4.VII: Resumen de los tipos de fibras utilizadas y del nº de filamentos

Como puede apreciarse en la **tabla 4.VII** el número promedio de filamentos de cada mecha de las fibras utilizadas oscila en el intervalo 3300-4200

Debido a la gran cantidad de filamentos individuales que hay en cada mecha se pone de manifiesto lo importante que es separar lo

máximo posible dichos filamentos para conseguir una buena impregnación del material plástico.

Proceso de desaglomerado en seco de las fibras

El proceso de desaglomerado en seco de las fibras se realiza mediante aire a presión. Para este fin se ha diseñado y fabricado un útil (denominado “ciclón”) que puede observarse en la [figura 4.27](#).



Figura 4.27: Vista general del ciclón (izq.) y diseño CAD del ciclón (drcha.)

El ciclón consta de una cámara fabricada en chapa de acero inoxidable plegada y soldada en la cual se han incorporado tres tomas de aire comprimido. Dichas tomas de aire se han dispuesto de forma radial uniformemente distribuidas y a distintas alturas. El aire comprimido, al entrar en la cámara, provoca un movimiento en espiral del material depositado en dicha cámara. En la parte superior del ciclón se ha dispuesto una malla permeable al aire pero suficientemente fina ($50\ \mu\text{m}$) para no dejar pasar a la combinación plástico molturado – fibra.

Se ha determinado, mediante una serie de ensayos, que la eficiencia del proceso de desaglomerado aumenta cuando el material en la cámara tiene suficiente espacio libre para moverse por toda la cámara. La capacidad máxima de la cámara es de $7800\ \text{cm}^3$, pero, el proceso de desaglomeración, se ha realizado en lotes de material de aproximadamente 1 kg de peso para obtener los mejores resultados.

También se ha estudiado como influye el tiempo de permanencia del material en el interior del ciclón, concluyendo que, después de aproximadamente 15 minutos, no se mejora el proceso de desaglomeración.

En la [figura 4.28](#) puede apreciarse el material introducido en la cámara del ciclón antes y después del proceso de desaglomeración. Puede observarse la gran cantidad de espacio libre que existe en el interior del ciclón para que la muestra tratada se mueva libremente. El proceso de desaglomeración se hace mezclando la fibra con el material plástico molturado porque se ha comprobado que la interacción entre el plástico y las mechas de fibra aumenta la eficiencia del proceso de desaglomeración.



Figura 4.28: Mezcla polímero-fibra aglomerada (izq.) y resultado del proceso de desaglomeración (drcha.)

En la [figura 4.29](#) se muestran los resultados de aplicar el proceso de desaglomeración tanto a fibra de vidrio como a fibra de basalto.



Figura 4.29: Fibra de vidrio antes y después del proceso de desaglomeración (izq.) y fibra de basalto antes y después del proceso de desaglomeración (dcha.)

Puede apreciarse el “*crecimiento*” que experimenta la fibra debido al proceso de separación de los filamentos individuales en el interior de la mecha. Aunque el proceso de desaglomerado no es completo (pueden apreciarse trozos de mecha aún compactados), el significativo aumento de volumen de las muestras indican que el proceso, básicamente, ha conseguido el objetivo perseguido.

Validación del proceso de desaglomerado en seco

El principal problema asociado al proceso de desaglomerado en seco de la fibra es la posibilidad de que la fibra se rompa de forma incontrolada y, por lo tanto, la longitud final de la fibra no se corresponda con la que se desea estudiar. El proceso ha sido diseñado para que la fibra pueda moverse libremente en el interior de la cámara del ciclón. Al no tener restringido el movimiento, no aparecen sollicitaciones mecánicas que puedan romper las fibras durante el proceso de desaglomeración en seco. Para comprobar que, efectivamente, la rotura de la fibra asociada a este proceso es mínima se ha realizado un muestreo de la longitud de la fibra antes y después del proceso sin encontrar ninguna diferencia.

El control estricto de la longitud real de la fibra después del proceso completo de desaglomerado (tanto en seco como en fundido) se realizará al final del proceso de mezclado en fundido debido a que, teóricamente, éste proceso infringe mayor daño a la fibra debido a la tensión de cizalla asociada a la presencia del material plástico en estado

fundido y a la propia fricción de la fibra contra los distintos componentes del mezclador utilizado.

En la [tabla 4.VIII](#) se presenta el resumen del proceso de desaglomeración en seco realizado.

	Descripción	Observaciones
Objetivo	Desaglomerar las fibras utilizando el procedimiento de mezclado en seco	Hay que conseguir que, durante el proceso de desaglomerado en seco, no se produzca rotura incontrolada de las fibras de partida
Materiales de partida	Los cuatro tipos de fibras utilizados en el presente trabajo de investigación. GF _{13μ} , GF _{17μ} , BF _{13μ} , BF _{17μ} .	Se ha calculado el número de filamentos individuales que componen cada mecha de las fibras obteniendo un intervalo de 3300-4200
Materiales obtenidos	Los mismos cuatro tipos de fibras significativamente más desaglomeradas.	Aunque no es fácil medir de forma precisa el aumento de volumen experimentado por las fibras durante el proceso, se ha calculado que varía entre el 200 y 250% en función de la fibra utilizada
Procesos utilizados	Soplado de la mezcla plástico molturado – fibra aglomerada con aire a presión utilizando el utensilio diseñado y fabricado a tal efecto denominado “ <i>ciclón</i> ”	Tiempo mezclado = 15 minutos. Presión aire = 6 kg/cm ² Peso de cada lote = 1 kg
Controles efectuados	Muestreo de longitudes de fibra antes y después del proceso	El análisis exhaustivo de la longitud final de la fibra se realizará por disolución después de la etapa de mezclado en fundido

Tabla 4.VIII: Resumen del proceso de desaglomerado en seco de las fibras

4.7. PROCEDIMIENTOS PARA EL DESAGLOMERADO DE LAS FIBRAS. MEZCLADO EN FUNDIDO

El proceso de mezclado en fundido es el último procedimiento puesto a punto e implementado para garantizar la homogeneidad de los materiales compuestos que se van a desarrollar.

Aunque el proceso de mezclado en seco anteriormente descrito, consigue resultados significativos en cuanto a la desaglomeración de los haces de fibras, puede comprobarse como persisten haces de fibras aglomerados. Estos haces de fibras aglomerados provocarán que los materiales compuestos desarrollados no sean homogéneos y, previsiblemente, que se produzca un aumento de la variabilidad de los resultados obtenidos de la caracterización mecánica.

El objetivo del proceso de mezclado en fundido es conseguir el desaglomerado completo de los haces de fibras. Para conseguir este objetivo se va a utilizar un mezclador interno que nos permita fundir el material plástico y aplicar una cizalla controlada a las fibras que pretendemos desaglomerar.

El mezclador interno empleado permite utilizar una ventana de variables de proceso que aseguren el desaglomerado completo de las fibras utilizadas. Sin embargo, hay que asegurar que, durante este proceso, no se produzca degradación de ninguno de los materiales involucrados.

La degradación que se puede producir puede ser tanto térmica (de la matriz polimérica), como rotura incontrolada de la fibra que se pretende desaglomerar. Ambos tipos de degradación deben ser controladas y minimizadas. La degradación térmica de la matriz polimérica va a alterar significativamente los resultados mecánicos finales. Por otro lado, la influencia de la longitud de la fibra es una de las variables básicas que se pretende analizar en el diseño de experimentos planteado en el **Capítulo III**. Si la fibra tratada en el proceso de mezclado en fundido sufre un proceso de rotura incontrolado no será posible aislar el efecto que, sobre el comportamiento mecánico final, tiene la variable "*longitud de fibra*". Este aspecto debe ser controlado de forma rigurosa durante todo el proceso de mezclado en fundido.

El equilibrio que se pretende alcanzar entre la efectividad del desaglomerado y el daño infringido a los materiales involucrados en el proceso es bastante delicado, pero es posible conseguirlo con un control riguroso de las variables de proceso del mezclador interno.

Proceso de desaglomerado en fundido de las fibras

El proceso seguido para conseguir el desaglomerado completo de los haces de fibra se realiza en el mezclador interno Rheomix 3000. En la [figura 4.30](#) puede observarse una vista general del mezclador (izq.) y un detalle del acoplamiento de los rotores y de la cámara de mezclado (estátor, drcha.).



Figura 4.30: Mezclador interno Rheomix 3000

En la [figura 4.31](#) se muestra un ejemplo del resultado obtenido de uno de los materiales procesados.



Figura 4.31: Material resultante del proceso de mezclado en fundido

Durante el proceso de desaglomerado en fundido hay que controlar que no se produzca degradación de ninguno de los materiales involucrados en el proceso. La matriz polimérica puede degradarse en función de la combinación temperatura/tiempo a la que sea sometida. En particular habrá que controlar el proceso de mezclado de la matriz de mayor viscosidad, debido a que, a velocidad de giro constante la cizalla a la que estará sometida es mayor y, por consiguiente, mayor será el riesgo de sufrir degradación térmica. Por otra parte, la cizalla a la que es sometido el material puede romper la fibra de partida, reduciendo su tamaño promedio de forma significativa. Para evitar estos problemas hay que diseñar el proceso de mezclado de forma que se consiga, en la mayor medida posible, el objetivo buscado sin que se produzcan efectos secundarios no deseados.

Durante el proceso de mezclado en fundido se pueden controlar las siguientes variables:

- Tipo de rotores
- Velocidad de giro de los rotores
- Temperatura de mezclado
- Tiempo de mezclado

La temperatura de mezclado se ha fijado en 220°C para todas las pruebas realizadas.

La elección del tipo de rotor es fundamental para el grado de mezclado que se puede conseguir y, por consiguiente, para el grado de daño que se puede infringir a los materiales procesados. De los tres rotores de los que disponemos (roller, banbury, sigma) se han probado

los rotores tipo banbury (cizalla media) y tipo sigma (cizalla mínima). En la [figura 4.32](#) puede observarse la geometría de los rotores tipo Banbury, mientras que en la [figura 4.33](#) puede observarse la geometría de los rotores tipo Sigma.



Figura 4.32: Rotores tipo Banbury

La cizalla que el mezclador interno va a suministrar a la mezcla de material que queremos desaglomerar y homogeneizar, depende fundamentalmente del diseño geométrico del rotor elegido y, sobre todo, del volumen libre entre los rotores y el estátor. Para los rotores tipo Banbury ([figura 4.32](#)) puede observarse como la holgura entre el rotor y el estátor es pequeña y, por lo tanto, la capacidad para cizallar el material procesado es alta.

Para los rotores tipo Sigma ([figura 4.33](#)) puede observarse como la holgura rotor-estátor es significativamente mayor y, por lo tanto, la cizalla que podremos aplicar al material será menor.



Figura 4.33: Rotores tipo Sigma

Probando ambos tipos de rotores y analizando la distribución final de longitud de fibra en los materiales procesados se ha llegado a la conclusión de que es más adecuado utilizar los rotores tipo Sigma.

Una vez elegido el tipo de rotor que vamos a utilizar en el proceso de mezclado, el siguiente paso es elegir la velocidad de giro.

Lógicamente, cuanto mayor sea la velocidad de giro mayor será la cizalla a la que sometemos al material y mayor será la capacidad de mezcla y desaglomerado de las fibras. Sin embargo, también será mayor el daño infringido a los materiales procesados. Analizando la relación entre la velocidad angular de los rotores y la rotura de la fibra se ha observado que el par del motor (dato medido por el equipo) es una buena estimación de la rotura que van a experimentar las fibras. De hecho, se ha comprobado que, limitando el par máximo se puede controlar que la rotura de la fibra sea despreciable.

Para conseguir un buen proceso de mezclado, minimizando la rotura de la fibra, se ha desarrollado un proceso en dos etapas. La primera etapa se emplea en fundir la matriz plástica, a una velocidad de rotación muy reducida (10 r.p.m. para el material de alta viscosidad y 30% de fibra de refuerzo) durante cinco minutos. En la [figura 4.34](#) puede observarse una gráfica de par motor tipo, obtenida durante la primera etapa del proceso de mezclado en fundido. El par motor se ha mantenido por debajo de 7 Newton-metro.

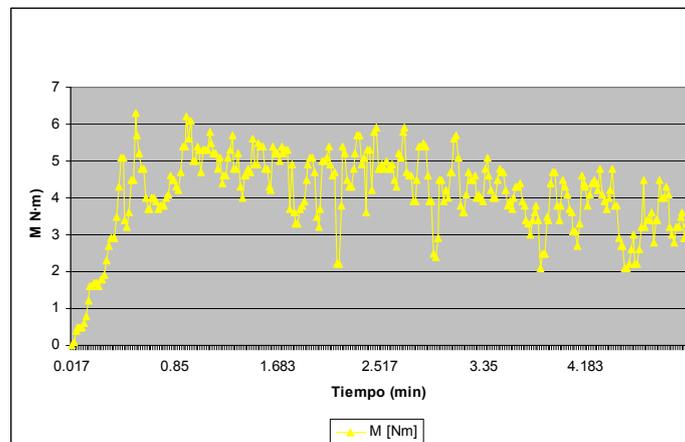


Figura 4.34: Gráfica tipo del par motor durante la primera etapa del mezclado en fundido

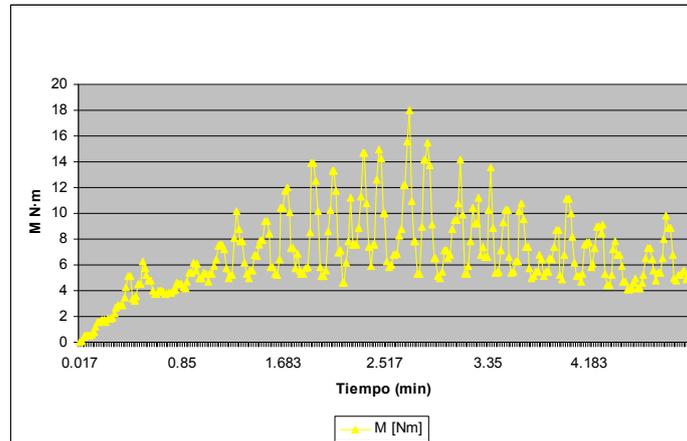


Figura 4.35: Gráfica tipo del par motor durante la segunda etapa del mezclado en fundido

Durante la segunda etapa del proceso de mezclado en fundido, para conseguir el efecto de desaglomerado perseguido, se ha aplicado una velocidad de rotación de 20 r.p.m. (para el material de alta viscosidad y 30% de fibra de refuerzo). En la [figura 4.35](#) puede observarse una gráfica de par motor tipo obtenida durante la segunda etapa del proceso de mezclado en fundido. El par motor se ha mantenido por debajo de 20 Newton-metro.

Validación del proceso de desaglomerado en fundido

Mediante las pruebas realizadas se ha comprobado que la mejor forma de garantizar que los materiales compuestos van a tener la longitud de fibra deseada, es limitando el par motor en cada una de las etapas del proceso de mezclado en fundido. Independientemente de que los materiales compuestos son distintos (tanto en viscosidad de la matriz polimérica como en tipo y porcentaje de fibra de refuerzo), la limitación del par durante las dos etapas del proceso nos garantiza obtener el resultado requerido. Utilizando la técnica de análisis descrita en el **Anexo II** (apartado 10.2.8) se ha comprobado que la longitud final de la fibra de refuerzo de cada material compuesto está en el intervalo $L_{\text{nominal}} \pm 10\%$.

En la figura 4.36 puede observarse el resultado obtenido con la mezcla de matriz polimérica BC245MO y un 20% de fibra de basalto de diámetro 17 micras (BF_{17μ.}) y longitud 6 mm.

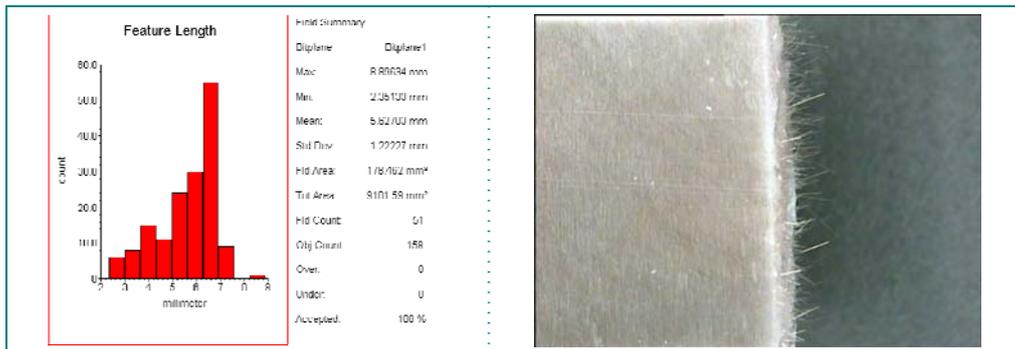


Figura 4.36: Distribución de longitudes de fibra conseguidas (izq.) y detalle de la dispersión de fibra en probeta (dcha.) tras el proceso de mezclado en fundido

Como puede apreciarse en la imagen de la izquierda, el promedio de las fibras analizadas es de 5,63 mm. En la imagen de la derecha puede apreciarse, en el corte de la probeta, como la distribución de la fibra en la matriz polimérica es bastante homogénea.

En las pruebas realizadas para poner a punto el proceso de mezclado en fundido ha podido observarse como cuando no se ha limitado el par motor en el proceso de mezcla se ha provocado rotura incontrolada de la fibra tratada. En la figura 4.37 puede observarse como el par motor más elevado ha provocado la rotura de la fibra de 6 mm a 1,12 mm.

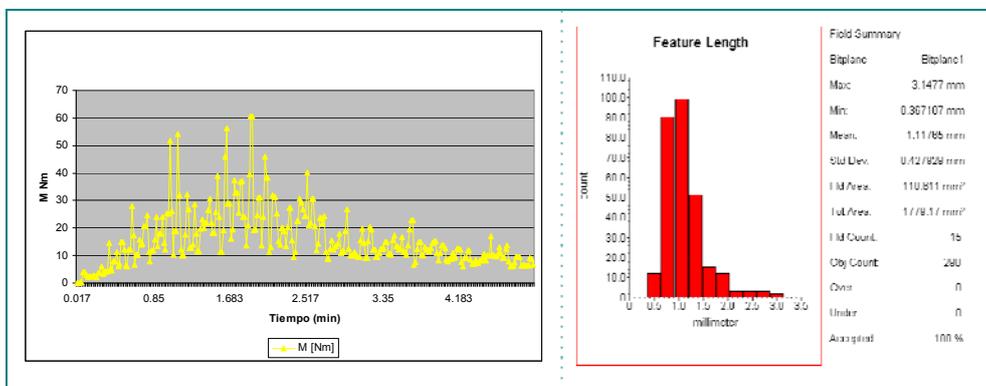


Figura 4.37: Resultados obtenidos de un proceso de mezclado en fundido sin limitación del par motor

En la [tabla 4.IX](#) se presenta el resumen del proceso de desaglomeración en fundido realizado.

	Descripción	Observaciones
Objetivo	Desaglomerar las fibras utilizando el procedimiento de mezclado en fundido	Controlar de forma rigurosa la posible degradación térmica de la matriz polimérica y la modificación en la longitud de la fibra de partida
Materiales de partida	Mezcla de material polimérico en polvo con fibras pretratadas mediante el proceso de mezclado en seco	En total se trabajará con 32 referencias de materiales
Materiales obtenidos	Mezclas homogéneas en fundido polímero-fibra de los mismos materiales de partida	Los materiales compuestos se obtendrán en fundido, para su utilización directa en el proceso de compresión
Procesos utilizados	Mezclado en fundido utilizando los rotores tipo Sigma	El proceso de mezclado se ha realizado en dos etapas: 1ª Etapa: 220 °C/5 minutos, $v_{\text{rodar}} = 10$ rpm. 2ª Etapa: 220 °C/5 minutos, $v_{\text{rodar}} = 20$ rpm.
Controles efectuados	Medida de longitudes de fibra de cada lote procesado	La posible degradación térmica de la matriz polimérica se limitará con la elección adecuada de las variables Temperatura/tiempo

Tabla 4.IX: Resumen del proceso de desaglomerado de las fibras

4.8. OBTENCIÓN DE PROBETAS DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

El último paso del proceso utilizado para fabricar y poder caracterizar los materiales compuestos desarrollados en el presente trabajo de investigación, es la obtención de probetas.

La obtención de probetas se realiza en dos etapas. En primer lugar se fabrican placas de cada uno de los materiales compuestos utilizando el proceso de compresión en prensa de platos calientes. En segundo lugar se procede a obtener las probetas normalizadas mediante el proceso de mecanizado por control numérico a partir de las placas obtenidas por compresión.

Obtención de placas mediante el proceso de compresión

La primera etapa del proceso de obtención de probetas comienza con la fabricación de placas planas de 200 x 200 mm y 4 mm de espesor. El proceso de compresión se realiza en una prensa de platos calientes. En la [figura 4.38](#) puede observarse la prensa utilizada para la fabricación de placas planas. En la prensa de platos calientes se puede controlar la temperatura de cada uno de los platos y la presión de compactación bajo la cual se consolidan las placas de los materiales compuestos desarrollados.

El material de partida con el que se fabrican las placas planas es el obtenido con el procedimiento de desaglomerado de las fibras en fundido (apartado 4.7). La masa fundida se extrae del mezclador interno y se pesa para asegurar que cada probeta tendrá el peso requerido. Cada uno de los experimentos que se desean implementar dará lugar a un material con una densidad distinta. El pesado exacto de la masa fundida es fundamental para asegurar que la probeta final tenga tanto el espesor como la densidad correcta y haya sido sometido a la presión deseada durante el proceso de compresión.



Figura 4.38: Prensa de platos calientes (izq.) y placa fabricada por compresión (dcha.)

Una vez pesada la masa se procede a introducir en el molde de compresión. En la [figura 4.39](#) puede observarse el molde diseñado y fabricado para obtener las placas planas.

Antes de introducir la masa fundida en la prensa se ha calentado el molde de compresión a 200 °C con un periodo de estabilización de 30 minutos.

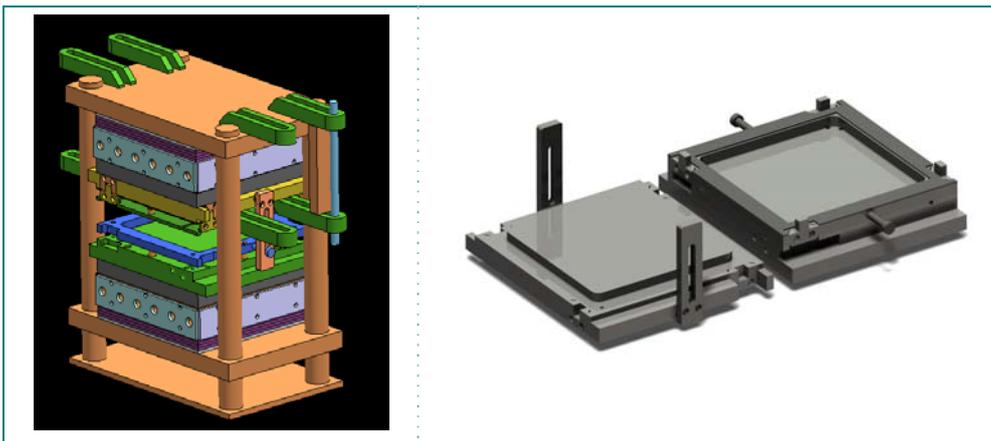


Figura 4.39: Molde de compresión para la prensa de platos calientes

La masa fundida se deposita en la parte inferior del molde de la forma más centrada posible para conseguir que la distribución de presiones durante el proceso de compresión sea homogénea.

Antes de iniciar el proceso de compresión se deja estabilizar el material fundido en el interior del molde durante 30 minutos, con una

apertura de prensa de aproximadamente 20 mm para favorecer el efecto horno. Cuando el material está completa y homogéneamente fundido se cierra la prensa a baja velocidad (40 mm/minuto), se desconectan los platos calefactados y se comienzan a refrigerar los platos con agua de red. La velocidad de enfriamiento que se consigue es de 10 °C/minuto. La presión de compactación (50 kg/cm²) se mantiene constante desde el momento del cierre inicial del molde, hasta que la temperatura de la masa fundida está por debajo de la temperatura de fusión. De esta forma se consigue compactar de forma adecuada la placa obteniendo un espesor uniforme de 4 mm.

Obtención de probetas mediante el proceso de mecanizado por control numérico

El proceso de obtención de las probetas de los materiales compuestos desarrollados concluye con el mecanizado de las placas planas obtenidas por compresión. Mediante el proceso de mecanizado por control numérico se conseguirán las probetas normalizadas necesarias para la posterior caracterización mecánica de los materiales compuestos desarrollados.

En la [figura 4.40 \(a\)](#) puede observarse el centro de mecanizado (Deckel Maho DMC 63 V) utilizado para mecanizar las probetas utilizadas en el presente trabajo de investigación.

En la [figura 4.40 \(b\)](#) puede observarse la distribución de probetas que se ha tomado en cada una de las placas planas, para su posterior mecanizado. Con el objetivo de minimizar la influencia de la posible anisotropía interna de la placa (sobre todo en los espesores y la distribución de las fibras de refuerzo) se ha optado por una distribución simétrica de probetas dentro de la placa. De esta manera se obtendrá el mismo tipo de probeta en distintas zonas de la placa, promediando de esta manera las posibles desviaciones asociadas a la potencial anisotropía que pudiera haberse producido en la fabricación de las placas planas.

En la figura 4.40 (c) puede observarse una muestra de los tres tipos de probetas necesarias para realizar la caracterización mecánica completa de los materiales compuestos desarrollados.

Los tres tipos de probetas necesarios son:

- Probetas halterio (para ensayo de módulo elástico y resistencia a rotura)
- Probetas circulares (para ensayo de Puncture Test)
- Probetas tipo barra prismática (para ensayos HDT e Izod)



Figura 4.40: Máquina utilizada para el mecanizado de probetas (a), plano de obtención de las probetas (b) y probetas normalizadas obtenidas (c)

Validación del proceso de obtención de probetas

Para asegurar que el proceso de obtención de las probetas se ha realizado correctamente y, por lo tanto, que los resultados obtenidos de la posterior caracterización mecánica sean significativos, en cada una de las placas fabricadas, se han controlado las siguientes variables:

- Espesor
- Peso (densidad)
- Porosidad

El espesor y la densidad:

En el interior del molde de compresión se introduce la masa exacta con la que se va a conformar la placa, si el espesor final es el deseado (4 mm) podremos asegurar que el proceso de compresión se ha realizado con éxito y que la placa se habrá compactada de forma adecuada, con la densidad requerida. Midiendo el espesor de todas las placas realizadas se ha comprobado que todas ellas están en el intervalo 4 ± 0.2 mm. El espesor de las probetas, obtenidas mediante mecanizado de estas placas, está dentro de las especificaciones de las normas de ensayos^{162,163,164,165,166,167}.

La porosidad:

La medida de la porosidad nos ayuda a determinar la presencia de poros en el interior de la placa y a descartar, si fuera necesario, las probetas obtenidas de las zonas en las cuales existan este tipo de defectos. Además, también nos permite estudiar la homogeneidad de la distribución de la fibra de refuerzo.

En la [figura 4.41](#) se muestra el equipo utilizado para analizar la presencia de poros.



Figura 4.41: Equipo de inspección automatizada de ultrasonidos utilizado

En la [figura 4.42](#) se muestran distintos resultados obtenidos en el análisis de distintas placas. En todas ellas puede observarse como no

existen poros apreciables, el espesor (determinado por el color) es muy uniforme (desviación inferior a dos décimas de milímetro) y no se aprecian acumulaciones significativas de fibra de refuerzo.

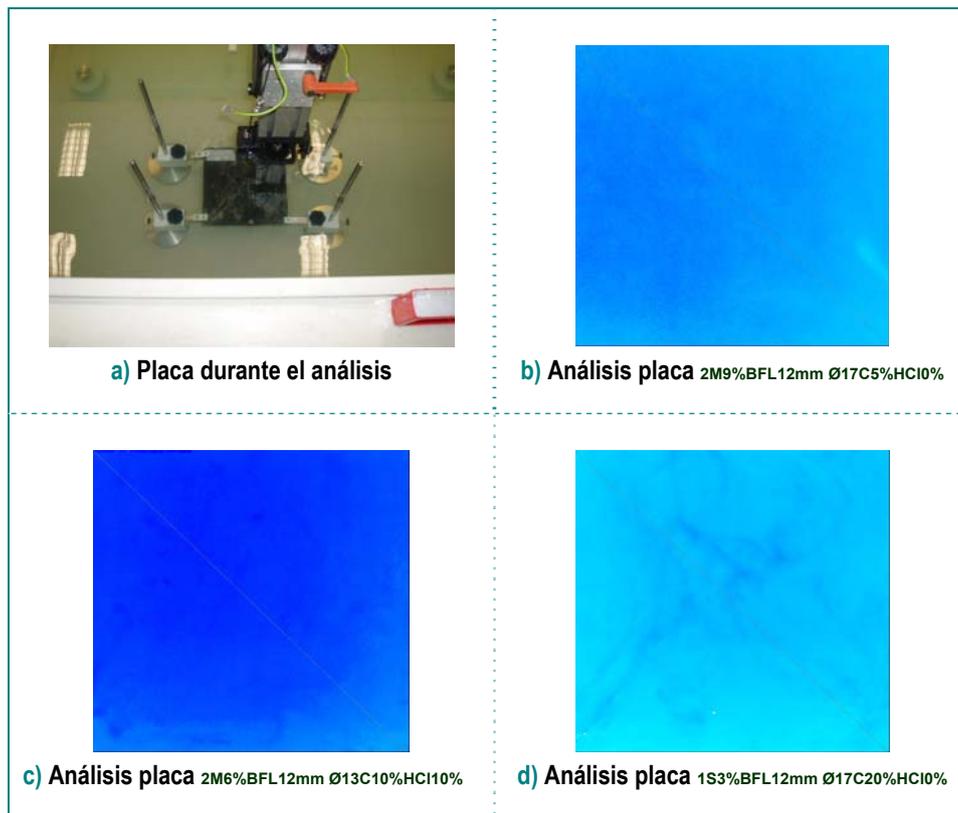


Figura 4.42: Ejemplo de resultados obtenidos del estudio de porosidad

Con las medidas de control anteriormente descritas podemos asegurar que el procesado de cada una de las placas se ha realizado de forma correcta y que no exista ningún defecto significativo asociado a la obtención de las probetas que puedan distorsionar los resultados de caracterización que se obtengan al realizar los ensayos.

En la [tabla 4.X](#) se presenta el resumen del proceso de obtención de probetas realizado.

	Descripción	Observaciones
Objetivo	Obtención de probetas mediante el proceso de compresión en prensa de platos calientes y posterior mecanizado por control numérico.	Los procesos utilizados para obtener las probetas no deben provocar defectos en las mismas, que provoquen alteraciones en las propiedades que se pretenden medir.
Materiales de partida	Mezclas en fundido de los 32 materiales compuestos preparados según el diseño de experimentos definido	Minimizar los ciclos de calentamiento-enfriamiento de los materiales, fabricando las placas de compresión inmediatamente después del proceso de mezclado en fundido.
Materiales obtenidos	Probetas tipo halterio, Puncture Test y barras prismáticas de cada uno de los 32 materiales	Las probetas obtenidas han sido lijadas para eliminar las posibles imperfecciones producidas por el proceso de mecanizado
Procesos utilizados	Compresión en prensa de platos calientes. Mecanizado en Centro DMC 63V	Prensa Polystat P200T - Temperaturas proceso: 240°C/30 min Rampa enfriamiento 10°C/min - Presión Compactación: 50 kg/cm ² DMC 63 V - recorridos: X630 Y500 Z500 v _{giro} 9000 rpm
Controles efectuados	Medida de espesores en ocho puntos de la placa. Cálculo del peso de cada placa y medida de la porosidad	Controlando la masa total introducida en el molde de compresión y los espesores finales de la placa, se puede asegurar que el proceso de compactación de la probeta ha sido el adecuado. El análisis de poros y distribución uniforme de fibra efectuados por técnica de ultrasonidos demuestra que el resultado de este proceso ha sido correcto

Tabla 4.X: Resumen del proceso de obtención de probetas por compresión

Capítulo V

5. ESTUDIO I: ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS VARIABLES DE DISEÑO DEL MATERIAL COMPUESTO

5.1. INTRODUCCIÓN

En este capítulo se determina la influencia que cada variable de diseño de los materiales compuestos tiene en las propiedades mecánicas seleccionadas.

Las propiedades mecánicas que se han elegido para realizar el estudio son: Módulo elástico a tracción a temperatura ambiente, Módulo elástico a tracción a alta temperatura (80°C), Tensión de rotura a tracción a temperatura ambiente, Temperatura de deflexión bajo carga (HDT), Energía disipada ante impacto en ensayo uniaxial (Izod con entalla a temperatura ambiente), Energía disipada ante impacto en ensayo uniaxial (Izod con entalla a -20°C) y Energía disipada ante impacto en ensayo biaxial (Puncture Test a temperatura ambiente). Estas siete propiedades mecánicas elegidas son representativas del comportamiento mecánico de los materiales compuestos al ser sometidos a las sollicitaciones mecánicas habituales en aplicaciones industriales y recogidas en los pliegos de condiciones de los sectores de interés. En el **Anexo II** se describen cada uno de los ensayos realizados.

La metodología seguida para obtener los resultados que se presentan ha sido la siguiente:

- **En primer lugar** se han elaborado, para cada tipo de fibra, los dieciséis materiales derivados del diseño de experimentos seleccionado (Tablas 5.I y 5.II). Los treinta y dos materiales elaborados se han caracterizado siguiendo los ensayos normalizados para cada una de las siete propiedades mecánicas elegidas (Tablas 5.III y 5.IV)
- **En segundo lugar**, con los resultados de la caracterización mecánica, (utilizando el programa de análisis estadístico Minitab 16), se ha realizado un estudio de las medias de los efectos principales y de la relación Señal/Ruido. Como resultado de este análisis se presentan las gráficas de efectos principales y la jerarquización de la influencia de las variables de diseño de los materiales compuestos para cada propiedad mecánica analizada. Con esta información se elegirán las “*variables vitales*”, es decir aquellas que tienen influencia significativa en la propiedad mecánica analizada. Para elegir las variables vitales y eliminar la influencia de las variables no vitales se ha considerado el siguiente criterio: se considera variable vital aquella cuyo efecto sea al menos la sexta parte del efecto de la variable más significativa¹³⁶
- **En tercer lugar** (utilizando el programa de análisis estadístico Minitab 16) se han realizado las predicciones basadas en el análisis de Taguchi, tomando todas las combinaciones posibles de los niveles de las variables vitales (análisis factorial completo). Con los valores estimados de las variables vitales, se ha realizado una regresión lineal (ajuste de mínimos cuadrados) que nos proporciona un modelo matemático de la variación de cada propiedad mecánica con las variables vitales elegidas. Al comprobar que con los modelos matemáticos lineales de determinadas propiedades no se consigue buena correlación, se han incluido términos en el ajuste hasta la tercera potencia (“*modelos de orden 3*”)

Nº	L _{GF} (mm)	%GF (%)	%func (%)	visc	TF	Ø (µm)	Act (%)	NOMENCLATURA
1	0.3	5	0	Alta	M	13	0	1M0%GFL0, 3mm Ø13C5% HCl10%
2	0.3	10	3	Alta	M	17	10	1M3%GFL0, 3mm Ø17C10% HCl10%
3	0.3	20	6	Baja	S	13	0	2S6%GFL0, 3mm Ø13C20% HCl10%
4	0.3	30	9	Baja	S	17	10	2S9%GFL0, 3mm Ø17C30% HCl10%
5	1	5	3	Baja	S	13	10	2S3%GFL1mm Ø13C5% HCl10%
6	1	10	0	Baja	S	17	0	2S0%GFL1mm Ø17C10% HCl10%
7	1	20	9	Alta	M	13	10	1M9%GFL1mm Ø13C20% HCl10%
8	1	30	6	Alta	M	17	0	1M6%GFL1mm Ø17C30% HCl10%
9	6	5	6	Alta	S	17	10	1S6%GFL6mm Ø17C5% HCl10%
10	6	10	9	Alta	S	13	0	1S9%GFL6mm Ø13C10% HCl10%
11	6	20	0	Baja	M	17	10	2M0%GFL6mm Ø17C20% HCl10%
12	6	30	3	Baja	M	13	0	2M3%GFL6mm Ø13C30% HCl10%
13	12	5	9	Baja	M	17	0	2M9%GFL12mm Ø17C5% HCl10%
14	12	10	6	Baja	M	13	10	2M6%GFL12mm Ø13C10% HCl10%
15	12	20	3	Alta	S	17	0	1S3%GFL12mm Ø17C20% HCl10%
16	12	30	0	Alta	S	13	10	1S0%GFL12mm Ø13C30% HCl10%

Tabla 5.I. Materiales compuestos con fibra de vidrio elaborados en el presente trabajo

Nº	L _{BF} (mm)	%BF (%)	%func (%)	visc	TF	Ø (µm)	Act. (%)	NOMENCLATURA
1	0.3	5	0	Alta	M	13	0	1M0%BFL0,3mm Ø13C5% HCl10%
2	0.3	10	3	Alta	M	17	10	1M3%BFL0,3mm Ø17C10% HCl10%
3	0.3	20	6	Baja	S	13	0	2S6%BFL0,3mm Ø13C20% HCl10%
4	0.3	30	9	Baja	S	17	10	2S9%BFL0,3mm Ø17C30% HCl10%
5	1	5	3	Baja	S	13	10	2S3%BFL1mm Ø13C5% HCl10%
6	1	10	0	Baja	S	17	0	2S0%BFL1mm Ø17C10% HCl10%
7	1	20	9	Alta	M	13	10	1M9%BFL1mm Ø13C20% HCl10%
8	1	30	6	Alta	M	17	0	1M6%BFL1mm Ø17C30% HCl10%
9	6	5	6	Alta	S	17	10	1S6%BFL6mm Ø17C5% HCl10%
10	6	10	9	Alta	S	13	0	1S9%BFL6mm Ø13C10% HCl10%
11	6	20	0	Baja	M	17	10	2M0%BFL6mm Ø17C20% HCl10%
12	6	30	3	Baja	M	13	0	2M3%BFL6mm Ø13C30% HCl10%
13	12	5	9	Baja	M	17	0	2M9%BFL12mm Ø17C5% HCl10%
14	12	10	6	Baja	M	13	10	2M6%BFL12mm Ø13C10% HCl10%
15	12	20	3	Alta	S	17	0	1S3%BFL12mm Ø17C20% HCl10%
16	12	30	0	Alta	S	13	10	1S0%BFL12mm Ø13C30% HCl10%

Tabla 5.II. Materiales compuestos con fibra de basalto elaborados en el presente trabajo

Junto a las siete propiedades mecánicas analizadas, se estudia también la densidad obtenida de cada uno de los materiales compuestos

estudiados para poder determinar las propiedades mecánicas específicas.

Para cada propiedad mecánica analizada en la investigación se presentan:

1. Gráficas con el análisis de los efectos principales de cada variable de diseño
2. Gráfico de barras para jerarquizar las variables de diseño
3. Tabla con datos numéricos de efectos principales por variable/nivel
4. Modelo lineal y de orden 3 con las predicciones de las variables vitales, ajustados mediante mínimos cuadrados
5. Gráficas representativas del modelo obtenido para cada propiedad mecánica basándonos en los datos de la predicción de Taguchi para cada tipo de fibra
6. Gráficas comparativas entre los resultados obtenidos con la fibra de vidrio y la fibra de basalto utilizando los datos experimentales
7. Tabla con las predicciones de Taguchi considerando únicamente las variables vitales

Aunque, para cada una de las propiedades mecánicas analizadas, se han extraído conclusiones que se presentan en este capítulo, además se ha realizado, en el **Capítulo VII**, una síntesis de todas las conclusiones agrupadas en dos tablas ([tablas 7.I y 7.II](#)).

Para la primera propiedad mecánica analizada (módulo elástico en tracción a temperatura ambiente) se explicará pormenorizadamente el significado de cada una de las gráficas y tablas para su correcta interpretación. Para el resto de las propiedades, al ser la exposición idéntica, nos limitaremos a mostrar los resultados y las conclusiones generales.

N°	L _{GF} [mm]	%GF [%]	%f _{unc} [%]	visc	TF	Ø [µm]	Act. [%]	E [MPa]	E (80°C) [MPa]	σ _{rotura} [MPa]	HDT [°C]	Izod entalla T _{ambiente} [KJ/m ²]	Izod entalla (-20°C) [KJ/m ²]	Puncture T _{ambiente} [J]	Densidad [gr/cm ³]
1	0.3	5%	0%	Alta	M	13.0	0%	1600.0	498.7	36.5	58.3	4.7	3.4	13.4	0.893
2	0.3	10%	3%	Alta	M	17.0	10%	1773.3	706.0	38.0	60.7	3.2	3.3	10.7	0.966
3	0.3	20%	6%	Baja	S	13.0	0%	2673.3	1473.3	33.4	80.8	1.4	1.5	4.7	1.035
4	0.3	30%	9%	Baja	S	17.0	10%	2910.0	1316.7	34.9	102.6	2.0	1.8	3.3	1.115
5	1.0	5%	3%	Baja	S	13.0	10%	2240.0	890.0	35.8	86.7	1.5	1.7	3.1	0.935
6	1.0	10%	0%	Baja	S	17.0	0%	2286.7	1000.3	36.4	99.8	3.4	2.9	3.7	0.967
7	1.0	20%	9%	Alta	M	13.0	10%	2736.7	1523.3	32.9	128.8	4.7	4.3	7.4	1.036
8	1.0	30%	6%	Alta	M	17.0	0%	4076.7	1910.0	38.6	150.3	7.7	6.5	10.1	1.113
9	6.0	5%	6%	Alta	S	17.0	10%	4923.3	766.7	37.5	65.8	2.5	2.8	6.1	0.931
10	6.0	10%	9%	Alta	S	13.0	0%	2330.0	1001.0	36.1	118.4	4.0	4.2	6.7	0.954
11	6.0	20%	0%	Baja	M	17.0	10%	3360.0	1903.3	47.0	148.4	4.6	5.8	4.1	1.031
12	6.0	30%	3%	Baja	M	13.0	0%	3730.0	1850.0	51.2	143.4	8.5	11.7	6.4	1.100
13	12.0	5%	9%	Baja	M	17.0	0%	2103.3	761.3	33.8	77.6	2.0	2.9	2.6	0.935
14	12.0	10%	6%	Baja	M	13.0	10%	2580.0	1146.7	42.4	140.7	2.7	3.7	3.9	0.960
15	12.0	20%	3%	Alta	S	17.0	0%	2986.7	1680.0	51.3	131.2	6.0	7.6	8.5	1.032
16	12.0	30%	0%	Alta	S	13.0	10%	4003.3	2390.0	42.5	142.7	9.3	11.0	8.3	1.113
MEDIA															
2707,1 1301,1 39,3 108,5 4,3 4,7 6,4 1,0073															

Tabla 5.III: Resultados obtenidos para los compuestos de fibra de vidrio

Nº	L _{BF} [mm]	% _{BF} [%]	% _{func} [%]	visc	TF	Ø [µm]	Act. [%]	E [MPa]	E (80°C) [MPa]	σ rotura [MPa]	HDT [°C]	Izod entalla T _{ambiente} [KJ/m ²]	Izod entalla (-20°C) [KJ/m ²]	Puncture T _{ambiente} [J]	Densidad [gr/cm ³]
1	0.3	5%	0%	Alta	M	13.0	0%	1620.0	727.0	35.1	60.3	4.4	3.4	13.2	0.934
2	0.3	10%	3%	Alta	M	17.0	10%	1960.0	716.3	38.9	62.0	3.9	2.8	11.3	0.965
3	0.3	20%	6%	Baja	S	13.0	0%	2330.0	1086.7	34.3	69.4	1.4	1.4	4.9	1.030
4	0.3	30%	9%	Baja	S	17.0	10%	2553.3	1416.7	36.1	89.6	1.9	1.9	4.6	1.106
5	1.0	5%	3%	Baja	S	13.0	10%	1790.0	995.7	38.2	82.7	1.6	1.7	3.1	0.933
6	1.0	10%	0%	Baja	S	17.0	0%	2553.3	1283.3	35.5	92.5	2.9	3.3	4.3	0.970
7	1.0	20%	9%	Alta	M	13.0	10%	2690.0	1203.7	34.3	97.2	4.9	4.8	8.8	1.036
8	1.0	30%	6%	Alta	M	17.0	0%	3206.7	2196.7	41.3	146.6	8.4	7.1	12.7	1.132
9	6.0	5%	6%	Alta	S	17.0	10%	1566.7	774.3	33.2	95.3	2.5	3.3	5.8	0.933
10	6.0	10%	9%	Alta	S	13.0	0%	2166.7	1002.3	39.0	146.9	3.5	4.6	8.0	0.960
11	6.0	20%	0%	Baja	M	17.0	10%	3073.3	2176.7	46.5	150.9	4.3	5.3	6.9	1.027
12	6.0	30%	3%	Baja	M	13.0	0%	3750.0	2400.0	41.3	137.5	7.5	9.1	6.4	1.096
13	12.0	5%	9%	Baja	M	17.0	0%	2030.0	969.7	36.9	110.8	2.5	2.9	6.3	0.928
14	12.0	10%	6%	Baja	M	13.0	10%	2416.7	1446.7	36.1	138.4	3.5	5.4	7.0	0.968
15	12.0	20%	3%	Alta	S	17.0	0%	2710.0	1570.0	44.5	148.6	6.1	8.2	9.5	1.031
16	12.0	30%	0%	Alta	S	13.0	10%	3556.7	2450.0	43.9	147.9	5.4	7.9	6.8	1.103
MEDIA															
2498,3 1401,0 38,4 111,0 4,0 4,6 7,5 1,0095															

Tabla 5.IV: Resultados obtenidos para los compuestos de fibra de basalto

5.2. ANÁLISIS DEL MÓDULO ELÁSTICO A TEMPERATURA AMBIENTE

A continuación se muestran los resultados obtenidos para el módulo elástico a tracción a temperatura ambiente.

5.2.1. Compuestos de Fibra de Vidrio

En la [figura 5.1](#) puede observarse, para los compuestos de fibra de vidrio, la contribución individual de cada variable de diseño del material compuesto a la rigidez del material a temperatura ambiente representada por el módulo elástico a tracción.

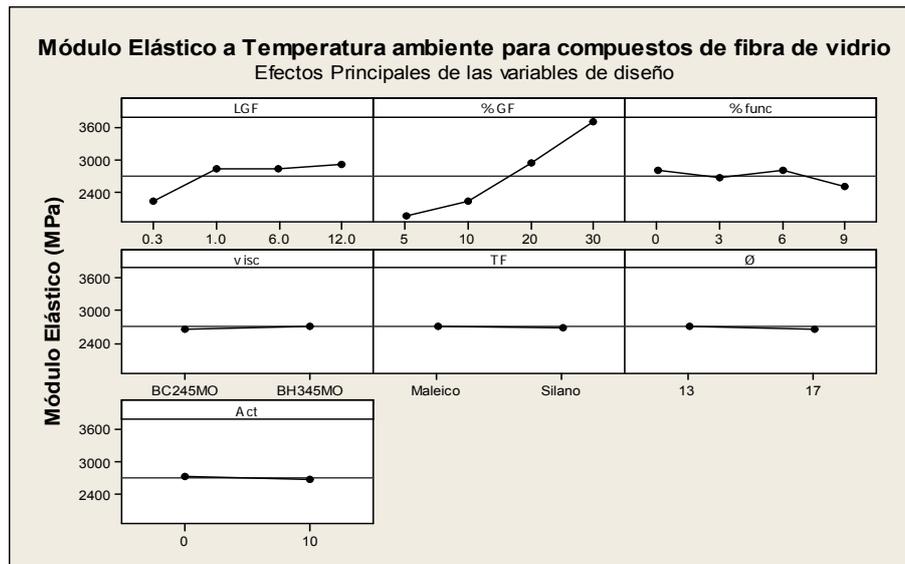


Figura 5.1: Contribución individual de cada variable de diseño al Módulo Elástico a $T^a_{ambiente}$ para compuestos de fibra de vidrio

La interpretación de las gráficas anteriores es la siguiente:

El valor medio del módulo de todos los experimentos viene marcado por una línea horizontal (línea base, en el caso analizado corresponde a 2707 MPa). Respecto a esta media se pueden analizar, para cada variable, los efectos de cada nivel.

Así, por ejemplo, en la gráfica correspondiente a la longitud de la fibra (LGF, gráfica superior izquierda) podemos apreciar que el valor promedio del módulo de los experimentos en los cuales la longitud de fibra es de 0.3 mm ha sido 2239 MPa, es decir una reducción de 468

MPa respecto de la media. De la misma manera podemos apreciar que para la longitud de fibra de 1 mm el valor promedio del módulo está ligeramente por encima de la media (2835 MPa) y por lo tanto hay un aumento de 128 MPa respecto a la media. De la misma manera podemos estudiar el efecto asociado a cada variable/nivel.

Analizando el comportamiento de las distintas variables podemos agruparlas en dos tipos:

- **VARIABLES VITALES:** son aquellas que tienen un efecto significativo en la propiedad mecánica analizada. En las gráficas se identifican porque, en función del nivel de la variable, la diferencia del valor de la propiedad con la línea promedio es importante. En el caso analizado, las variables vitales son, por este orden, la concentración de la fibra (%GF), la longitud de la fibra (LGF) y el porcentaje de funcionalizante de la matriz polimérica (%func).
- **VARIABLES NO VITALES:** son aquellas que no tienen una influencia significativa en la propiedad mecánica analizada. En las gráficas se identifican fácilmente porque presentan un comportamiento prácticamente plano alrededor de la línea base. En el caso analizado, las variables no vitales son la viscosidad (**visc**), el tipo de funcionalizante (**TF**), el diámetro de la fibra (\emptyset) y el grado de activación (**Act**).

Por otro lado, las variables vitales las podemos clasificar en tres tipos: “*progresivas*”, “*saturadas*” y “*singulares*”.

Denominaremos variables progresivas a aquellas en las que un aumento/disminución del nivel provoca un aumento/disminución significativo de la respuesta (propiedad mecánica analizada). En el caso de estudio este tipo de variables sería la concentración de la fibra (%GF).

Denominaremos variables saturadas a aquellas en las cuales, a partir de un determinado valor (valor de saturación), un aumento del nivel de la variable no provoca un aumento significativo de la respuesta. En el caso de estudio este tipo de variables sería la longitud de la fibra (LGF).

Denominaremos variables singulares a aquellas en las cuales no exista una relación directa entre el aumento del nivel de la variable y la respuesta. Es decir, la respuesta oscila a ambos lados de la línea base sin ninguna tendencia clara. En el caso de estudio este tipo de variables sería la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica (%func).

En la [figura 5.2](#) puede observarse el resultado de un tratamiento más pormenorizado de los resultados presentados en la [figura 5.1](#), en particular, de los incrementos o decrementos (“*deltas*”) que se producen en la respuesta al variar los niveles de cada variable. En la gráfica de dicha figura puede apreciarse el efecto de cada variable y deducirse, fácilmente, la importancia relativa de cada una (jerarquización de las variables de diseño). En el caso que nos ocupa, la variable vital que más efecto tiene es la concentración de la fibra (%GF), a continuación la longitud de la fibra (LGF) y, finalmente, la concentración del funcionalizante de la matriz polimérica (%func).

Se ha asignado el siguiente código de colores:

	Δ_{12} Efecto asociado al pasar una variable de nivel 1 a nivel 2
	Δ_{23} Efecto asociado al pasar una variable de nivel 2 a nivel 3
	Δ_{34} Efecto asociado al pasar una variable de nivel 3 a nivel 4

En la tabla que acompaña a la gráfica se presentan los resultados numéricos utilizados. Para cada variable se han calculado los “*deltas*” tanto en valor absoluto como en valor relativo (respecto a la línea base). En la primera fila de la tabla se presenta el “*orden*” de importancia de cada variable, es decir la jerarquización. Para el caso que nos ocupa, la variable más influyente (1) es la concentración de la fibra de vidrio (%GF). La variable menos influyente (7) es el tipo de funcionalizante (TF). Las variables vitales aparecen sombreadas en color verde, mientras que las variables no vitales se han sombreado en color azul.

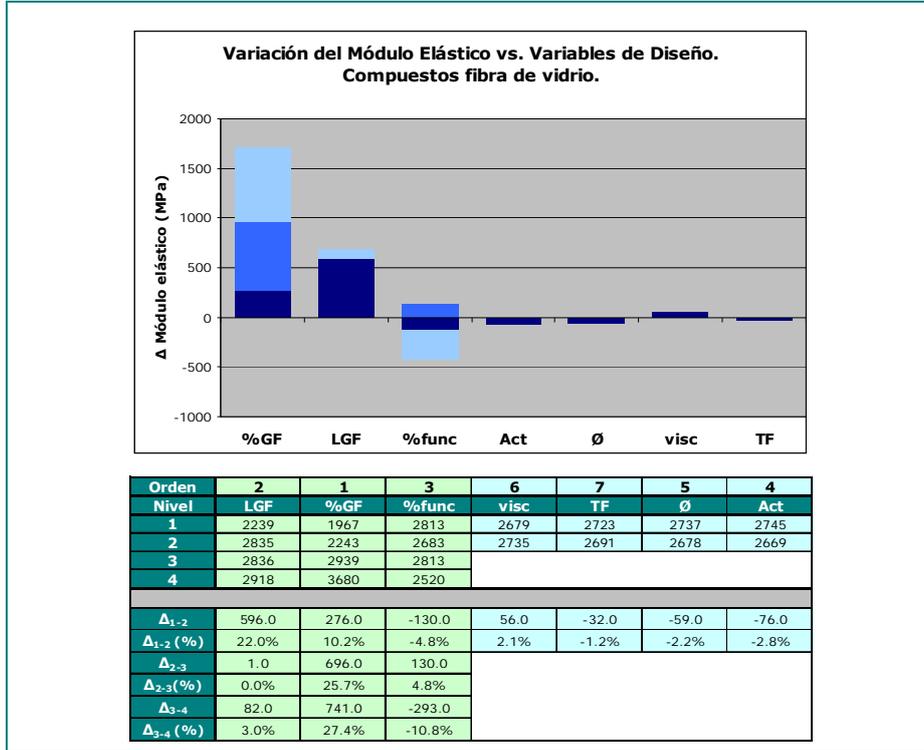


Figura 5.2: Jerarquización de variables de diseño para el Módulo Elástico a $T^a_{ambiente}$ en materiales compuestos de fibra de vidrio

Modelo lineal del módulo elástico a tracción ($T^a_{ambiente}$) para compuestos de fibra de vidrio

Con las tres variables vitales elegidas (concentración de fibra, longitud de fibra y porcentaje de funcionalizante) se han generado las predicciones basadas en el modelo de Taguchi para todas las combinaciones posibles de variables vitales/niveles (sesenta y cuatro casos en total). Las predicciones se realizan sumando al valor promedio los incrementos (positivos o negativos) de cada variable/nivel respecto a la línea base. En la [tabla 5.V](#) se presentan los resultados obtenidos al aplicar el procedimiento de cálculo de valores anteriormente descrito.

Con los valores obtenidos se ha realizado una regresión (mínimos cuadrados) para obtener el modelo lineal que mejor se ajusta a los resultados obtenidos:

$$E_{GF T^a_{amb}} \text{ (MPa)} = 1515 + 69.1 \cdot \%GF + 37.5 \cdot L_{GF} - 24.9 \cdot \%func$$

Para una mejor interpretación de estos resultados, en la [figura 5.3](#) se han graficado, a partir del modelo anterior, cuatro casos representativos. Puede observarse la variación del módulo elástico (tanto absoluto como específico) en función de la concentración de la fibra de refuerzo para distintos valores de longitud de fibra y dos situaciones extremas de funcionalización de la matriz polimérica.

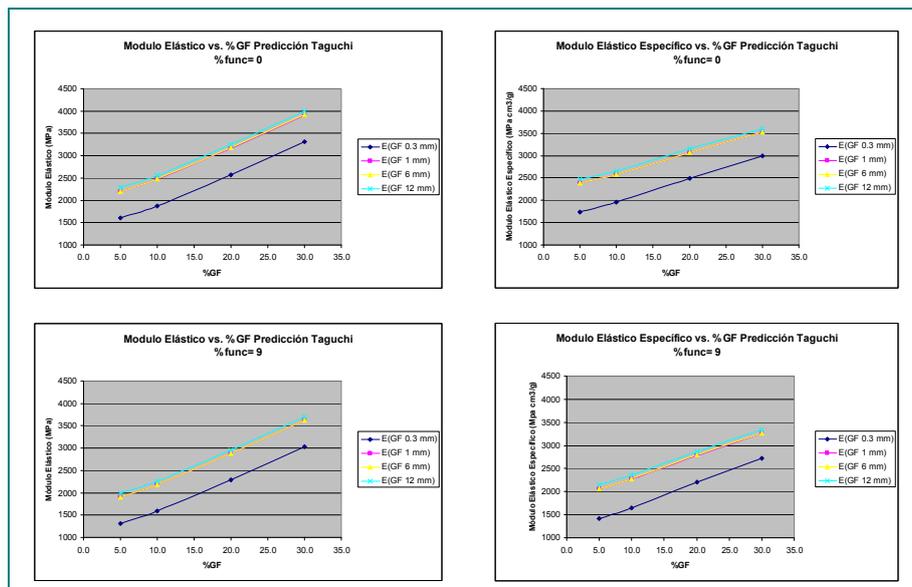


Figura 5.3: Predicciones para el módulo elástico a $T^a_{ambiente}$ en compuestos reforzados con fibra de vidrio

5.2.2. Compuestos de Fibra de Basalto

En la [figura 5.4](#) puede observarse, para los compuestos de fibra de basalto, la contribución individual de cada variable de diseño del material compuesto a la rigidez del material a temperatura ambiente representada por el módulo elástico a tracción. El valor de la línea base, en este caso, es de 2498 MPa.

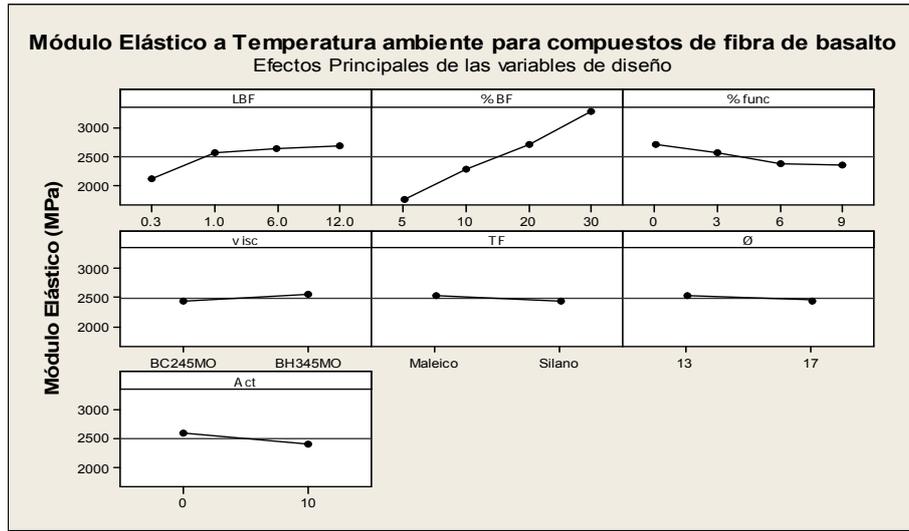


Figura 5.4: Contribución individual de cada variable de diseño al Módulo Elástico a $T^a_{ambiente}$ para compuestos de fibra de basalto

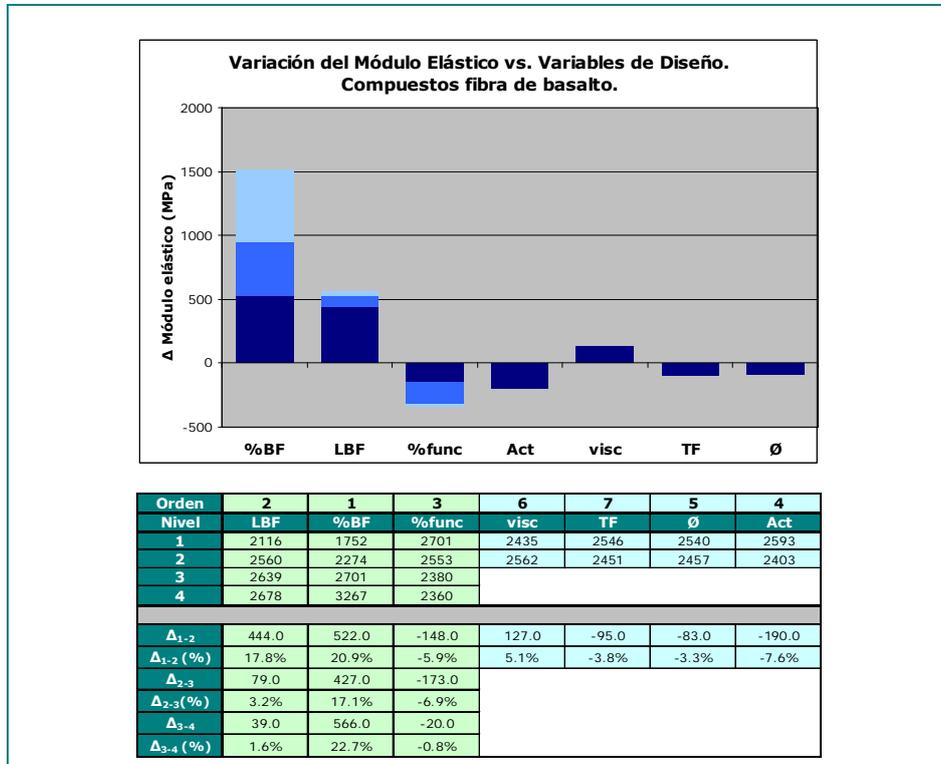


Figura 5.5: Jerarquización de variables para el Módulo Elástico a $T^a_{ambiente}$ para compuestos de fibra de basalto

En la [figura 5.5](#) puede observarse la jerarquización de la influencia de las variables de diseño de los materiales compuestos reforzados con fibra de basalto en el módulo elástico a tracción (temperatura ambiente). Se comprueba que los resultados son semejantes a los obtenidos con la fibra de vidrio.

Modelo lineal del módulo elástico a tracción ($T^a_{ambiente}$) para compuestos de fibra de basalto

De igual forma que en el caso anterior se ha calculado el modelo lineal:

$$E_{BF_T^a_{amb}} \text{ (MPa)} = 1585 + 57.3 \cdot \%BF + 33.6 \cdot L_{BF} - 39.8 \cdot \%func$$

En la [figura 5.6](#) se han graficado cuatro casos representativos, derivados del modelo lineal anterior.

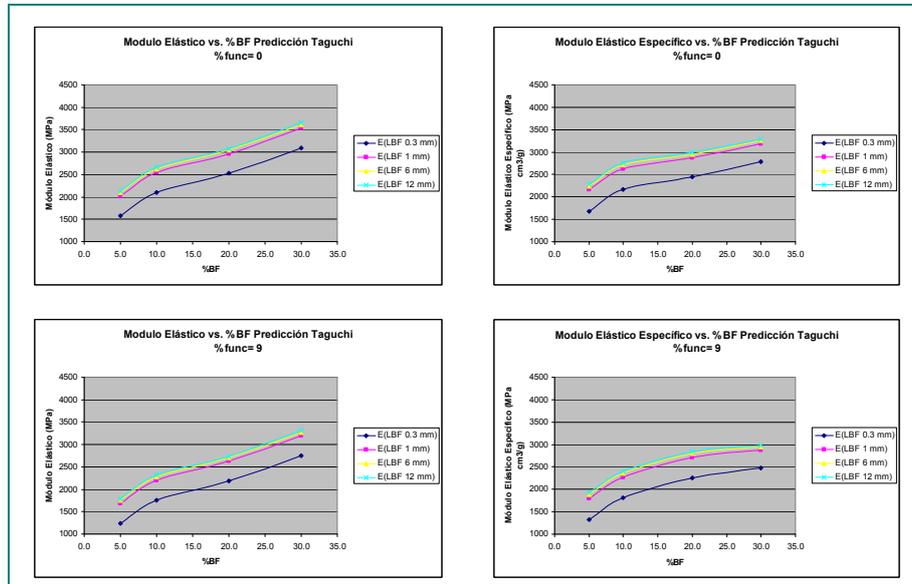


Figura 5.6: Predicciones para el módulo elástico a $T^a_{ambiente}$ en compuestos reforzados con fibra de basalto

5.2.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto

En el desarrollo del presente trabajo de investigación se ha realizado un tratamiento completamente paralelo a la fibra de vidrio y a la fibra de basalto. El diseño de experimentos elegido e implementado para estudiar ambos casos ha sido exactamente el mismo y, por lo tanto, se pueden comparar fácilmente tanto los datos reales (muestras ensayadas) como las predicciones efectuadas por el procedimiento de Taguchi para cada uno de los tipos de fibra.

En la figura 5.7 se presentan la comparación entre los resultados reales (obtenidos de los 16 experimentos implementados) del módulo elástico para los compuestos de vidrio y basalto.

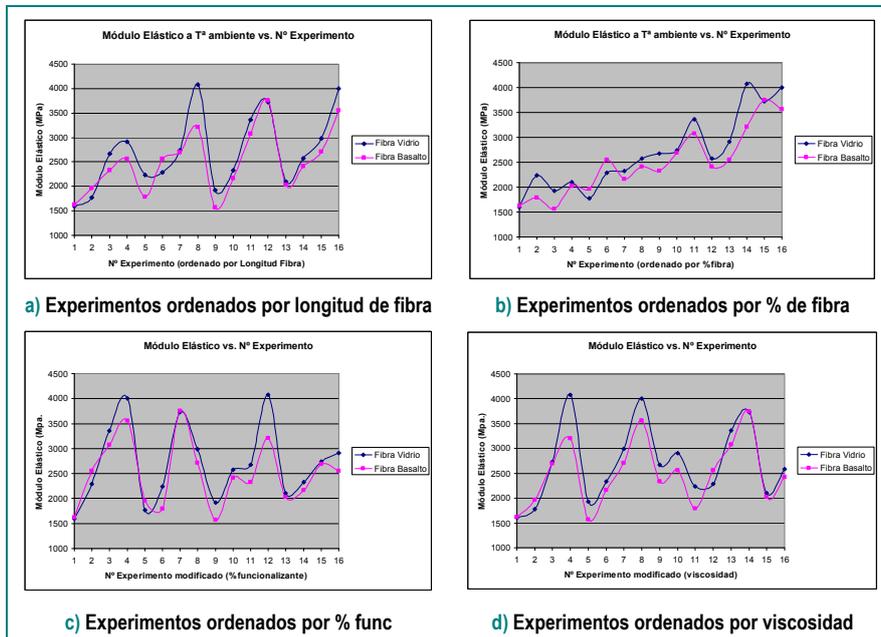


Figura 5.7: Comparación de los módulos elásticos en tracción (T^a ambiente) entre compuestos de fibra de vidrio y basalto

En la gráfica superior izquierda (figura 5.7 (a)) se presentan los resultados ordenados por longitud de fibra, es decir, los resultados 1-4 corresponden a la longitud de fibra de 0.3 mm, los resultados 4-8 corresponden a la longitud de fibra de 1 mm, los resultados 8-12 corresponden a la longitud de fibra de 6 mm y los resultados 12-16 corresponden a la longitud de fibra de 12 mm.

En la grafica superior derecha ([figura 5.7 \(b\)](#)) se presentan los resultados ordenados por la concentración de fibra, es decir, los resultados 1-4 corresponden con la concentración del 5%, los resultados 4-8 corresponden con la concentración del 10 %, los resultados 8-12 corresponden con la concentración del 20% y los resultados 12-16 corresponden con la concentración del 30%.

Esta forma de presentar los resultados, modificando el orden de los experimentos en función de las distintas variables, nos permite estudiar la existencia de tendencias de comportamiento diferentes para los dos tipos de fibras analizadas. Como puede apreciarse en las gráficas, aunque existen lógicas diferencias puntuales entre los valores obtenidos en cada experimento para cada tipo de fibra, no se aprecian diferencias de tendencias de comportamiento en la propiedad mecánica analizada.

En la gráfica ordenada por longitud de fibra ([figura 5.7 \(a\)](#)) puede observarse el efecto de aumento del módulo al aumentar la longitud de fibra. En la gráfica ordenada por concentración de fibra ([figura 5.7 \(b\)](#)) puede apreciarse el aumento progresivo del módulo elástico a temperatura ambiente al aumentar el porcentaje de fibra de refuerzo.

En la gráfica ordenada por concentración de funcionalizante ([figura 5.7 \(c\)](#)) puede observarse una mínima tendencia en el descenso del módulo cuando la cantidad de funcionalizante aumenta. En la gráfica ordenada por viscosidad de la matriz polimérica ([figura 5.7 \(d\)](#)) puede apreciarse que no existe ninguna tendencia clara de variación del módulo elástico con dicha variable.

Para concluir el estudio sobre el módulo elástico en tracción a T_{ambiente}^a , en la [figura 5.8](#) se presenta una comparativa entre los dos tipos de materiales compuestos.

Para mostrar una única curva significativa del comportamiento de cada tipo de fibra frente a la propiedad mecánica estudiada se ha calculado el promedio de la propiedad respecto a la longitud de fibra (representado por L^*). Este mismo estudio se realizará para todas las propiedades mecánicas analizadas.

En la figura se representa únicamente el caso de concentración de funcionalizante de la matriz polimérica igual a cero. Para el resto de los casos el comportamiento es muy similar.

Como puede apreciarse en la gráfica no existen diferencias significativas de comportamiento entre los dos tipos de fibras.

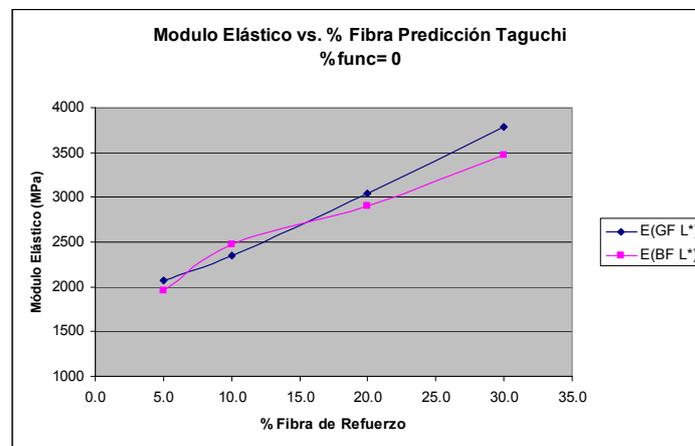


Figura 5.8: Comparativa del módulo elástico a $T^a_{ambiente}$ en compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto

	L Fibra (mm)	%Fibra	%func	E(GF) _{Tambiente}	E(ρ(GF)) _{Tambiente}	E(BF) _{Tambiente}	E(ρ (BF)) _{Tambiente}
1	0.3	5	0	1604.2	1736.1	1571.7	1700.9
2	0.3	5	3	1474.2	1595.4	1423.3	1540.4
3	0.3	5	6	1605.0	1737.0	1250.8	1353.7
4	0.3	5	9	1311.7	1419.6	1230.8	1332.1
5	0.3	10	0	1880.0	1954.3	2094.2	2176.9
6	0.3	10	3	1750.0	1819.1	1945.8	2022.7
7	0.3	10	6	1680.8	1955.1	1773.3	1843.4
8	0.3	10	9	1567.5	1650.2	1753.3	1822.6
9	0.3	20	0	2576.7	2491.9	2520.8	2437.9
10	0.3	20	3	2446.7	2366.2	2372.5	2294.5
11	0.3	20	6	2577.5	2492.7	2200.0	2127.7
12	0.3	20	9	2284.2	2209.1	2180.0	2108.3
13	0.3	30	0	3317.5	2988.7	3086.7	2780.8
14	0.3	30	3	3187.5	2871.6	2938.3	2647.1
15	0.3	30	6	3318.3	2989.5	2765.8	2491.7
16	0.3	30	9	3025.0	2725.2	2745.8	2473.7
17	1	5	0	2200.0	2381.0	2015.8	2181.6
18	1	5	3	2070.0	2240.3	1867.5	2021.1
19	1	5	6	2200.8	2381.9	1695.0	1834.4
20	1	5	9	1907.5	2064.4	1675.0	1812.8
21	1	10	0	2475.8	2573.6	2538.3	2638.6
22	1	10	3	2345.8	2438.5	2390.0	2484.4
23	1	10	6	2476.7	2574.5	2217.5	2305.1
24	1	10	9	2183.3	2269.6	2197.5	2284.3
25	1	20	0	3172.5	3068.2	2965.0	2867.5
26	1	20	3	3042.5	2942.5	2816.7	2724.0
27	1	20	6	3173.3	3069.0	2644.2	2557.2
28	1	20	9	2880.0	2785.3	2624.2	2537.9
29	1	30	0	3913.3	3525.5	3530.8	3180.9
30	1	30	3	3783.3	3408.4	3382.5	3047.3
31	1	30	6	3914.2	3526.3	3210.0	2891.9
32	1	30	9	3620.8	3262.0	3190.0	2873.9
33	6	5	0	2200.8	2381.9	2095.0	2267.3
34	6	5	3	2070.8	2241.2	1946.7	2106.8
35	6	5	6	2201.7	2382.8	1774.2	1920.1
36	6	5	9	1908.3	2065.3	1754.2	1898.4
37	6	10	0	2476.7	2574.5	2617.5	2720.9
38	6	10	3	2346.7	2439.4	2469.2	2566.7
39	6	10	6	2477.5	2575.4	2296.7	2387.4
40	6	10	9	2184.2	2270.4	2276.7	2366.6
41	6	20	0	3173.3	3069.0	3044.2	2944.1
42	6	20	3	3043.3	2943.3	2895.8	2800.6
43	6	20	6	3174.2	3069.8	2723.3	2633.8
44	6	20	9	2880.8	2786.1	2703.3	2614.4
45	6	30	0	3914.2	3526.3	3610.0	3252.3
46	6	30	3	3784.2	3409.2	3461.7	3118.6
47	6	30	6	3915.0	3527.0	3289.2	2963.2
48	6	30	9	3621.7	3262.8	3269.2	2945.2
49	12	5	0	2283.3	2471.1	2134.2	2309.7
50	12	5	3	2153.3	2330.4	1985.8	2149.2
51	12	5	6	2284.2	2472.0	1813.3	1962.5
52	12	5	9	1990.8	2154.6	1793.3	1940.8
53	12	10	0	2559.2	2660.3	2656.7	2761.6
54	12	10	3	2429.2	2525.1	2508.3	2607.4
55	12	10	6	2560.0	2661.1	2335.8	2428.1
56	12	10	9	2286.7	2356.2	2315.8	2407.3
57	12	20	0	3255.8	3148.8	3083.3	2981.9
58	12	20	3	3125.8	3023.0	2935.0	2838.5
59	12	20	6	3256.7	3149.6	2762.5	2671.7
60	12	20	9	2963.3	2865.9	2742.5	2652.3
61	12	30	0	3996.7	3600.6	3649.2	3287.5
62	12	30	3	3866.7	3483.5	3500.8	3153.9
63	12	30	6	3997.5	3601.4	3328.3	2998.5
64	12	30	9	3704.2	3337.1	3308.3	2980.5

Tabla 5.V: Predicciones obtenidas para el módulo elástico a tracción ($T^a_{ambiente}$) utilizando el método de Taguchi

5.2.4. Conclusiones para el módulo elástico a tracción a temperatura ambiente

Las principales conclusiones que pueden extraerse del análisis de los resultados obtenidos para el módulo elástico a temperatura ambiente de materiales compuestos reforzados con fibras de vidrio/basalto son las siguientes:

- No existe diferencia significativa entre utilizar fibra de vidrio y fibra de basalto para la fabricación de los materiales compuestos. Los resultados obtenidos con la fibra de vidrio son ligeramente superiores (6.79% en promedio) a los homólogos obtenidos con fibra de basalto
- Las variables vitales (para ambos tipos de fibra) son, por orden de importancia, la concentración de la fibra, la longitud de la fibra y el grado de funcionalización de la matriz polimérica. El resto de las variables analizadas (viscosidad de la matriz polimérica, tipo de funcionalizante, diámetro y grado de activación de la fibra) tienen una incidencia muy baja y pueden eliminarse del estudio
- El módulo elástico en tracción (T^a_{ambiente}) aumenta de manera casi lineal con la concentración de la fibra. El comportamiento con la longitud de la fibra presenta un fenómeno de saturación para valores relativamente bajos de longitud de fibra (~1mm). Respecto al grado de funcionalización de la matriz polimérica puede observarse que el efecto de añadir funcionalizante se vuelve perjudicial por encima del 6%

5.3. ANÁLISIS DEL MÓDULO ELÁSTICO A ALTA TEMPERATURA

A continuación se muestran los resultados obtenidos para el módulo elástico en tracción a alta temperatura (80°C), y se realiza un estudio análogo al del apartado anterior.

5.3.1. Compuestos de Fibra de Vidrio

Como puede apreciarse en la [figura 5.9](#) el valor de la línea base, en este caso, es de 1301 MPa.

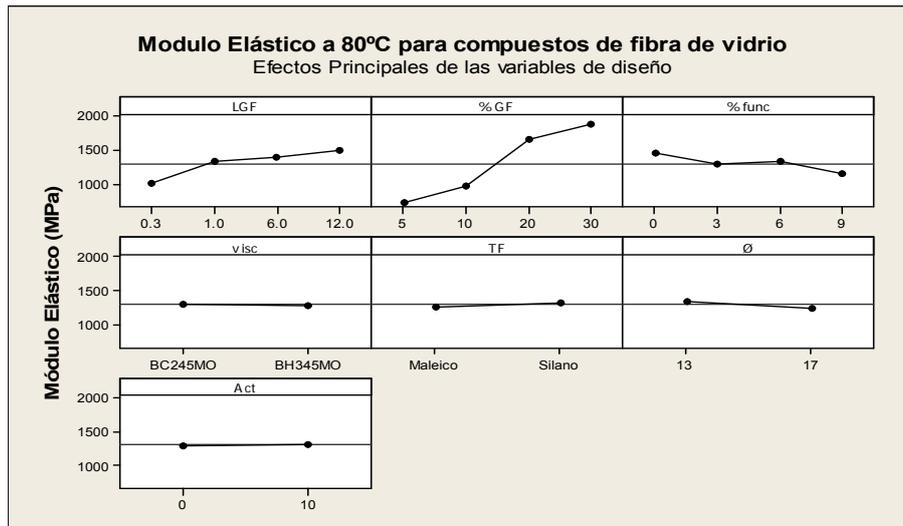


Figura 5.9: Contribución individual de cada variable de diseño al Módulo Elástico a 80°C para compuestos de fibra de vidrio

Analizando la [figura 5.10](#) se deduce que las variables vitales son, por orden de influencia, la concentración de la fibra (%GF), la longitud de la fibra (L_{GF}) y la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica (%func).

El comportamiento de las variables vitales es el mismo que para el caso del módulo elástico en tracción a $T^a_{ambiente}$. La concentración de fibra presenta un comportamiento progresivo, la longitud de fibra presenta un comportamiento saturado y la concentración de funcionalizante del matriz polimérica presenta un comportamiento singular.

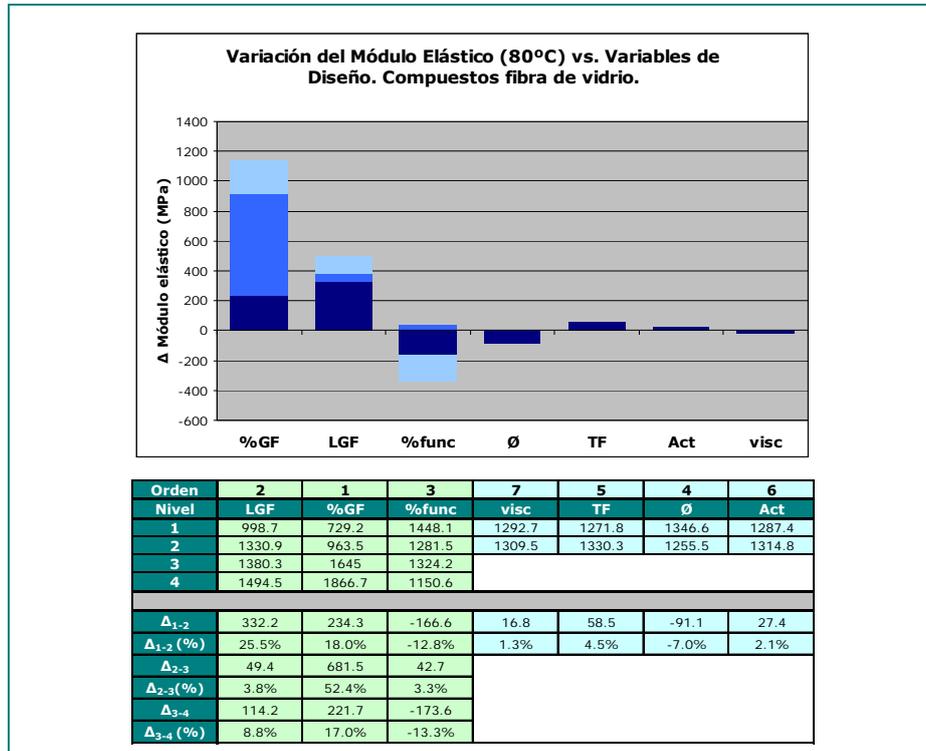


Figura 5.10: Jerarquización de variables para el Módulo Elástico a 80 °C para compuestos de fibra de vidrio

Modelo lineal del módulo elástico a tracción (80°C) para compuestos de fibra de vidrio

El modelo lineal obtenido, a partir de los resultados presentados en la [tabla 5.VI](#), al aplicar la predicción de Taguchi es el siguiente:

$$E_{GF\ 80^{\circ}C} \text{ (MPa)} = 502 + 47.8 \cdot \%GF + 31.1 \cdot LGF - 28.3 \cdot \%func$$

En la [figura 5.11](#) se han graficado cuatro casos representativos.

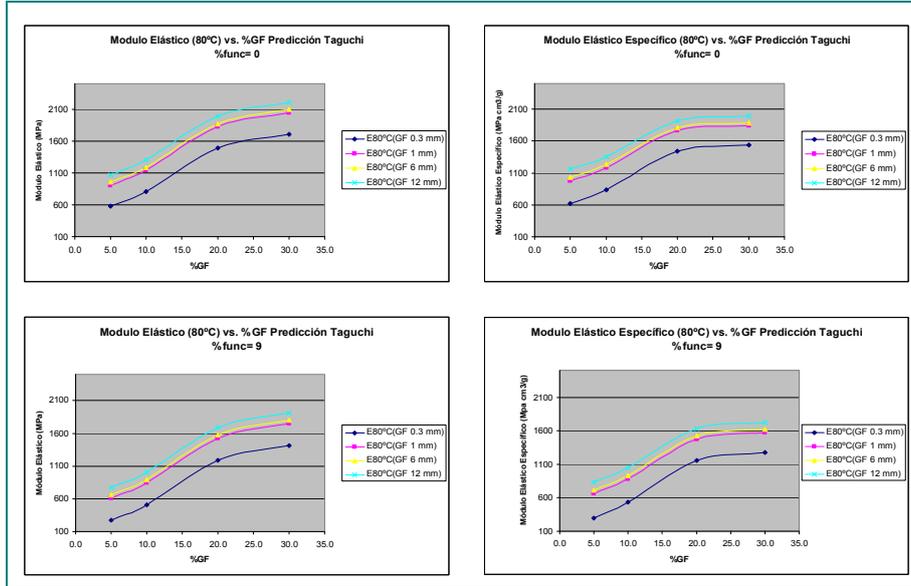


Figura 5.11: Predicciones para el módulo elástico a 80°C en compuestos reforzados con fibra de vidrio

5.3.2. Compuestos de Fibra de Basalto.

Como puede apreciarse en la figura 5.12 el valor de la línea base, para este caso, es de 1401 MPa.

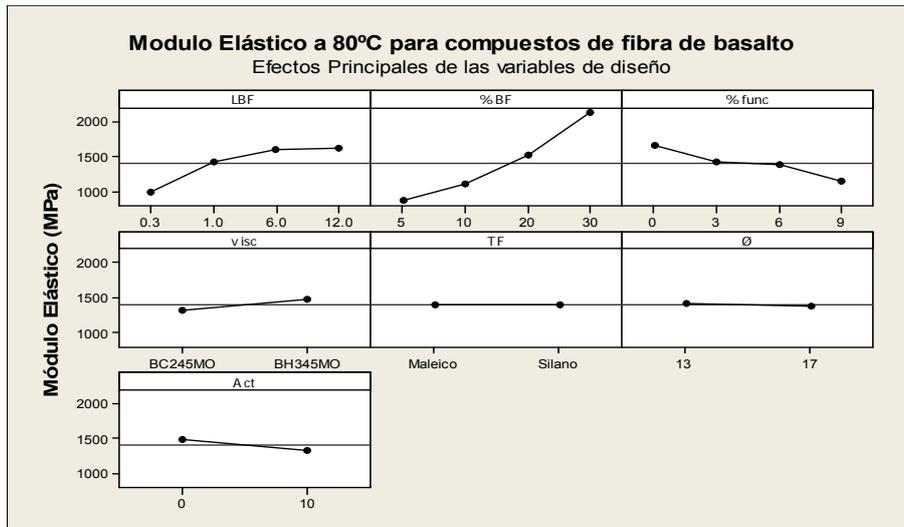


Figura 5.12: Contribución individual de cada variable de diseño al Módulo Elástico a 80 °C para compuestos de fibra de basalto

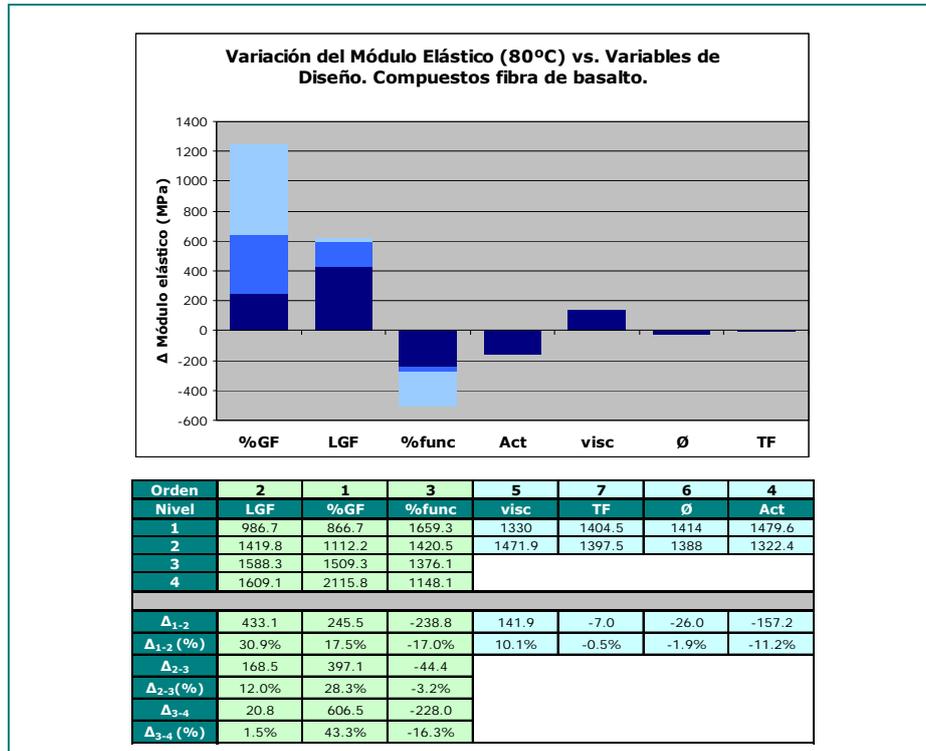


Figura 5.13: Jerarquización de variables para el Módulo Elástico a 80 °C para compuestos de fibra de basalto

En la figura 5.13 puede comprobarse como los resultados son similares a los obtenidos con la fibra de vidrio.

Modelo lineal del módulo elástico a tracción (80°C) para compuestos de fibra de basalto

El modelo lineal obtenido, a partir de los resultados presentados en la tabla 5.VI, al aplicar la predicción de Taguchi es el siguiente:

$$E_{BF\ 80^{\circ}C} \text{ (MPa)} = 649 + 49.0 \cdot \%_{BF} + 40.0 \cdot L_{BF} - 52.6 \cdot \%_{func}$$

En la figura 5.14 se han graficado cuatro casos representativos.

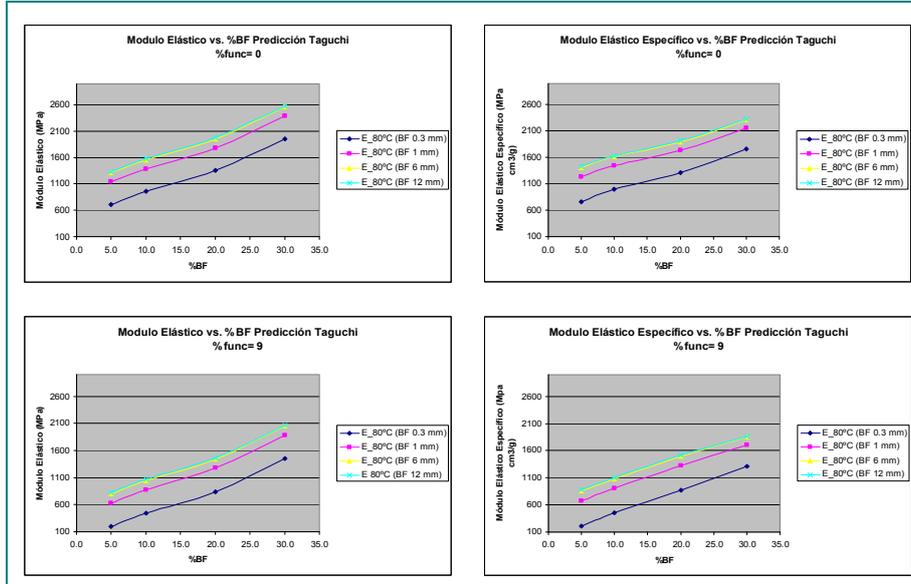


Figura 5.14: Predicciones para el módulo elástico a 80°C en compuestos reforzados con fibra de basalto

5.3.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto

En la figura 5.15 se presentan los resultados comparativos reales (obtenidos de los 16 experimentos implementados) del módulo elástico para los compuestos de vidrio y basalto.

Analizando las gráficas, puede apreciarse que los resultados reales obtenidos para las fibras de vidrio y basalto son bastante parecidos.

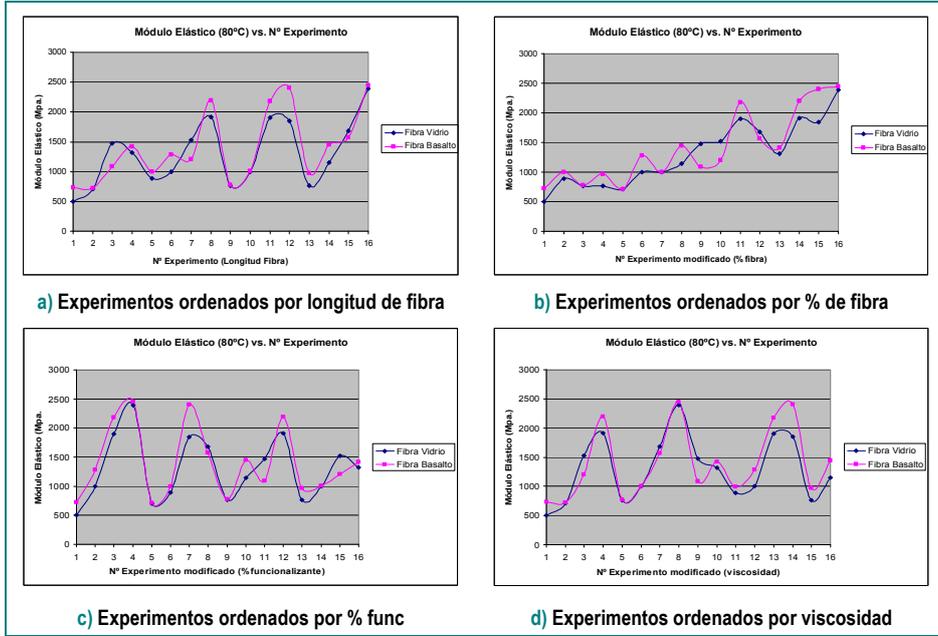


Figura 5.15: Comparación de módulos elásticos en tracción (a 80°C) entre compuestos de fibra de vidrio y basalto

Para concluir el estudio sobre el módulo elástico en tracción a alta temperatura, en la figura 5.16 se presenta un caso para comparar materiales compuestos con los dos tipos de fibra.

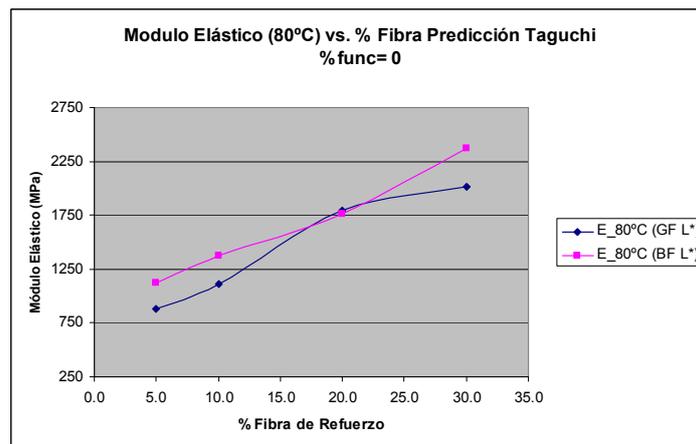


Figura 5.16: Comparación del módulo elástico a 80°C en compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto

	L Fibra (mm)	%Fibra	%func	E(GF) _{80°C}	E/ρ(GF) _{80°C}	E(BF) _{80°C}	E/ρ (BF) _{80°C}
1	0.3	5	0	573.8	620.9	710.6	762.5
2	0.3	5	3	407.2	440.7	471.9	506.3
3	0.3	5	6	449.8	486.8	427.5	458.6
4	0.3	5	9	276.3	299.0	199.5	214.0
5	0.3	10	0	808.1	840.0	966.1	989.8
6	0.3	10	3	641.5	666.8	717.4	742.6
7	0.3	10	6	684.2	711.2	673.0	696.6
8	0.3	10	9	510.6	530.8	445.0	460.6
9	0.3	20	0	1489.6	1440.6	1363.2	1312.5
10	0.3	20	3	1323.0	1279.5	1114.5	1080.9
11	0.3	20	6	1365.7	1320.8	1070.0	1037.9
12	0.3	20	9	1192.1	1152.9	842.0	816.7
13	0.3	30	0	1711.3	1541.7	1959.8	1767.2
14	0.3	30	3	1544.7	1391.6	1721.0	1551.9
15	0.3	30	6	1587.3	1430.0	1676.6	1511.8
16	0.3	30	9	1413.8	1273.6	1448.6	1306.2
17	1	5	0	906.0	980.5	1143.8	1227.2
18	1	5	3	739.4	800.2	905.0	971.1
19	1	5	6	782.1	846.4	860.6	923.4
20	1	5	9	608.5	656.5	632.6	678.8
21	1	10	0	1140.3	1185.4	1389.3	1438.2
22	1	10	3	973.8	1012.2	1150.5	1191.0
23	1	10	6	1016.4	1056.6	1106.1	1145.1
24	1	10	9	842.8	876.1	878.1	909.0
25	1	20	0	1821.8	1761.9	1786.4	1732.7
26	1	20	3	1655.3	1600.8	1547.6	1501.1
27	1	20	6	1697.9	1642.1	1503.2	1459.0
28	1	20	9	1524.3	1474.2	1275.2	1236.9
29	1	30	0	2043.5	1841.0	2393.0	2157.8
30	1	30	3	1876.9	1690.9	2154.2	1942.5
31	1	30	6	1919.6	1729.4	2109.8	1902.4
32	1	30	9	1746.0	1573.0	1881.8	1696.8
33	6	5	0	955.9	1033.9	1312.3	1408.0
34	6	5	3	788.8	853.6	1073.5	1151.9
35	6	5	6	831.4	899.8	1029.1	1104.2
36	6	5	9	657.8	711.9	801.1	859.6
37	6	10	0	1189.7	1236.7	1557.8	1612.6
38	6	10	3	1023.1	1063.5	1319.0	1365.5
39	6	10	6	1065.8	1107.8	1274.6	1319.5
40	6	10	9	892.2	927.4	1046.6	1083.5
41	6	20	0	1871.2	1809.6	1954.9	1896.1
42	6	20	3	1704.6	1648.5	1716.1	1664.5
43	6	20	6	1747.3	1689.8	1671.7	1621.4
44	6	20	9	1573.7	1521.9	1443.7	1400.3
45	6	30	0	2092.8	1885.4	2561.5	2309.7
46	6	30	3	1926.3	1735.4	2322.7	2094.4
47	6	30	6	1968.9	1773.8	2278.3	2054.4
48	6	30	9	1795.3	1617.4	2050.3	1848.8
49	12	5	0	1069.6	1157.6	1333.0	1430.3
50	12	5	3	903.0	977.3	1094.3	1174.1
51	12	5	6	945.7	1023.4	1049.9	1126.5
52	12	5	9	772.1	835.6	821.9	881.8
53	12	10	0	1303.9	1355.4	1578.5	1634.1
54	12	10	3	1137.3	1182.3	1339.8	1386.9
55	12	10	6	1180.0	1226.6	1295.4	1341.0
56	12	10	9	1006.4	1046.2	1067.4	1104.9
57	12	20	0	1985.4	1920.1	1975.6	1916.2
58	12	20	3	1818.8	1759.0	1736.9	1684.7
59	12	20	6	1861.5	1800.3	1692.5	1641.6
60	12	20	9	1687.9	1632.4	1464.5	1420.4
61	12	30	0	2207.1	1988.4	2582.2	2328.4
62	12	30	3	2040.5	1838.3	2343.5	2113.1
63	12	30	6	2083.2	1876.7	2299.0	2073.1
64	12	30	9	1909.6	1720.3	2071.0	1867.5

Tabla 5.VI: Predicciones obtenidas para el módulo elástico a tracción (80°C) utilizando el método de Taguchi

5.3.4. Conclusiones para el módulo elástico en tracción a alta temperatura (80°C)

Las principales conclusiones que pueden extraerse del análisis de los resultados obtenidos para el módulo elástico a alta temperatura (80°C) de materiales compuestos reforzados con fibras de vidrio/basalto son las siguientes.

- No existe diferencia significativa entre utilizar fibra de vidrio y fibra de basalto para la fabricación de los materiales compuestos. Los resultados obtenidos con la fibra de basalto son ligeramente superiores (7,14% en promedio) a los homólogos obtenidos con fibra de vidrio
- Las variables vitales (para ambos tipos de fibra) son, por orden de importancia, la concentración de la fibra, la longitud de la fibra y el grado de funcionalización de la matriz polimérica. El resto de las variables analizadas (viscosidad de la matriz polimérica, tipo de funcionalizante, diámetro y grado de activación de la fibra) tienen una incidencia muy baja y pueden eliminarse del estudio
- El módulo elástico en tracción a alta temperatura (80°C) aumenta de manera casi lineal con la concentración de la fibra. El comportamiento con la longitud de la fibra presenta un fenómeno de saturación para valores más altos de longitud de fibra (6mm) que para el caso del módulo elástico a temperatura ambiente (1mm). Respecto al grado de funcionalización de la matriz polimérica puede observarse que el efecto de añadir funcionalizante es, en general, perjudicial

5.4. ANÁLISIS DE LA TENSIÓN DE ROTURA A TRACCIÓN

A continuación se muestran los resultados obtenidos para la tensión de rotura en tracción a temperatura ambiente.

5.4.1. Compuestos de Fibra de Vidrio

Como puede apreciarse en la [figura 5.17](#) el valor de la línea base, en este caso, es de 39.3 MPa.

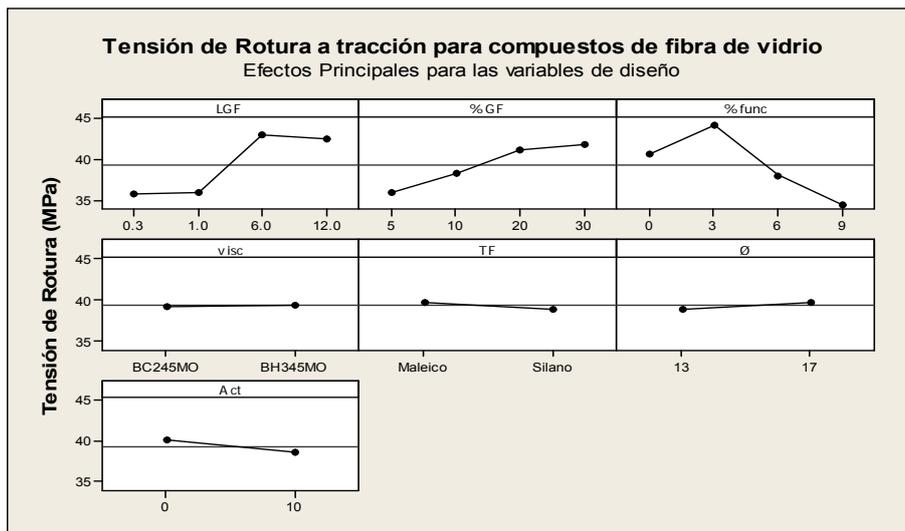


Figura 5.17: Contribución individual de cada variable de diseño a la Tensión de Rotura en Tracción a $T^a_{ambiente}$ para compuestos de fibra de vidrio

Analizando la [figura 5.18](#) se deduce que las variables vitales son, por orden de influencia, la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica ($\%_{func}$), la longitud de la fibra (L_{GF}) y la concentración de la fibra ($\%_{GF}$). La concentración de funcionalizante de la matriz polimérica presenta un comportamiento singular, la longitud y la concentración de fibra presentan un comportamiento saturado.

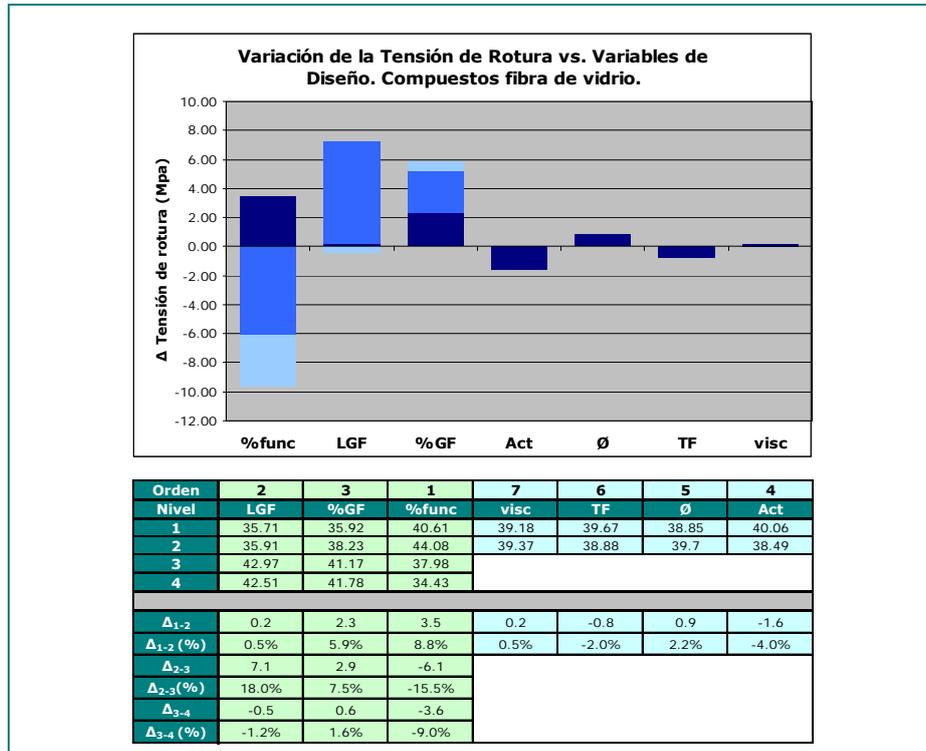


Figura 5.18: Jerarquización de variables para la Tensión de Rotura en Tracción a T_{ambiente} para compuestos de fibra de vidrio

Modelo lineal de la tensión de rotura a tracción (T_{ambiente}) para compuestos de fibra de vidrio

El modelo lineal obtenido, a partir de los resultados presentados en la tabla 5.VII, al aplicar la predicción de Taguchi es el siguiente:

$$\sigma_{\text{rotura GF}} \text{ (MPa)} = 36.1 - 0.821 \cdot \%func + 0.233 \cdot \%GF + 0.643 \cdot LGF$$

En la figura 5.19 se han graficado cuatro casos representativos.

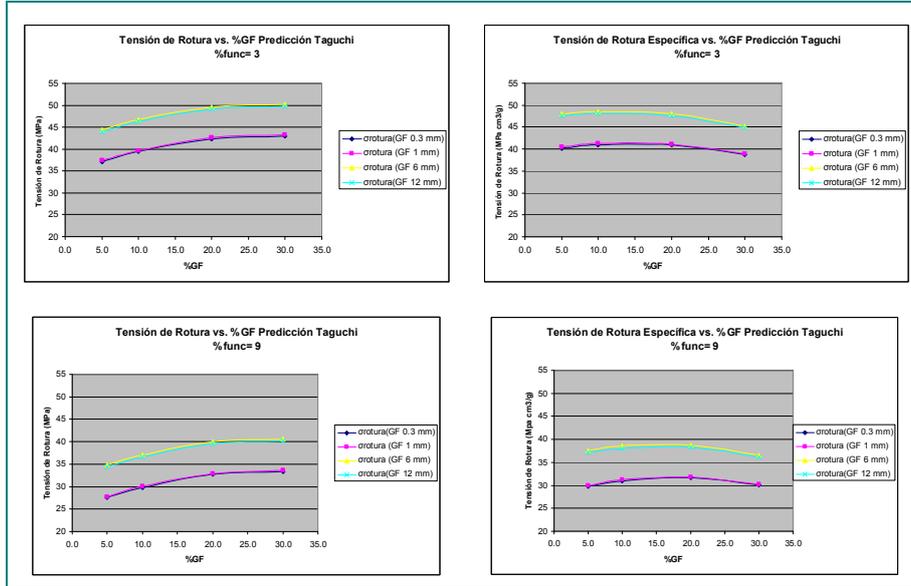


Figura 5.19: Predicciones para la tensión de rotura a tracción ($T_{ambiente}$) en compuestos reforzados con fibra de vidrio

5.4.2. Compuestos de Fibra de Basalto

Como puede apreciarse en la figura 5.20 el valor de la línea base, en este caso, es de 38.4 MPa.

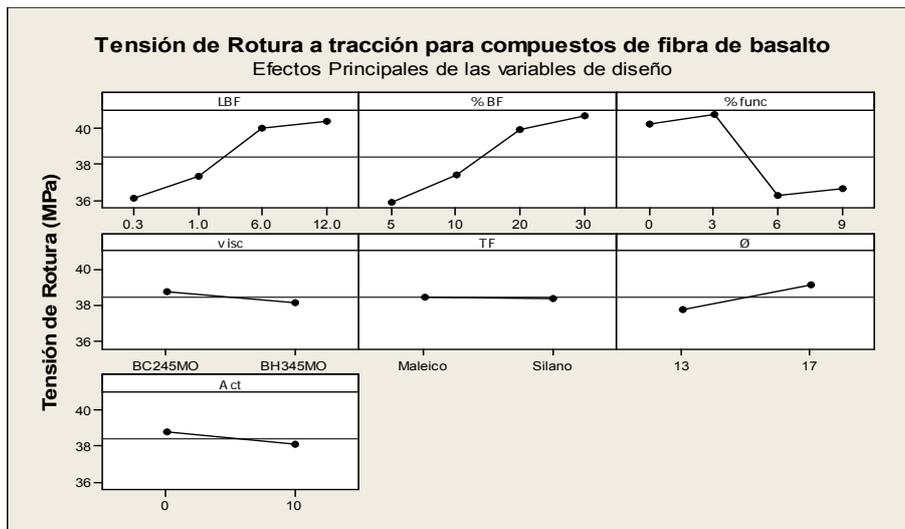


Figura 5.20: Contribución individual de cada variable de diseño a la Tensión de Rotura en Tracción a $T_{ambiente}$ para compuestos de fibra de basalto

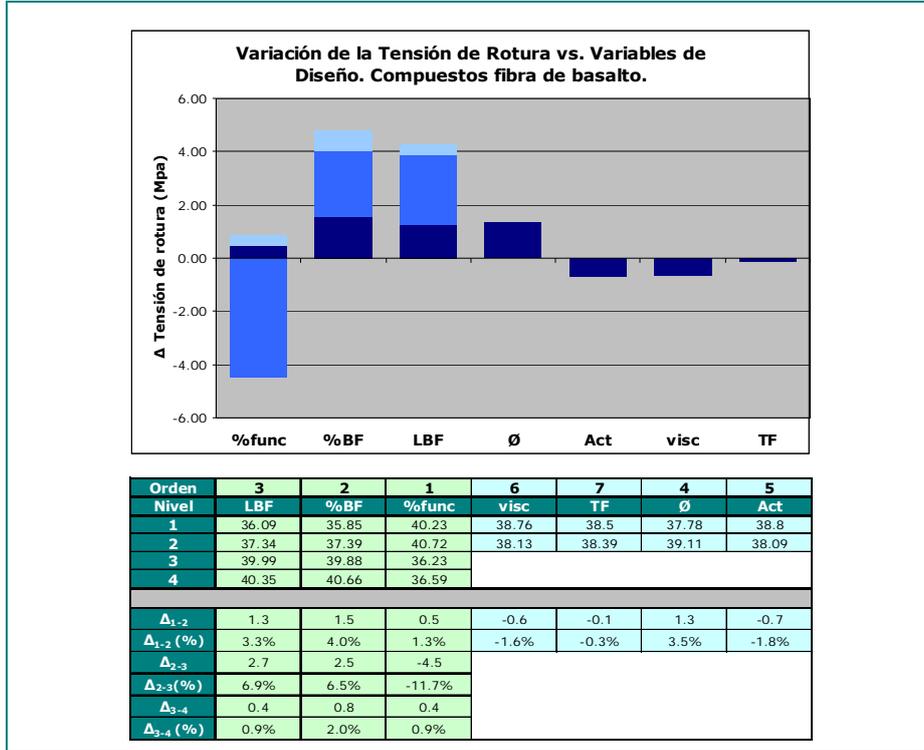


Figura 5.21: Jerarquización de variables para la Tensión de Rotura en Tracción a T^a ambiente para compuestos de fibra de basalto

Analizando la figura 5.21 se deduce que las variables vitales son, por orden de influencia, la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica (%_{func}), la concentración de la fibra (%_{BF}) y la longitud de la fibra (L_{BF}). La concentración de funcionalizante del matriz polimérica presenta un comportamiento singular, la longitud de fibra y la concentración de fibra presentan un comportamiento saturado.

Modelo lineal de la tensión de rotura a tracción (T_{ambiente}) para compuestos de fibra de basalto

El modelo lineal obtenido, a partir de los resultados presentados en la tabla 5.VII, al aplicar la predicción de Taguchi es el siguiente:

$$\sigma_{rotura BF} (MPa) = 35.9 - 0.514 \cdot \%_{func} + 0.345 \cdot L_{BF} + 0.194 \cdot \%_{BF}$$

En la figura 5.22 se han graficado cuatro casos representativos.

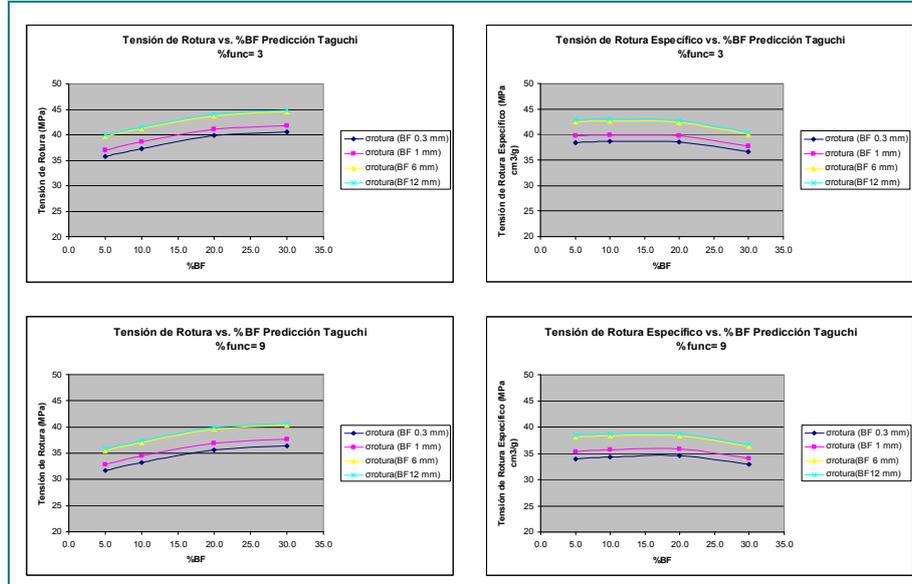


Figura 5.22: Predicciones para la tensión de rotura a tracción ($T_{ambiente}$) en compuestos reforzados con fibra de basalto

5.4.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto

En la [figura 5.23](#) se presentan los resultados comparativos reales (obtenidos de los 16 experimentos implementados) de la tensión de rotura en tracción para los compuestos de vidrio y basalto.

Analizando las gráficas, puede apreciarse que los resultados reales obtenidos para las fibras de vidrio y basalto son bastante parecidos.

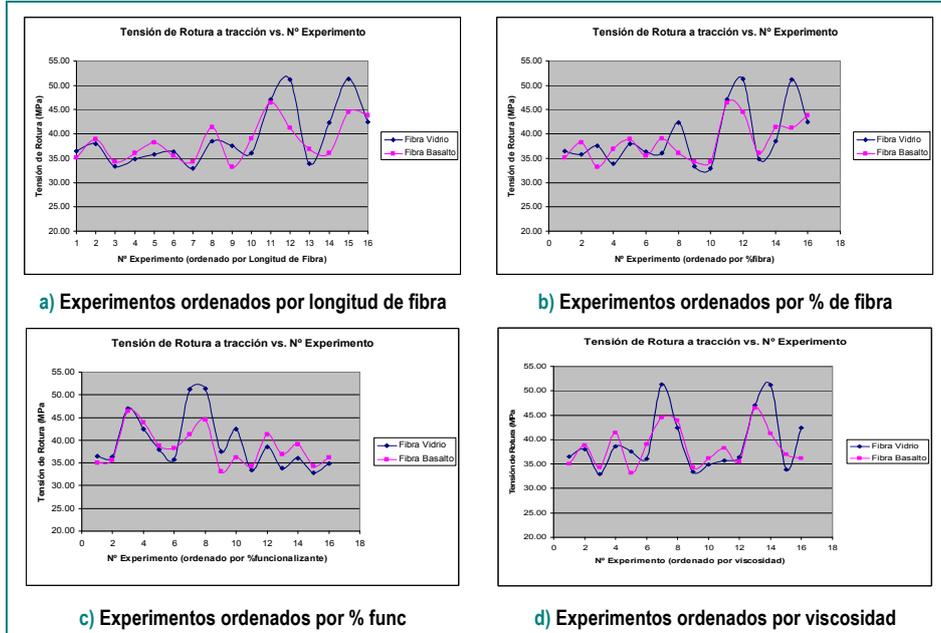


Figura 5.23: Comparación de tensión de rotura en tracción ($T^a_{ambiente}$) entre compuestos de fibra de vidrio y basalto

Para concluir el estudio sobre la tensión de rotura en tracción a temperatura ambiente, en la figura 5.24 se presenta un caso concreto para comparar materiales compuestos con los dos tipos de fibra.

Como puede apreciarse en la gráfica no existen diferencias significativas de comportamiento entre los dos tipos de fibras.

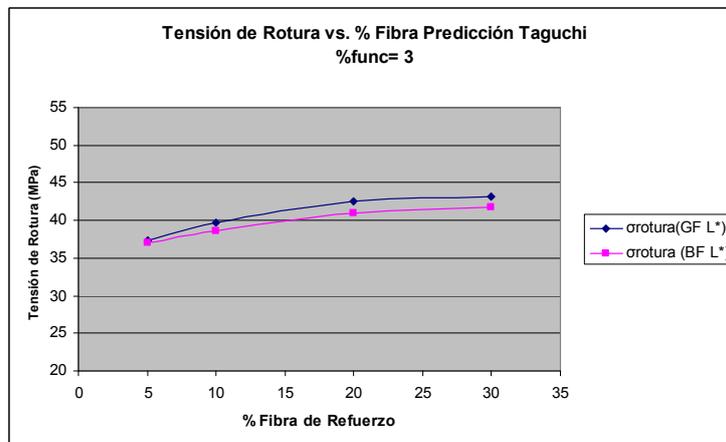


Figura 5.24: Comparación de la tensión de rotura en tracción ($T^a_{ambiente}$) en compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto

5.4.4. Conclusiones para la tensión de rotura en tracción a temperatura ambiente

Las principales conclusiones que pueden extraerse del análisis de los resultados obtenidos para la tensión de rotura en tracción a temperatura ambiente de materiales compuestos reforzados con fibras de vidrio/basalto son las siguientes.

- No existe diferencia significativa entre utilizar fibra de vidrio y fibra de basalto para la fabricación de los materiales compuestos. Los resultados obtenidos con la fibra de vidrio son ligeramente superiores (2.29 % en promedio) a los homólogos obtenidos con fibra de basalto
- Las variables vitales (para ambos tipos de fibra) son el grado de funcionalización de la matriz polimérica, la concentración de la fibra y la longitud de la fibra
- La tensión de rotura en tracción a temperatura ambiente presenta un doble fenómeno de saturación, tanto respecto a la longitud de la fibra como respecto al porcentaje de la fibra de refuerzo
- El comportamiento de la tensión de rotura con la concentración del funcionalizante de la matriz polimérica presenta un comportamiento singular, destacando que para niveles medios-bajos de funcionalizante se consiguen los mayores niveles de la propiedad mecánica analizada

ESTUDIO I: INFLUENCIA VARIABLES DE DISEÑO DEL MATERIAL EN PROPIEDADES 218

	L Fibra (mm)	%Fibra	%func	σ (GF)	σ_p (GF)	σ (BF)	σ_p (BF)
1	0.3	5	0	33.7	36.5	35.3	37.9
2	0.3	5	3	37.2	40.2	36.8	38.4
3	0.3	5	6	31.1	33.6	31.3	33.6
4	0.3	5	9	27.5	29.8	31.6	34.0
5	0.3	10	0	36.0	37.4	36.8	38.1
6	0.3	10	3	39.5	41.0	37.3	38.6
7	0.3	10	6	33.4	34.7	32.8	34.0
8	0.3	10	9	29.8	31.0	33.2	34.4
9	0.3	20	0	38.9	37.7	39.3	38.1
10	0.3	20	3	42.4	41.0	39.8	38.6
11	0.3	20	6	36.3	35.1	35.3	34.3
12	0.3	20	9	32.8	31.7	35.7	34.6
13	0.3	30	0	39.6	35.6	40.1	36.2
14	0.3	30	3	43.0	36.8	40.6	36.6
15	0.3	30	6	36.9	33.3	36.1	32.5
16	0.3	30	9	33.4	30.1	36.5	32.9
17	1	5	0	33.9	36.7	36.5	39.2
18	1	5	3	37.4	40.4	37.0	39.7
19	1	5	6	31.3	33.8	32.5	34.9
20	1	5	9	27.7	30.0	32.9	35.3
21	1	10	0	36.2	37.6	38.1	39.4
22	1	10	3	39.7	41.2	38.6	39.9
23	1	10	6	33.6	34.9	34.1	35.3
24	1	10	9	30.0	31.2	34.4	35.6
25	1	20	0	39.1	37.9	40.6	39.3
26	1	20	3	42.6	41.2	41.0	39.8
27	1	20	6	36.5	35.3	36.6	35.5
28	1	20	9	33.0	31.9	36.9	35.8
29	1	30	0	39.8	35.8	41.3	37.3
30	1	30	3	43.2	36.9	41.8	37.7
31	1	30	6	37.1	33.4	37.3	33.7
32	1	30	9	33.6	30.3	37.7	34.0
33	6	5	0	40.9	44.3	39.2	42.0
34	6	5	3	44.4	48.1	39.7	42.6
35	6	5	6	38.3	41.5	35.2	37.8
36	6	5	9	34.8	37.6	35.5	38.1
37	6	10	0	43.3	45.0	40.7	42.2
38	6	10	3	46.7	48.6	41.2	42.7
39	6	10	6	40.6	42.2	36.7	38.0
40	6	10	9	37.1	38.5	37.1	38.4
41	6	20	0	46.2	44.7	43.2	41.9
42	6	20	3	49.7	48.0	43.7	42.4
43	6	20	6	43.6	42.1	39.2	38.0
44	6	20	9	40.0	36.7	39.6	38.4
45	6	30	0	46.8	42.2	44.0	39.7
46	6	30	3	50.3	45.3	44.5	40.1
47	6	30	6	44.2	39.8	40.0	36.1
48	6	30	9	40.6	36.6	40.4	36.4
49	12	5	0	40.5	43.8	39.5	42.4
50	12	5	3	44.0	47.6	40.0	42.9
51	12	5	6	37.9	41.0	35.5	38.1
52	12	5	9	34.3	37.1	35.9	38.5
53	12	10	0	42.8	44.5	41.1	42.5
54	12	10	3	46.3	48.1	41.6	43.0
55	12	10	6	40.2	41.7	37.1	38.4
56	12	10	9	36.6	38.1	37.4	38.8
57	12	20	0	45.7	44.2	43.6	42.3
58	12	20	3	49.2	47.6	44.1	42.7
59	12	20	6	43.1	41.7	39.6	38.4
60	12	20	9	39.6	38.3	39.9	38.7
61	12	30	0	46.4	41.8	44.4	40.0
62	12	30	3	49.8	44.9	44.8	40.4
63	12	30	6	43.7	39.4	40.4	36.4
64	12	30	9	40.2	36.2	40.7	36.7

Tabla 5.VII: Predicciones obtenidas para la tensión de rotura en tracción ($T^a_{ambiente}$) utilizando el método de Taguchi

5.5. ANÁLISIS DE LA TEMPERATURA DE DEFLEXIÓN BAJO CARGA (HDT)

A continuación se muestran los resultados obtenidos para la temperatura de deflexión bajo carga (HDT).

5.5.1. Compuestos de Fibra de Vidrio

Como puede apreciarse en la [figura 5.25](#) el valor de la línea base, en este caso, es de 108.5 °C.

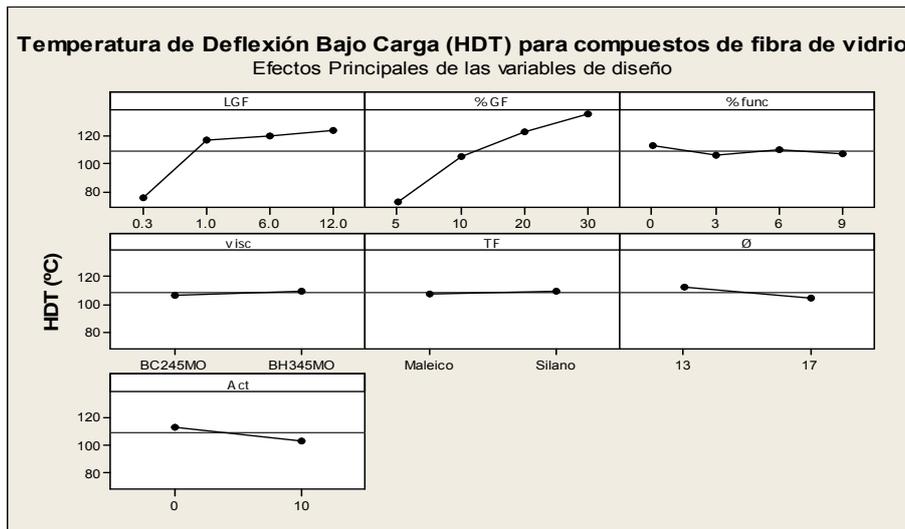


Figura 5.25: Contribución individual de cada variable de diseño a la Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) para compuestos de fibra de vidrio

Analizando la [figura 5.10](#) se deduce que las variables vitales son, por orden de influencia, la concentración de la fibra (%GF), la longitud de la fibra (LGF) y la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica (%func).

Para el HDT en materiales compuestos reforzados con fibra de vidrio, la concentración de fibra presenta un comportamiento progresivo, la longitud de fibra presenta un comportamiento saturado y la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica presenta un comportamiento singular.

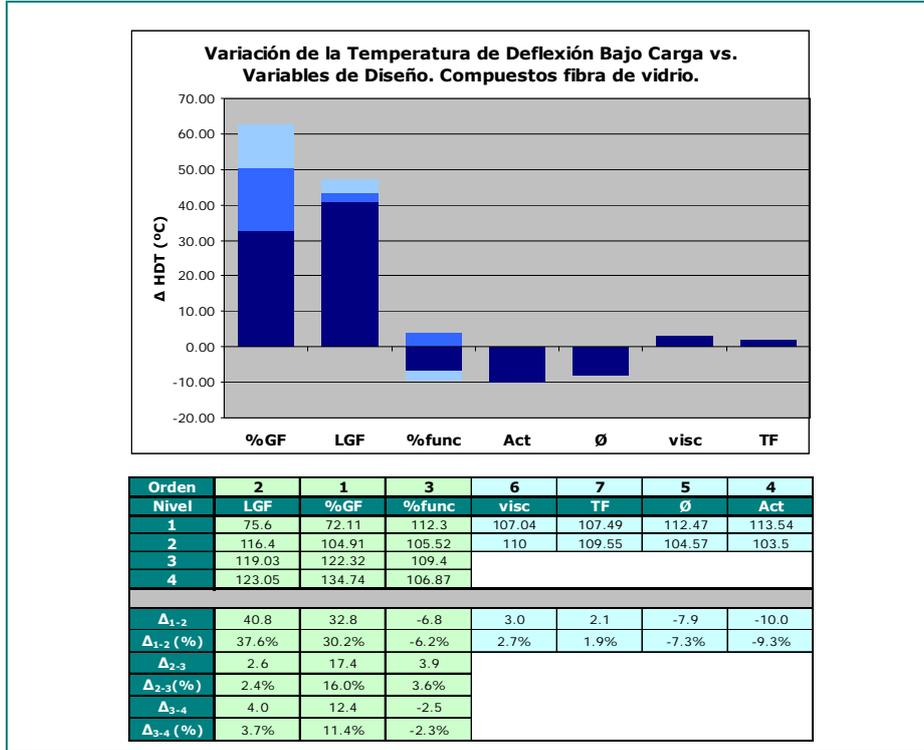


Figura 5.26: Jerarquización de variables para la Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) en compuestos de fibra de vidrio

Modelo lineal de la Temperatura de Deflexión bajo Carga (HDT) para compuestos de fibra de vidrio

El modelo lineal obtenido, a partir de los resultados presentados en la [tabla 5.VIII](#), al aplicar la predicción de Taguchi es el siguiente:

$$HDT_{GF} (°C) = 62.6 + 2.22 \cdot \%GF + 2.56 \cdot LGF - 0.414 \cdot \%func$$

En la [figura 5.27](#) se han graficado cuatro casos representativos.

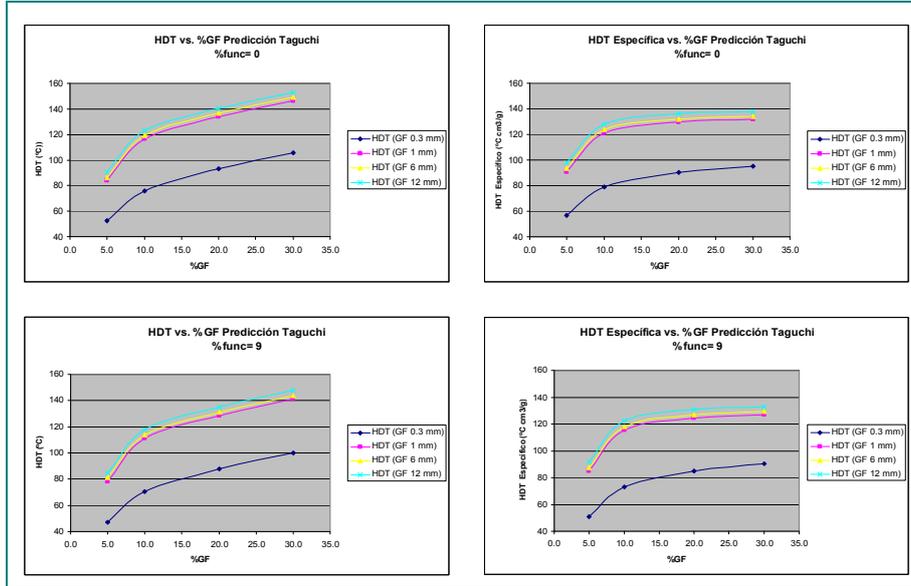


Figura 5.27: Predicciones para la Temperatura de Deflexión Bajo Carga en compuestos reforzados con fibra de vidrio

5.5.2. Compuestos de Fibra de Basalto

Como puede apreciarse en la figura 5.28 el valor de la línea base, en este caso, es de 111 °C.

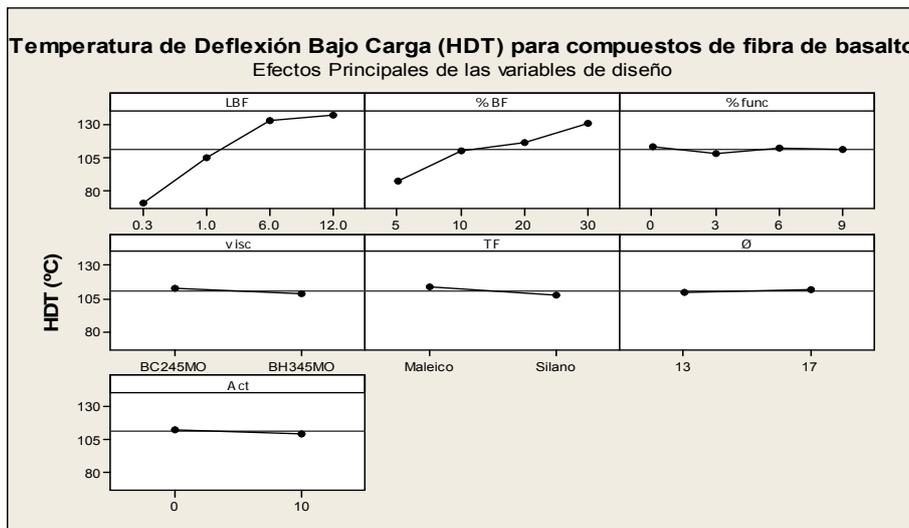


Figura 5.28: Contribución individual de cada variable de diseño a la Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) para compuestos de fibra de basalto

Analizando la figura 5.29 se deduce que las variables vitales son, por orden de influencia, la longitud de la fibra (LBF), la concentración de la fibra (%BF) y la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica (%func).

El comportamiento de las variables es el mismo que en el caso de materiales compuestos reforzados con fibra de vidrio: la concentración de fibra presenta un comportamiento progresivo, la longitud de fibra presenta un comportamiento saturado y la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica presenta un comportamiento singular.

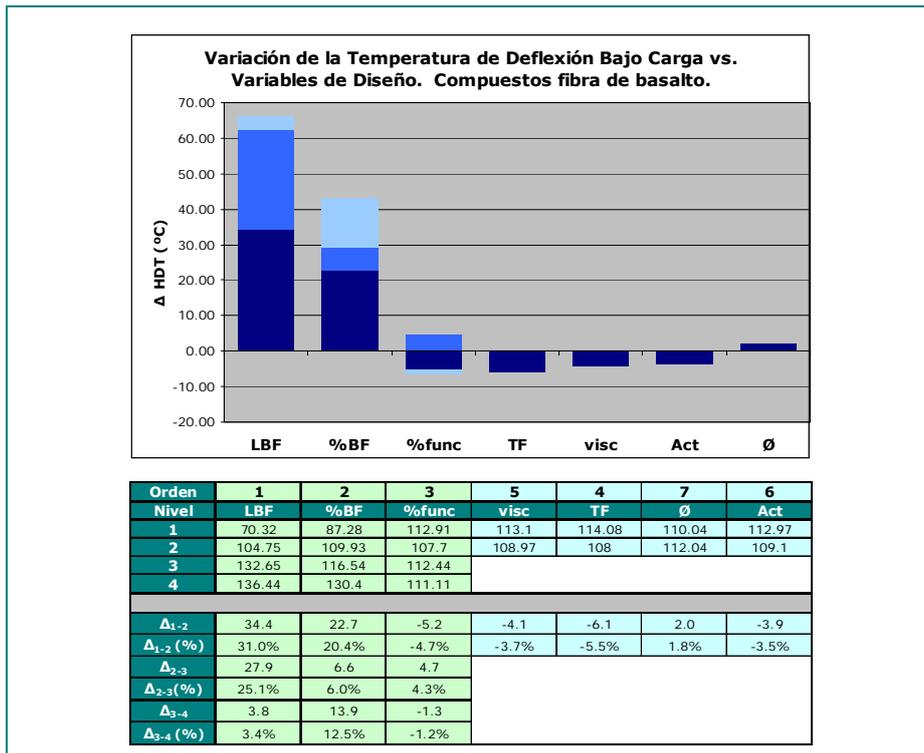


Figura 5.29: Jerarquización de variables para la Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) en compuestos de fibra de basalto

Modelo lineal de la Temperatura de Deflexión bajo Carga (HDT) para compuestos de fibra de basalto

El modelo lineal obtenido, a partir de los resultados presentados en la [tabla 5.VIII](#), al aplicar la predicción de Taguchi es el siguiente:

$$\text{HDT}_{\text{BF}} (\text{°C}) = 65.1 + 1.48 \cdot \%_{\text{BF}} + 4.65 \cdot L_{\text{BF}} - 0.022 \cdot \%_{\text{func}}$$

En la [figura 5.30](#) se han graficado cuatro casos representativos.

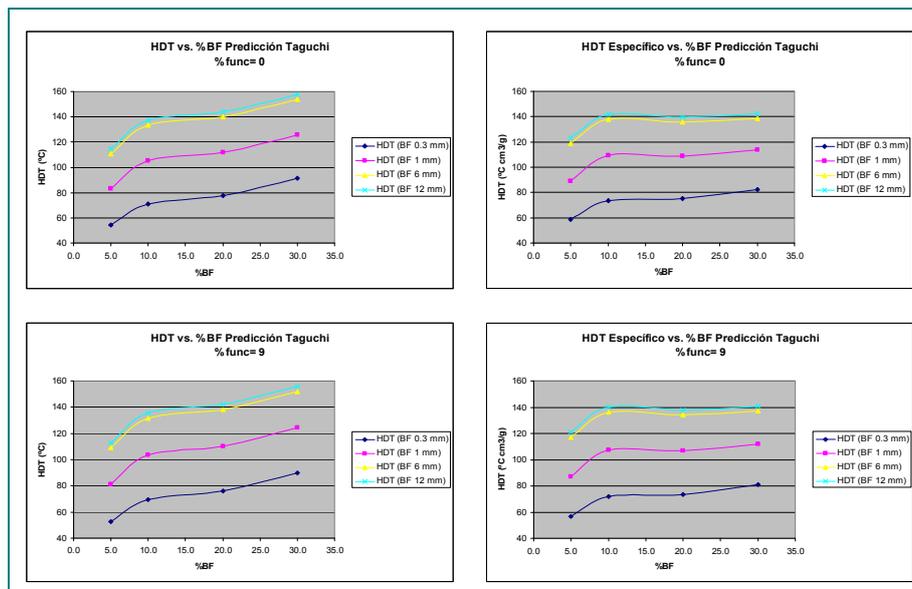


Figura 5.30: Predicciones para la Temperatura de Deflexión Bajo Carga en compuestos reforzados con fibra de basalto

5.5.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto

En la [figura 5.31](#) se presentan los resultados comparativos reales (obtenidos de los 16 experimentos implementados) de la temperatura de deflexión bajo carga para los compuestos de vidrio y basalto.

Analizando las gráficas, puede apreciarse que los resultados reales obtenidos para las fibras de vidrio y basalto son bastante parecidos.

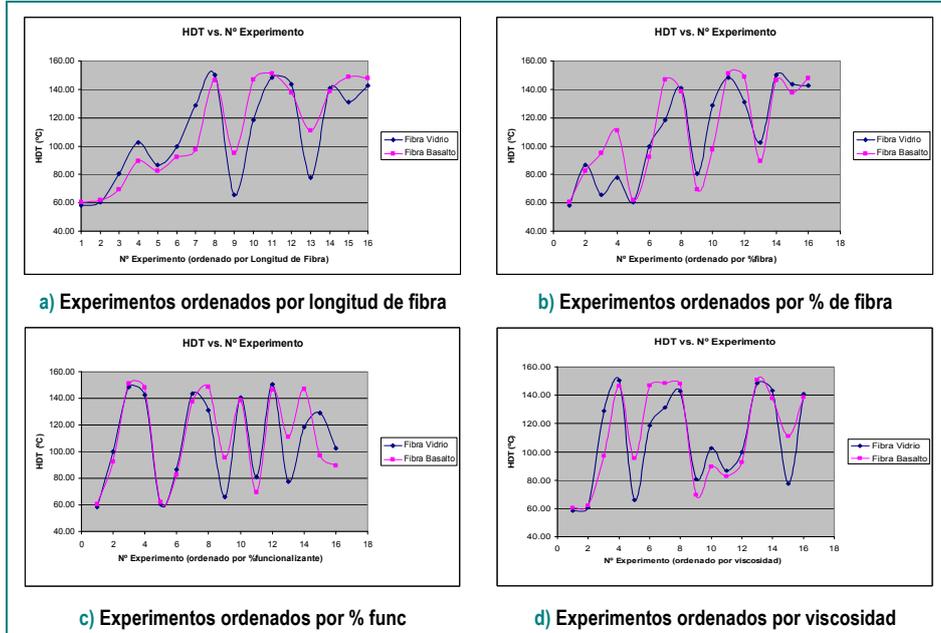


Figura 5.31: Comparación de la Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) entre compuestos de fibra de vidrio y basalto

Para concluir el estudio sobre la temperatura de deflexión bajo carga, en la figura 5.32 se presenta una comparación simplificada de los dos tipos de fibras.

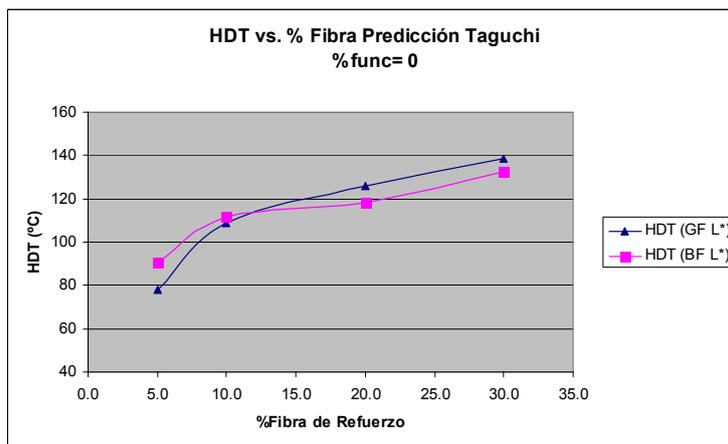


Figura 5.32: Comparación de la Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) en compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto

	L Fibra (mm)	%Fibra	%func	HDT (GF)	HDT/ρ(GF)	HDT (BF)	HDT/ρ(BF)
1	0.3	5	0	52.4	56.7	54.5	58.4
2	0.3	5	3	45.6	49.4	49.3	52.9
3	0.3	5	6	49.5	53.6	54.0	57.9
4	0.3	5	9	47.0	50.8	52.7	56.5
5	0.3	10	0	75.8	78.8	71.1	73.6
6	0.3	10	3	69.0	71.7	65.9	68.2
7	0.3	10	6	72.9	75.7	70.6	73.1
8	0.3	10	9	70.3	73.1	69.3	71.7
9	0.3	20	0	93.2	90.1	77.7	75.4
10	0.3	20	3	86.4	83.6	72.5	70.3
11	0.3	20	6	90.3	87.3	77.2	74.9
12	0.3	20	9	87.8	84.9	75.9	73.6
13	0.3	30	0	105.6	95.1	91.5	82.5
14	0.3	30	3	98.8	89.0	86.3	77.9
15	0.3	30	6	102.7	92.5	91.1	82.1
16	0.3	30	9	100.2	90.2	89.7	80.9
17	1	5	0	83.8	90.7	82.9	88.9
18	1	5	3	77.0	83.3	77.7	83.3
19	1	5	6	80.9	87.5	82.4	86.4
20	1	5	9	78.3	84.8	81.1	87.0
21	1	10	0	116.6	121.2	105.5	109.2
22	1	10	3	109.8	114.1	100.3	103.8
23	1	10	6	113.7	118.2	105.0	108.7
24	1	10	9	111.1	115.5	103.7	107.4
25	1	20	0	134.0	129.6	112.1	108.7
26	1	20	3	127.2	123.0	106.9	103.7
27	1	20	6	131.1	126.8	111.7	108.3
28	1	20	9	128.6	124.3	110.3	107.0
29	1	30	0	146.4	131.9	126.0	113.6
30	1	30	3	139.6	125.8	120.8	108.9
31	1	30	6	143.5	129.3	125.5	113.2
32	1	30	9	141.0	127.0	124.2	112.0
33	6	5	0	86.4	93.5	110.8	118.8
34	6	5	3	79.6	86.2	105.6	113.3
35	6	5	6	83.5	90.4	110.3	118.3
36	6	5	9	81.0	87.6	109.0	116.9
37	6	10	0	119.2	123.9	133.4	138.1
38	6	10	3	112.4	116.9	126.2	132.7
39	6	10	6	116.3	120.9	132.9	137.6
40	6	10	9	113.8	118.3	131.6	136.2
41	6	20	0	136.6	132.1	140.0	135.8
42	6	20	3	129.8	125.6	134.8	130.8
43	6	20	6	133.7	129.3	139.6	135.4
44	6	20	9	131.2	126.9	136.2	134.1
45	6	30	0	149.0	134.3	153.9	138.8
46	6	30	3	142.3	128.2	148.7	134.1
47	6	30	6	146.1	131.7	153.4	138.3
48	6	30	9	143.6	129.4	152.1	137.1
49	12	5	0	90.4	97.9	114.6	122.9
50	12	5	3	83.6	90.5	109.3	117.3
51	12	5	6	87.5	94.7	114.1	122.4
52	12	5	9	85.0	92.0	112.8	121.0
53	12	10	0	123.2	128.1	137.2	142.0
54	12	10	3	116.4	121.0	132.0	136.6
55	12	10	6	120.3	125.1	136.7	141.6
56	12	10	9	117.8	122.4	135.4	140.2
57	12	20	0	140.6	136.0	143.8	139.5
58	12	20	3	133.9	129.4	138.6	134.4
59	12	20	6	137.7	133.2	143.3	139.0
60	12	20	9	135.2	130.8	142.0	137.7
61	12	30	0	153.1	137.9	157.7	142.2
62	12	30	3	146.3	131.8	152.5	137.5
63	12	30	6	150.2	135.3	157.2	141.8
64	12	30	9	147.6	133.0	155.9	140.6

Tabla 5.VIII: Predicciones obtenidas para la Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) utilizando el método de Taguchi

5.5.4. Conclusiones para la temperatura de deflexión bajo carga (HDT)

Las principales conclusiones que pueden extraerse del análisis de los resultados obtenidos para la temperatura de deflexión bajo carga (HDT) de materiales compuestos reforzados con fibras de vidrio/basalto son las siguientes:

- No existe diferencia significativa entre utilizar fibra de vidrio y fibra de basalto para la fabricación de los materiales compuestos. Los resultados obtenidos con la fibra de basalto son ligeramente superiores (2.25 % en promedio) a los homólogos obtenidos con fibra de vidrio
- Las variables vitales (para ambos tipos de fibra) son la concentración de la fibra, la longitud de la fibra y el grado de funcionalización de la matriz polimérica, El resto de las variables analizadas (viscosidad de la matriz polimérica, tipo de funcionalizante, diámetro y grado de activación de la fibra) tienen una incidencia muy baja y pueden eliminarse del estudio. Incluso la variable del grado de funcionalización de la matriz polimérica podría eliminarse del estudio para ambos tipos de fibras debido a su bajo grado de influencia
- Aunque el comportamiento de los dos tipos de fibras es similar, analizando el comportamiento de las dos fibras frente a la variable longitud de fibra se ha observado una ligera diferencia. El fenómeno de saturación respecto a esta variable se consigue antes en el caso de la fibra de vidrio (1 mm) que para la fibra de basalto (6 mm)

5.6. ANÁLISIS DE LA ENERGÍA DISIPADA EN IMPACTO UNIAxIAL (IZOD CON ENTALLA) A TEMPERATURA AMBIENTE

A continuación se muestran los resultados obtenidos para la energía disipada en impacto uniaxial (Izod con entalla) a temperatura ambiente.

5.6.1. Compuestos de Fibra de Vidrio

Como puede apreciarse en la [figura 5.33](#) el valor de la línea base, en este caso, es de 4.3 KJ/m².

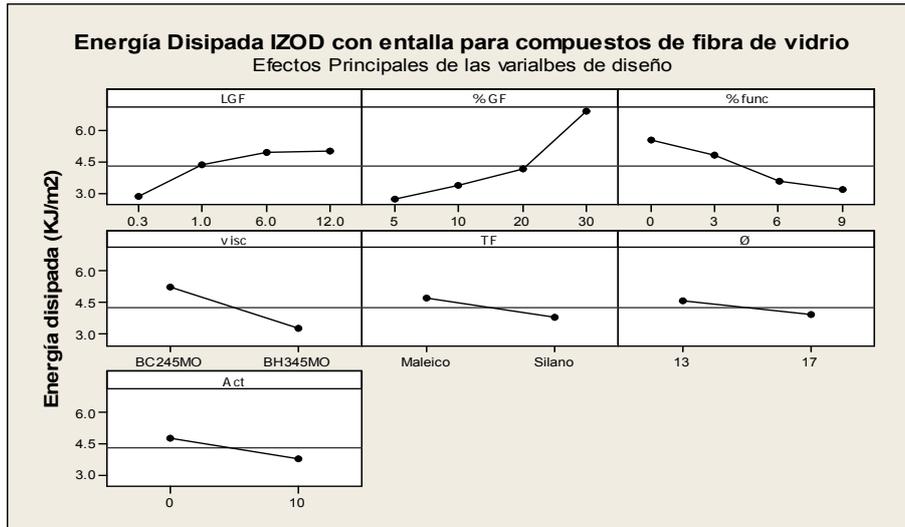


Figura 5.33: Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla) para compuestos de fibra de vidrio

De la [figura 5.34](#) se deduce que las variables vitales son, por orden de influencia, la concentración de la fibra (%GF), la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica (%func), la longitud de la fibra (LGF), la viscosidad de la matriz polimérica (visc), la activación de la fibra (Act) y el tipo de funcionalizante de la matriz polimérica (TF).

La única variable que, para la propiedad mecánica analizada, no ha resultado vital es el diámetro de la fibra de refuerzo. Como puede apreciarse, la influencia de las variables concentración de funcionalizante (%func), longitud de la fibra (LGF) y viscosidad de la matriz polimérica (visc) es del mismo orden de magnitud.

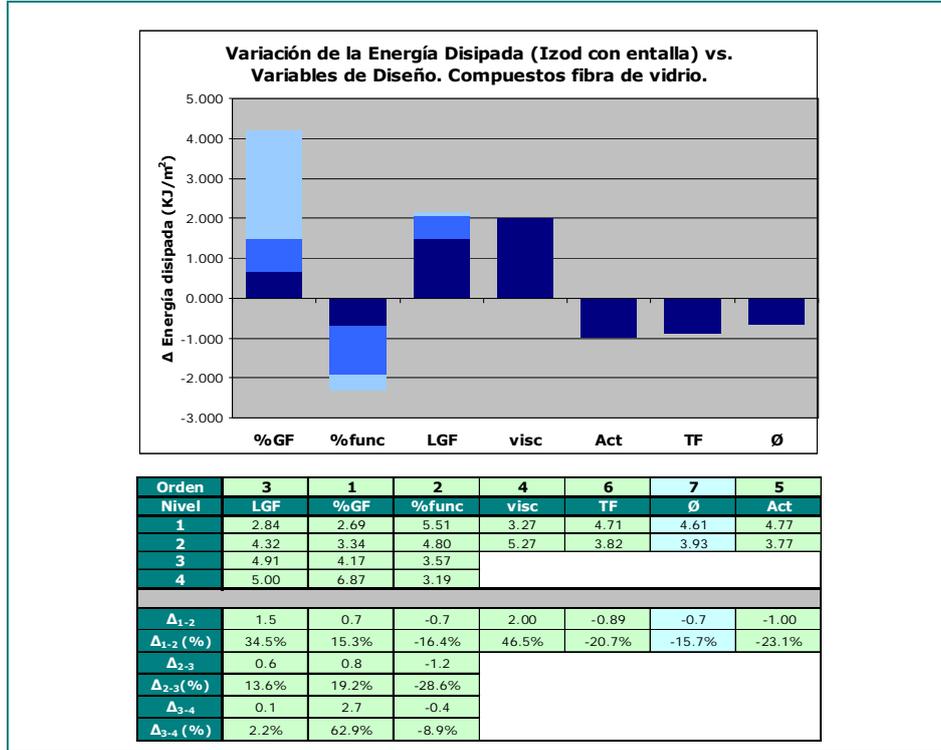


Figura 5.34: Jerarquización de variables para la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla) para compuestos de fibra de vidrio

Todas las variables vitales excepto la longitud de la fibra presentan un comportamiento progresivo. La longitud de la fibra presenta un comportamiento de saturación a un valor de aproximadamente 6 mm.

Modelo lineal de la energía disipada en ensayo uniaxial (Izod con entalla) para compuestos de fibra de vidrio

A diferencia de las propiedades mecánicas analizadas anteriormente, en el caso de la energía disipada en ensayo uniaxial existen variables categóricas que son vitales. En particular, la variable categórica más importante es la viscosidad de la matriz polimérica.

Con el objetivo de simplificar los modelos matemáticos obtenidos, para esta propiedad mecánica, se ha decidido fijar las variables categóricas “tipo de funcionalizante” y “activación de la fibra de refuerzo” en el valor para el cual se obtienen los mejores resultados (anhídrido

maleico y no activación ácida). Con cada valor de la variable categórica “viscosidad” se ha elaborado y analizado un modelo matemático distinto.

Los modelos lineales obtenidos, a partir de los resultados presentados en las [tablas 5.IX y 5.X](#), al aplicar la predicción de Taguchi son los siguientes:

Para el caso de alta viscosidad de la matriz polimérica

$$Izod_{GF} \text{ (KJ/m}^2\text{)} = 4.50 + 0.160 \cdot \%GF + 0.139 \cdot L_{GF} - 0.273 \cdot \%func$$

Para el caso de baja viscosidad de la matriz polimérica

$$Izod_{GF} \text{ (KJ/m}^2\text{)} = 2.50 + 0.160 \cdot \%GF + 0.139 \cdot L_{GF} - 0.273 \cdot \%func$$

En las [figuras 5.35](#) (viscosidad alta) y [5.36](#) (viscosidad baja) se han graficado cuatro casos representativos.

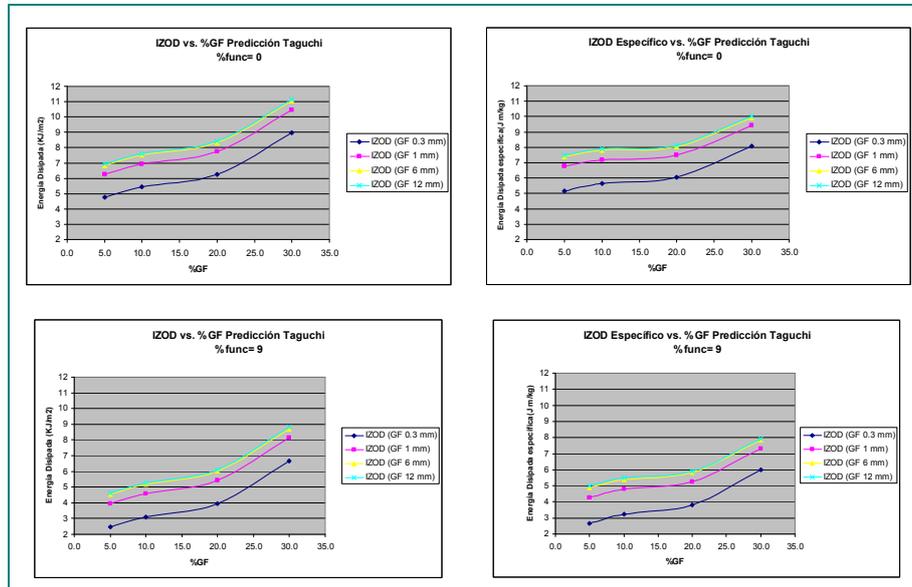


Figura 5.35: Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial en compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de alta viscosidad

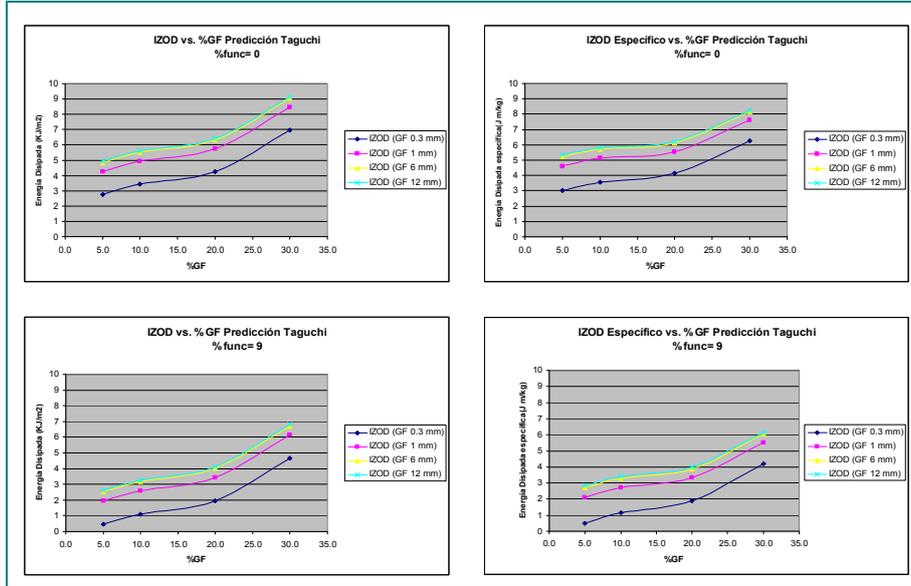


Figura 5.36: Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial en compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de baja viscosidad

5.6.2. Compuestos de Fibra de Basalto

Como puede apreciarse en la figura 5.37 el valor de la línea base, en este caso, es de 4 KJ/m².

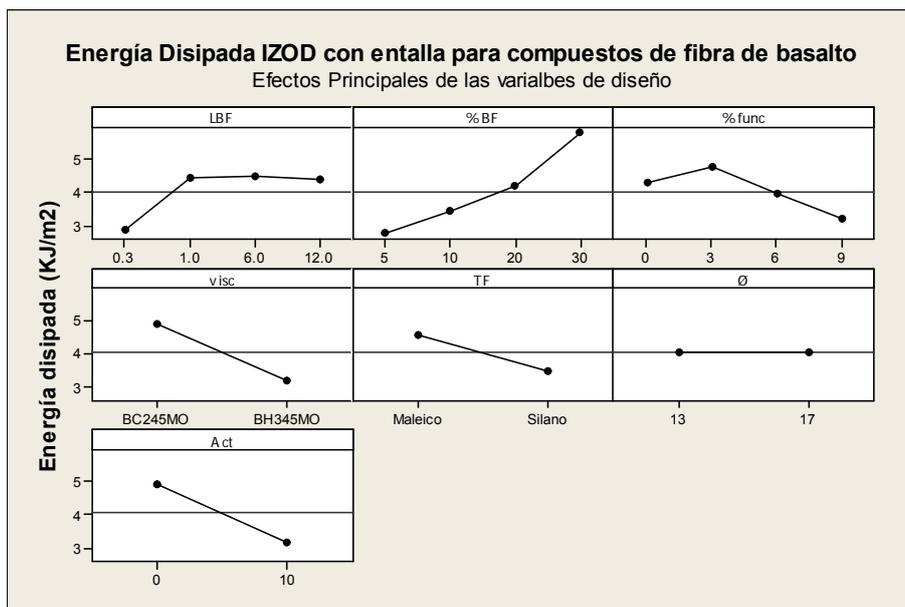


Figura 5.37: Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla) para compuestos de fibra de basalto

Analizando la figura 5.38 se deduce que las variables vitales son, por orden de influencia, la concentración de la fibra (%BF), la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica (%func), la viscosidad de la matriz polimérica (visc), la activación de la fibra (Act) la longitud de la fibra (LBF), y el tipo de funcionalizante de la matriz polimérica (TF).

La única variable que, para la propiedad mecánica analizada, no ha resultado vital es el diámetro de la fibra de refuerzo. Como puede apreciarse, la influencia de las variables concentración de funcionalizante (%func), longitud de la fibra (LBF), la activación de la fibra (Act) y viscosidad de la matriz polimérica (visc) es del mismo orden de magnitud.

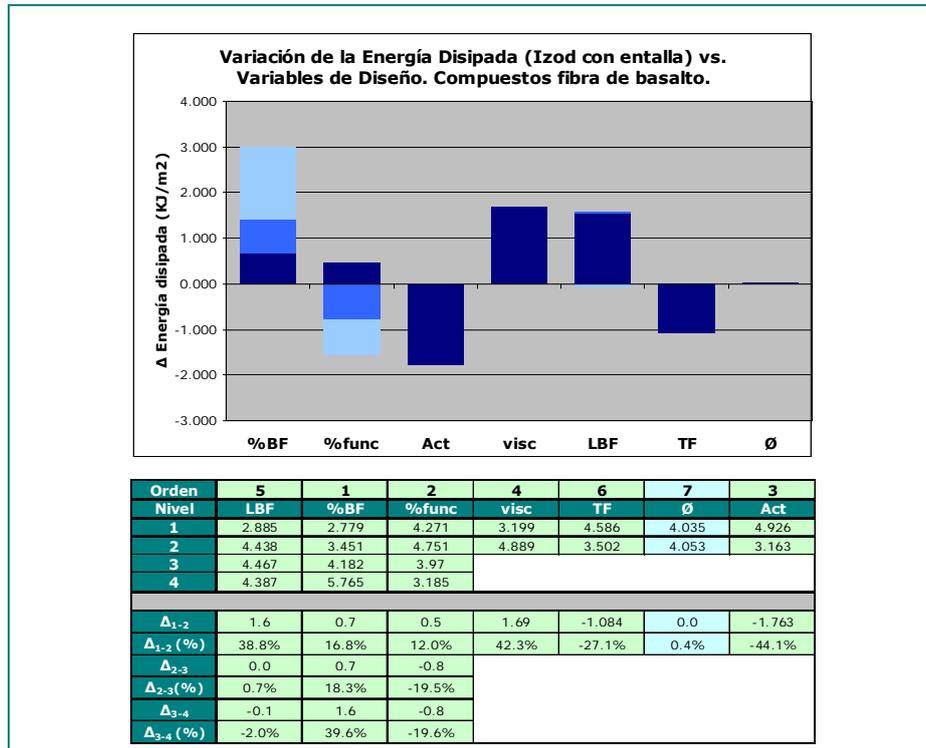


Figura 5.38: Jerarquización de variables para la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla) para compuestos de fibra de basalto

Todas las variables vitales excepto la longitud de la fibra y la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica presentan un comportamiento progresivo. La longitud de la fibra presenta un comportamiento de saturación a un valor de aproximadamente 1 mm. La

concentración de funcionalizante de la matriz polimérica presenta un comportamiento singular.

Modelo lineal de la energía disipada en ensayo uniaxial (Izod con entalla) para compuestos de fibra de basalto

Utilizando el mismo criterio que el expuesto para el caso de los compuestos reforzados con fibra de vidrio, los modelos lineales obtenidos, a partir de los resultados presentados en las tablas 5.IX y 5.X, al aplicar la predicción de Taguchi son los siguientes:

Para el caso de alta viscosidad de la matriz polimérica

$$Izod_{BF} (KJ/m^2) = 4.53 + 0.133 \cdot \%BF + 0.118 \cdot L_{BF} - 0.185 \cdot \%func$$

Para el caso de baja viscosidad de la matriz polimérica

$$Izod_{BF} (KJ/m^2) = 2.59 + 0.133 \cdot \%BF + 0.118 \cdot L_{BF} - 0.185 \cdot \%func$$

En las figuras 5.39 (viscosidad alta) y 5.40 (viscosidad baja) se han graficado cuatro casos representativos.

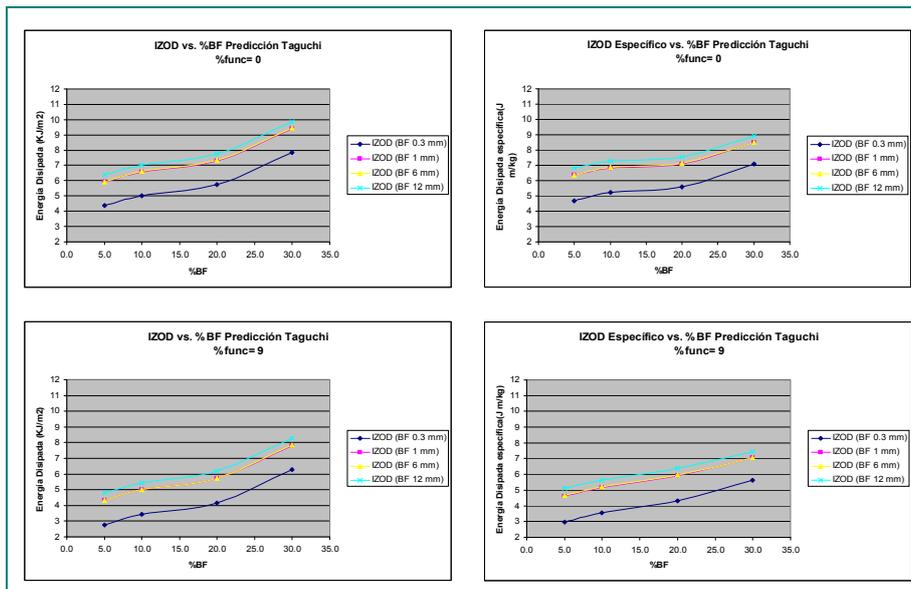


Figura 5.39: Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial en compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de alta viscosidad

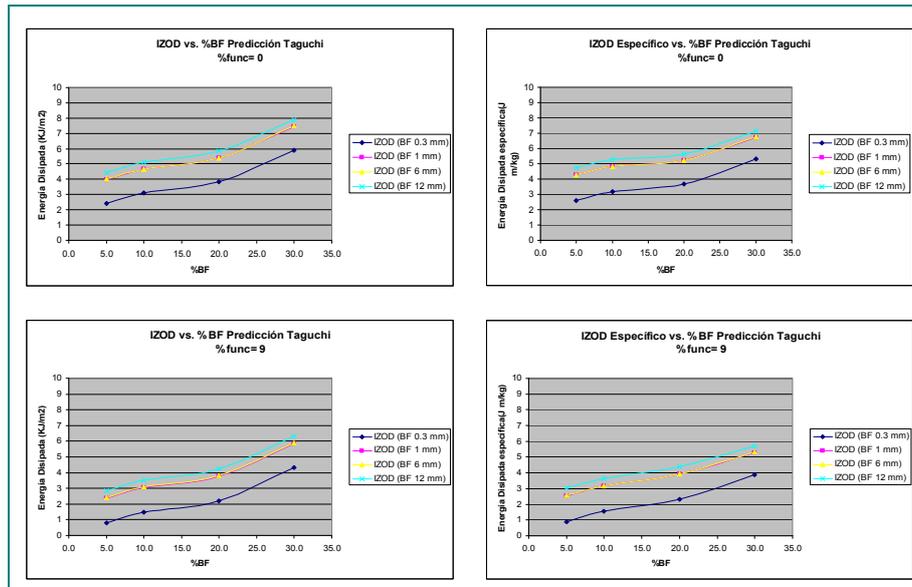


Figura 5.40: Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial en compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de baja viscosidad

5.6.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto

En la [figura 5.41](#) se presentan los resultados comparativos reales (obtenidos de los 16 experimentos implementados) de la energía disipada en ensayo uniaxial (Izod con entalla) para los compuestos de vidrio y basalto. Destaca la influencia de la concentración de la fibra de refuerzo ([figura 5.41 \(b\)](#)) y de la viscosidad de la matriz ([figura 5.41 \(c\)](#))

Analizando las gráficas, puede apreciarse que los resultados reales obtenidos para las fibras de vidrio y basalto son bastante parecidos.

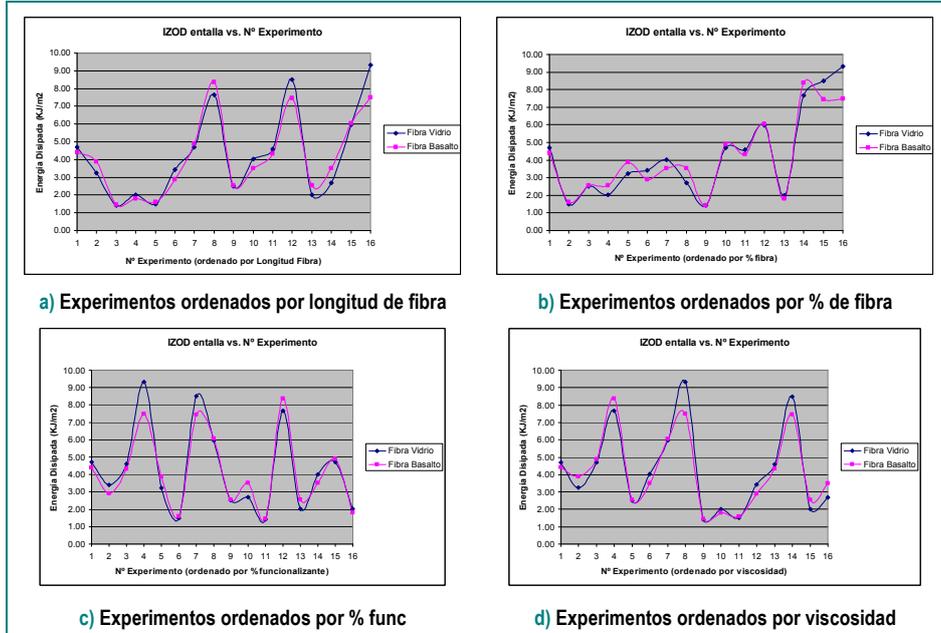


Figura 5.41: Comparación de la energía disipada ante impacto uniaxial entre compuestos de fibra de vidrio y basalto

Para concluir el estudio sobre la energía disipada ante impacto uniaxial, en la figura 5.42 se presenta una comparación simplificada de los dos tipos de fibras.

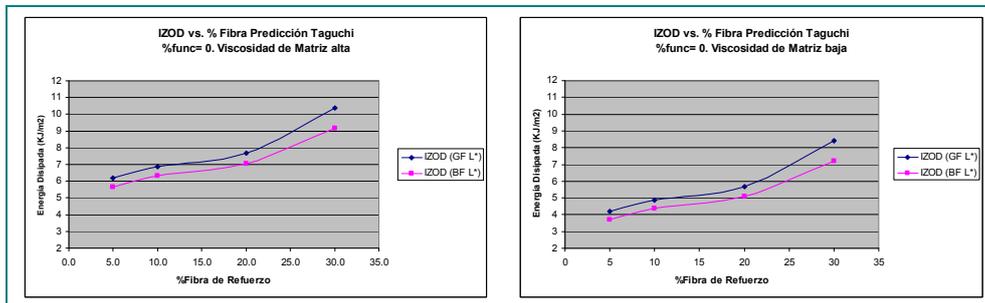


Figura 5.42: Comparación de la energía disipada ante impacto uniaxial en compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto para distinta viscosidad de matriz

Como puede apreciarse (figura 5.42 (a) y (b)) el comportamiento ante impacto uniaxial de los compuestos de fibra de vidrio es ligeramente superior al que presentan los compuestos de fibra de basalto.

	L Fibra (mm)	%Fibra	%func	IZOD (GF)	IZOD(ρ)(GF)	IZOD (BF)	IZOD(ρ)(BF)
1	0.3	5	0	4.8	5.2	4.4	4.7
2	0.3	5	3	4.1	4.4	4.3	4.6
3	0.3	5	6	2.8	3.1	3.5	3.8
4	0.3	5	9	2.5	2.7	2.8	3.0
5	0.3	10	0	5.4	5.7	5.0	5.2
6	0.3	10	3	4.7	4.9	5.0	5.2
7	0.3	10	6	3.5	3.6	4.2	4.4
8	0.3	10	9	3.1	3.2	3.4	3.6
9	0.3	20	0	6.3	6.1	5.8	5.6
10	0.3	20	3	5.6	5.4	5.7	5.6
11	0.3	20	6	4.3	4.2	5.0	4.8
12	0.3	20	9	3.9	3.8	4.2	4.0
13	0.3	30	0	9.0	8.1	7.9	7.1
14	0.3	30	3	8.3	7.4	7.8	7.1
15	0.3	30	6	7.0	6.3	7.0	6.4
16	0.3	30	9	6.6	6.0	6.3	5.6
17	1	5	0	6.3	6.8	5.9	6.3
18	1	5	3	5.6	6.0	5.9	6.3
19	1	5	6	4.3	4.7	5.1	5.5
20	1	5	9	3.9	4.3	4.3	4.6
21	1	10	0	6.9	7.2	6.6	6.8
22	1	10	3	6.2	6.5	6.6	6.8
23	1	10	6	5.0	5.2	5.8	6.0
24	1	10	9	4.6	4.8	5.0	5.2
25	1	20	0	7.7	7.5	7.3	7.1
26	1	20	3	7.0	6.8	7.3	7.1
27	1	20	6	5.8	5.6	6.5	6.3
28	1	20	9	5.4	5.2	5.7	5.5
29	1	30	0	10.4	9.4	9.4	8.5
30	1	30	3	9.7	8.8	9.4	8.5
31	1	30	6	8.5	7.7	8.6	7.8
32	1	30	9	8.1	7.3	7.8	7.0
33	6	5	0	6.8	7.4	5.9	6.4
34	6	5	3	6.1	6.6	5.9	6.3
35	6	5	6	4.9	5.3	5.1	5.5
36	6	5	9	4.5	4.9	4.3	4.7
37	6	10	0	7.5	7.8	6.6	6.8
38	6	10	3	6.8	7.1	6.6	6.8
39	6	10	6	5.6	5.8	5.8	6.0
40	6	10	9	5.2	5.4	5.0	5.2
41	6	20	0	8.3	8.1	7.3	7.1
42	6	20	3	7.6	7.4	7.3	7.1
43	6	20	6	6.4	6.2	6.5	6.3
44	6	20	9	6.0	5.8	5.7	5.6
45	6	30	0	11.0	9.9	9.4	8.5
46	6	30	3	10.3	9.3	9.4	8.5
47	6	30	6	9.1	8.2	8.6	7.8
48	6	30	9	8.7	7.8	7.8	7.1
49	12	5	0	6.9	7.5	6.4	6.8
50	12	5	3	6.2	6.7	6.3	6.8
51	12	5	6	5.0	5.4	5.6	6.0
52	12	5	9	4.6	5.0	4.8	5.1
53	12	10	0	7.6	7.9	7.0	7.3
54	12	10	3	6.9	7.2	7.0	7.3
55	12	10	6	5.7	5.9	6.2	6.5
56	12	10	9	5.3	5.5	5.4	5.6
57	12	20	0	8.4	8.1	7.8	7.5
58	12	20	3	7.7	7.5	7.7	7.5
59	12	20	6	6.5	6.3	7.0	6.8
60	12	20	9	6.1	5.9	6.2	6.0
61	12	30	0	11.1	10.0	9.9	8.9
62	12	30	3	10.4	9.4	9.8	8.9
63	12	30	6	9.2	8.3	9.1	8.2
64	12	30	9	8.8	7.9	8.3	7.5

Tabla 5.IX: Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto uniaxial para matriz de alta viscosidad utilizando el método de Taguchi

ESTUDIO I: INFLUENCIA VARIABLES DE DISEÑO DEL MATERIAL EN PROPIEDADES 236

	L Fibra (mm)	%Fibra	%func	IZOD (GF)	IZOD/ρ(GF)	IZOD (BF)	IZOD/ρ(BF)
1	0.3	5	0	2.8	3.0	2.4	2.6
2	0.3	5	3	2.1	2.2	2.4	2.6
3	0.3	5	6	0.8	0.9	1.6	1.7
4	0.3	5	9	0.5	0.5	0.8	0.9
5	0.3	10	0	3.4	3.6	3.1	3.2
6	0.3	10	3	2.7	2.8	3.1	3.2
7	0.3	10	6	1.5	1.6	2.3	2.4
8	0.3	10	9	1.1	1.2	1.5	1.5
9	0.3	20	0	4.3	4.1	3.8	3.7
10	0.3	20	3	3.6	3.4	3.8	3.7
11	0.3	20	6	2.3	2.3	3.0	2.9
12	0.3	20	9	1.9	1.9	2.2	2.2
13	0.3	30	0	7.0	6.3	5.9	5.3
14	0.3	30	3	6.3	5.6	5.9	5.3
15	0.3	30	6	5.0	4.5	5.1	4.6
16	0.3	30	9	4.6	4.2	4.3	3.9
17	1	5	0	4.3	4.6	4.0	4.3
18	1	5	3	3.6	3.9	3.9	4.2
19	1	5	6	2.3	2.5	3.2	3.4
20	1	5	9	1.9	2.1	2.4	2.5
21	1	10	0	4.9	5.1	4.6	4.8
22	1	10	3	4.2	4.4	4.6	4.8
23	1	10	6	3.0	3.1	3.8	4.0
24	1	10	9	2.6	2.7	3.0	3.2
25	1	20	0	5.7	5.6	5.4	5.2
26	1	20	3	5.0	4.9	5.3	5.2
27	1	20	6	3.8	3.7	4.6	4.4
28	1	20	9	3.4	3.3	3.8	3.7
29	1	30	0	8.4	7.6	7.5	6.7
30	1	30	3	7.7	7.0	7.4	6.7
31	1	30	6	6.5	5.9	6.7	6.0
32	1	30	9	6.1	5.5	5.9	5.3
33	6	5	0	4.8	5.2	4.0	4.3
34	6	5	3	4.1	4.5	4.0	4.3
35	6	5	6	2.9	3.1	3.2	3.4
36	6	5	9	2.5	2.7	2.4	2.6
37	6	10	0	5.5	5.7	4.7	4.8
38	6	10	3	4.8	5.0	4.6	4.8
39	6	10	6	3.6	3.7	3.9	4.0
40	6	10	9	3.2	3.3	3.1	3.2
41	6	20	0	6.3	6.1	5.4	5.2
42	6	20	3	5.6	5.4	5.4	5.2
43	6	20	6	4.4	4.2	4.6	4.5
44	6	20	9	4.0	3.9	3.8	3.7
45	6	30	0	9.0	8.1	7.5	6.8
46	6	30	3	8.3	7.5	7.5	6.7
47	6	30	6	7.1	6.4	6.7	6.0
48	6	30	9	6.7	6.0	5.9	5.3
49	12	5	0	4.9	5.3	4.4	4.7
50	12	5	3	4.2	4.6	4.4	4.7
51	12	5	6	3.0	3.3	3.6	3.9
52	12	5	9	2.6	2.8	2.8	3.0
53	12	10	0	5.6	5.8	5.1	5.3
54	12	10	3	4.9	5.1	5.1	5.2
55	12	10	6	3.7	3.8	4.3	4.4
56	12	10	9	3.3	3.4	3.5	3.6
57	12	20	0	6.4	6.2	5.8	5.7
58	12	20	3	5.7	5.5	5.8	5.6
59	12	20	6	4.5	4.3	5.0	4.9
60	12	20	9	4.1	4.0	4.2	4.1
61	12	30	0	9.1	8.2	7.9	7.1
62	12	30	3	8.4	7.6	7.9	7.1
63	12	30	6	7.2	6.5	7.1	6.4
64	12	30	9	6.8	6.1	6.3	5.7

Tabla 5.X: Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto uniaxial para matriz de baja viscosidad utilizando el método de Taguchi

5.6.4. Conclusiones para la energía disipada ante impacto uniaxial

Las principales conclusiones que pueden extraerse del análisis de los resultados obtenidos para la energía disipada ante impacto uniaxial de materiales compuestos reforzados con fibras de vidrio/basalto son las siguientes:

- No existe diferencia significativa entre utilizar fibra de vidrio y fibra de basalto para la fabricación de los materiales compuestos. Los resultados obtenidos con la fibra de vidrio son ligeramente superiores (7% en promedio) a los homólogos obtenidos con fibra de basalto
- Todas las variables analizadas, excepto el diámetro de la fibra de refuerzo, han resultado vitales. A diferencia de las propiedades mecánicas analizadas hasta este momento, cobra importancia tanto la viscosidad de la matriz polimérica como las variables que regulan el grado de adhesión entre la fibra y la matriz
- El gran número de variables vitales obtenido y el comportamiento de la energía disipada ante impacto uniaxial respecto a las variables analizadas se explica por la cantidad y complejidad de los mecanismos involucrados en el proceso de disipación de energía durante la rotura del material
- Aunque el comportamiento de los dos tipos de fibras es similar, analizando el comportamiento de las dos fibras frente a la variable longitud de fibra se ha observado una diferencia. El fenómeno de saturación respecto a esta variable se consigue antes en el caso de la fibra de basalto (1 mm) que para la fibra de vidrio (6 mm)

5.7. ANÁLISIS DE LA ENERGÍA DISIPADA EN IMPACTO UNIAxIAL (IZOD CON ENTALLA) A BAJA TEMPERATURA

A continuación se muestran los resultados obtenidos para la energía disipada en impacto uniaxial (Izod con entalla) a baja temperatura (-20°C).

5.7.1. Compuestos de Fibra de Vidrio

Como puede apreciarse en la figura 5.43 el valor de la línea base, en este caso, es de 4.7 KJ/m².

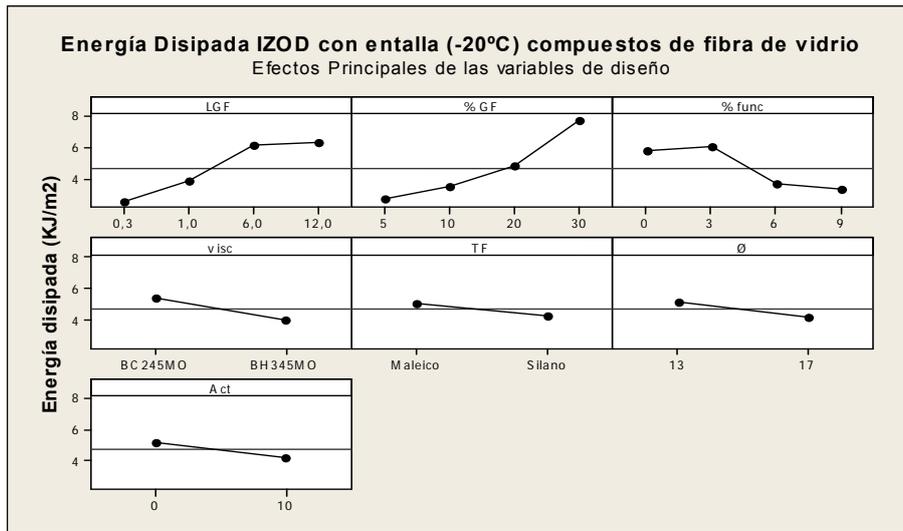


Figura 5.43: Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla a -20°C) para compuestos de fibra de vidrio

Analizando la figura 5.44 se deduce que las variables vitales son, por orden de influencia, la concentración de la fibra (%GF), la longitud de la fibra (LGF), la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica (%func), la viscosidad de la matriz polimérica (visc), el diámetro de la fibra (Ø), la activación de la fibra (Act) y el tipo de funcionalizante de la matriz polimérica (TF).

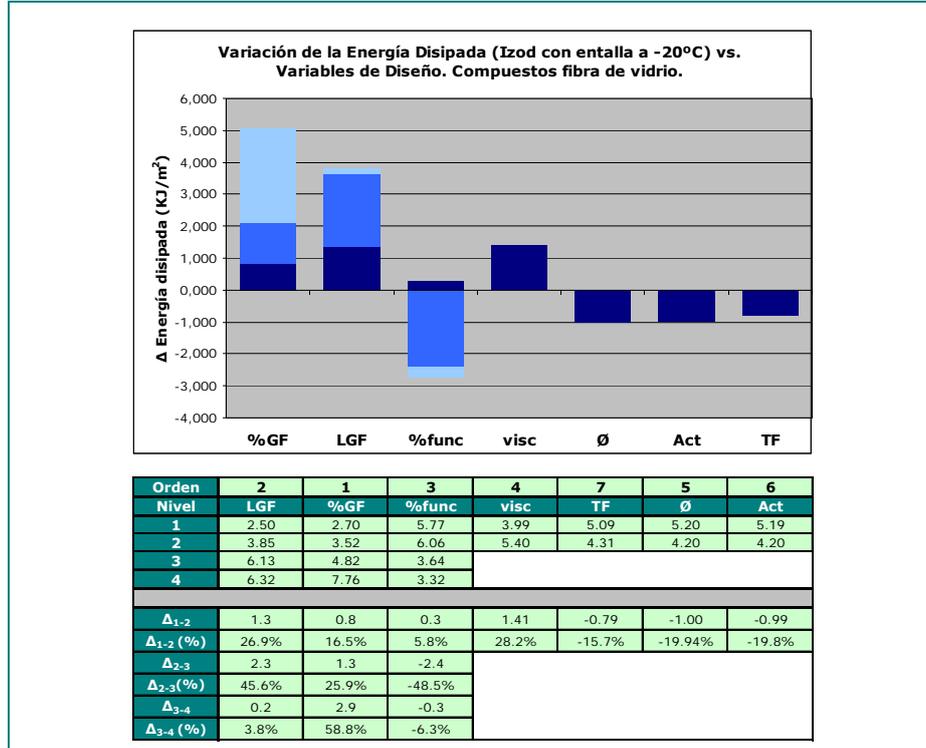


Figura 5.44: Jerarquización de variables para la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla a -20°C) para compuestos de fibra de vidrio

La variable longitud de fibra presenta un comportamiento saturado a un valor de aproximadamente 6 mm. La variable concentración de funcionalizante presenta un comportamiento singular. La variable concentración de fibra presenta un comportamiento progresivo.

Aplicando de forma estricta el criterio establecido para determinar cuando una variable es vital, podríamos haber eliminado la variable “*tipo de funcionalizante*” (TF). Sin embargo, debido a que el orden de magnitud de la influencia de esta variable es similar al de las tres últimas variables (Act, Ø y visc), se ha decidido considerar a todas las variables como vitales.

Modelo lineal de la energía disipada en ensayo uniaxial (Izod con entalla) a baja temperatura para compuestos de fibra de vidrio

De la misma forma que ocurría anteriormente, en el caso de la energía disipada en ensayo uniaxial a baja temperatura existen variables categóricas que son vitales. En particular, la variable categórica más importante es la viscosidad de la matriz polimérica.

Con los resultados obtenidos de la predicción de Taguchi (tablas 5.XI y 5.XII) y fijando las variables categóricas “*tipo de funcionalizante*”, “*activación de la fibra de refuerzo*” y “*diámetro*” en el valor para el cual se obtienen los mejores resultados (anhídrido maleico, no activación ácida y 13μ), los modelos lineales obtenidos son los siguientes:

Para el caso de alta viscosidad de la matriz polimérica

$$\text{Izod}_{\text{GF-20}^\circ\text{C}} (\text{KJ/m}^2) = 3.61 + 0.196 \cdot \%_{\text{GF}} + 0.3 \cdot L_{\text{GF}} - 0.324 \cdot \%_{\text{func}}$$

Para el caso de baja viscosidad de la matriz polimérica

$$\text{Izod}_{\text{GF-20}^\circ\text{C}} (\text{KJ/m}^2) = 2.21 + 0.196 \cdot \%_{\text{GF}} + 0.3 \cdot L_{\text{GF}} - 0.324 \cdot \%_{\text{func}}$$

En las figuras 5.45 (viscosidad alta) y 5.46 (viscosidad baja) se han graficado cuatro casos representativos.

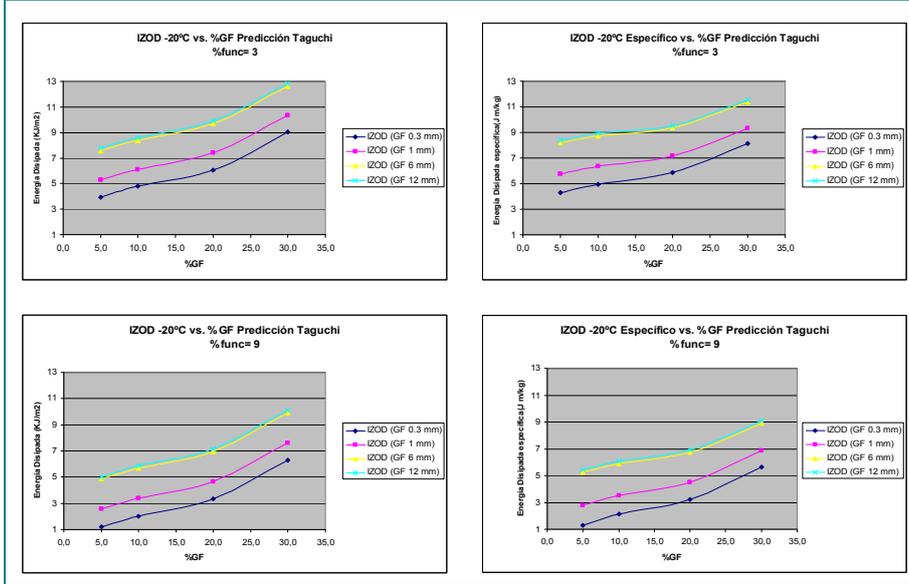


Figura 5.45: Predicciones para la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial a baja temperatura compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de alta viscosidad

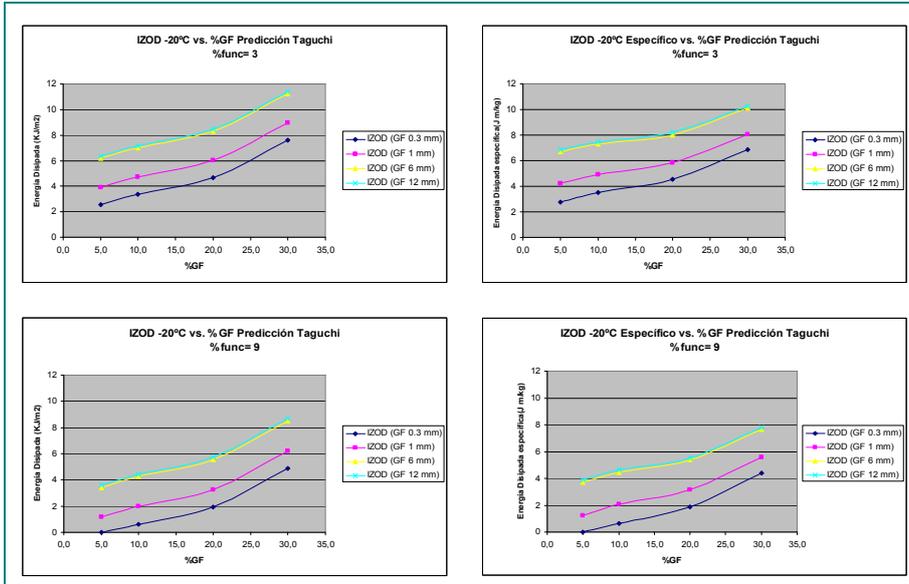


Figura 5.46: Predicciones para la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial a baja temperatura, compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de baja viscosidad

5.7.2. Compuestos de Fibra de Basalto

Como puede apreciarse en la [figura 5.47](#) el valor de la línea base, en este caso, es de 4.6 KJ/m².

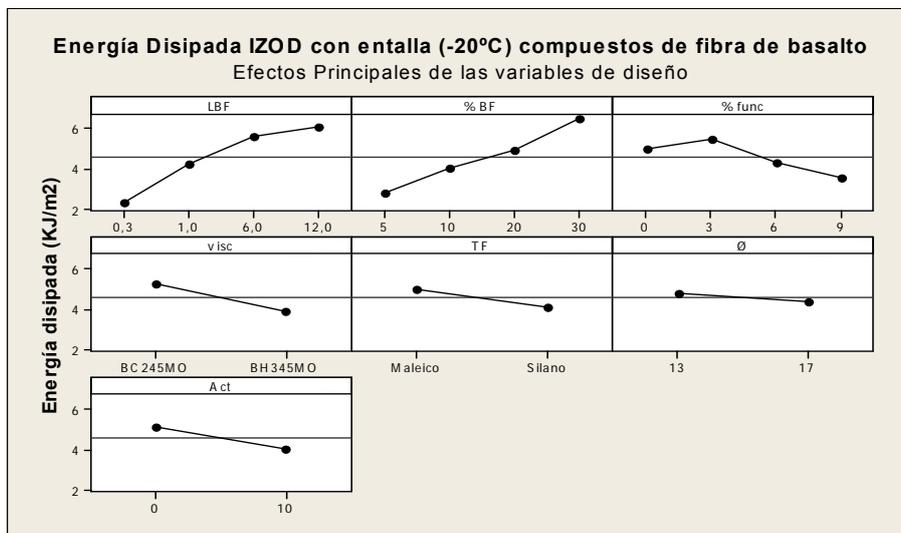


Figura 5.47: Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla a -20°C) para compuestos de fibra de basalto

Analizando la [figura 5.48](#) se deduce que las variables vitales son, por orden de influencia, la longitud de la fibra (LBF), la concentración de la fibra (%BF), la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica (%func), la viscosidad de la matriz polimérica (visc), la activación de la fibra (Act) y el tipo de funcionalizante de la matriz polimérica (TF).

La única variable que, para la propiedad mecánica analizada, no ha resultado vital es el diámetro de la fibra de refuerzo. Como puede apreciarse, la influencia de las variables longitud de la fibra (LBF), concentración de la fibra (%BF) y concentración de funcionalizante (%func) es del mismo orden de magnitud.

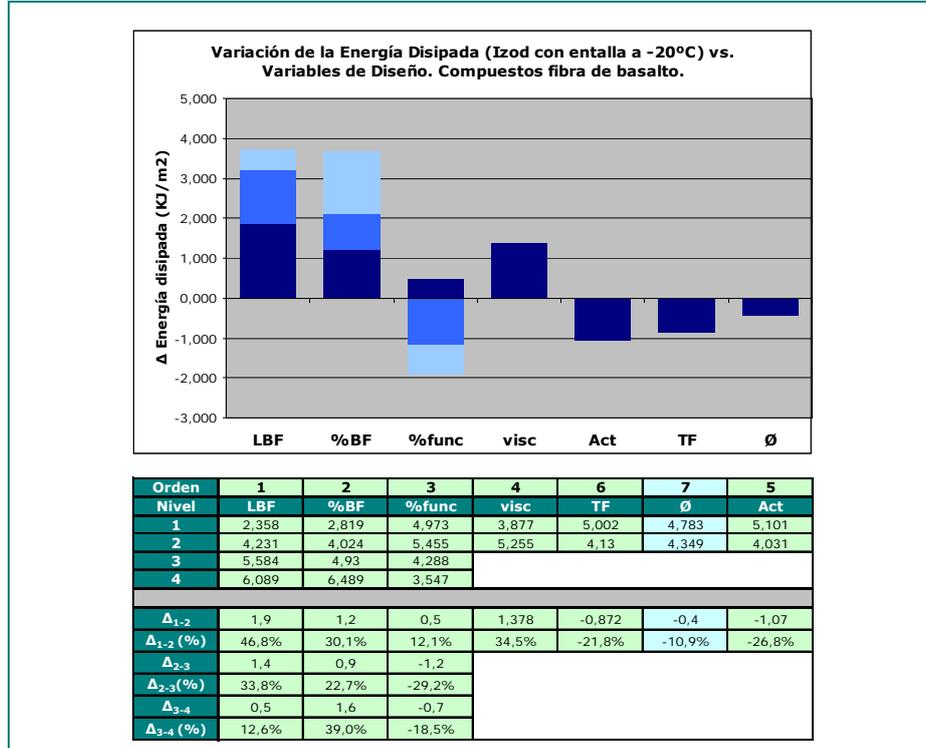


Figura 5.48: Jerarquización de variables para la Energía Disipada ante Impacto Uniaxial (Izod con entalla a -20°C) para compuestos de fibra de basalto

La variable longitud de fibra presenta un comportamiento intermedio entre el progresivo y el saturado. Se aprecia un principio de saturación en el entorno de 6 mm aunque menos marcado que en el caso de compuestos de fibra de vidrio. La concentración de la fibra presenta un comportamiento progresivo y la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica presenta un comportamiento singular.

Modelo lineal de la energía disipada en ensayo uniaxial (Izod con entalla) a baja temperatura para compuestos de fibra de basalto

Siguiendo el mismo procedimiento que en el caso de los compuestos de fibra de vidrio, los modelos lineales obtenidos, a partir de los resultados presentados en las [tablas 5.XI y 5.XII](#) al aplicar la predicción de Taguchi son los siguientes:

Para el caso de alta viscosidad de la matriz polimérica

$$Izod_{BF -20^{\circ}C} (KJ/m^2) = 3.74 + 0.138 \cdot \%BF + 0.266 \cdot L_{BF} - 0.18 \cdot \%func$$

Para el caso de baja viscosidad de la matriz polimérica

$$Izod_{BF -20^{\circ}C} (KJ/m^2) = 2.36 + 0.138 \cdot \%BF + 0.266 \cdot L_{BF} - 0.18 \cdot \%func$$

En las figuras 5.49 (viscosidad alta) y 5.50 (viscosidad baja) se han graficado cuatro casos representativos.

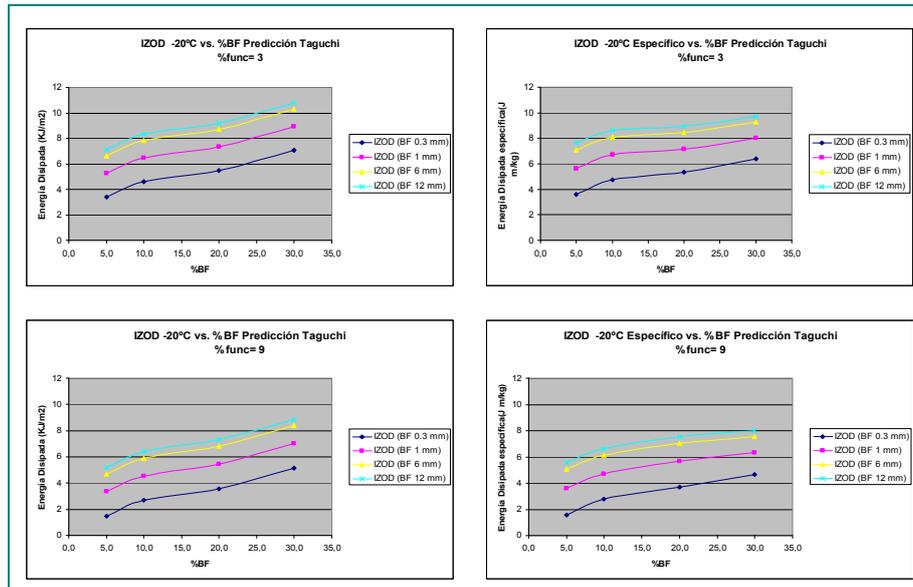


Figura 5.49: Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura, compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de alta viscosidad

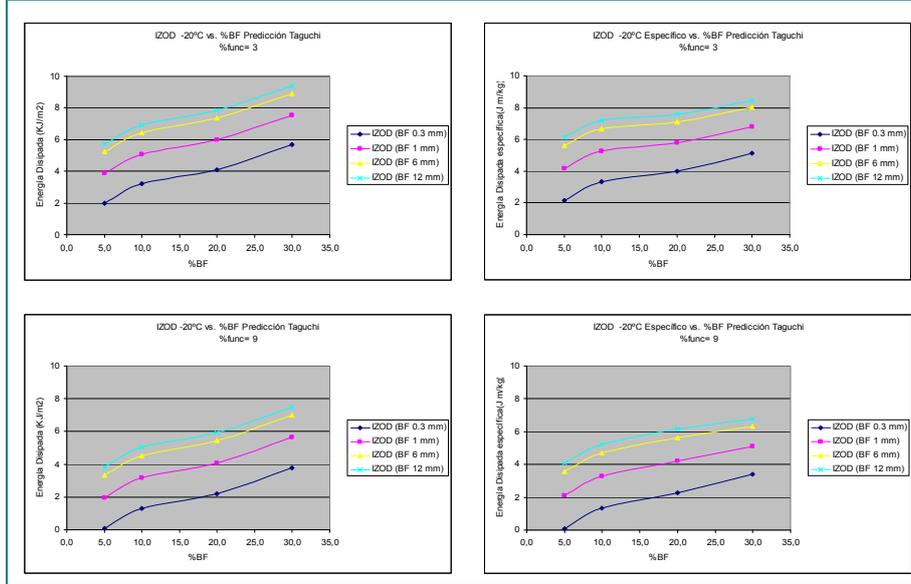


Figura 5.50: Predicciones para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura, compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de baja viscosidad

5.7.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto

En la [figura 5.51](#) se presentan los resultados comparativos reales (obtenidos de los 16 experimentos implementados) de la energía disipada en ensayo uniaxial (Izod con entalla a -20°C) para los compuestos de vidrio y basalto.

Analizando las gráficas anteriores, puede apreciarse que los resultados reales obtenidos para las fibras de vidrio y basalto son bastante parecidos.

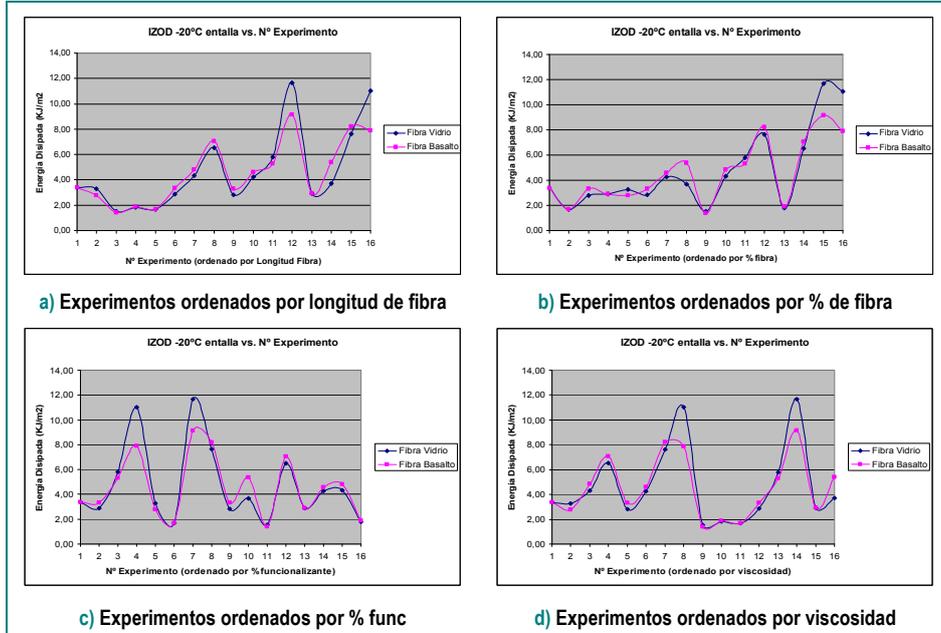


Figura 5.51: Comparación de la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura entre compuestos de fibra de vidrio y basalto

Para concluir el estudio sobre la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura, en la [figura 5.52](#) se presenta una comparación simplificada de los dos tipos de fibras.

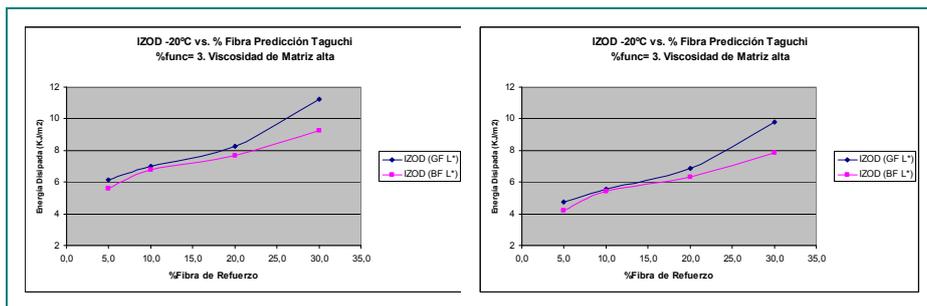


Figura 5.52: Comparación de la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura en compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto

Como puede apreciarse ([figura 5.52 \(a\)](#) y [\(b\)](#)), las diferencias de comportamiento respecto a la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura de los dos tipos de fibra no es significativa, aunque, a altas concentraciones de fibra, se observa mejor comportamiento de la fibra de vidrio frente a la fibra de basalto.

	L Fibra (mm)	%Fibra	%func	IZOD (GF)	IZOD/ρ(GF)	IZOD (BF)	IZOD/ρ(BF)
1	0,3	5	0	3,7	4,0	2,9	3,1
2	0,3	5	3	4,0	4,3	3,4	3,6
3	0,3	5	6	1,5	1,7	2,2	2,4
4	0,3	5	9	1,2	1,3	1,5	1,6
5	0,3	10	0	4,5	4,7	4,1	4,2
6	0,3	10	3	4,8	5,0	4,6	4,7
7	0,3	10	6	2,4	2,4	3,4	3,5
8	0,3	10	9	2,0	2,1	2,7	2,8
9	0,3	20	0	5,8	5,6	5,0	4,9
10	0,3	20	3	6,1	5,9	5,5	5,3
11	0,3	20	6	3,7	3,5	4,3	4,2
12	0,3	20	9	3,3	3,2	3,6	3,5
13	0,3	30	0	8,7	7,9	6,6	5,9
14	0,3	30	3	9,0	8,1	7,0	6,4
15	0,3	30	6	6,6	5,9	5,9	5,3
16	0,3	30	9	6,3	5,7	5,1	4,6
17	1	5	0	5,0	5,4	4,8	5,1
18	1	5	3	5,3	5,7	5,3	5,6
19	1	5	6	2,9	3,1	4,1	4,4
20	1	5	9	2,6	2,8	3,3	3,6
21	1	10	0	5,8	6,1	6,0	6,2
22	1	10	3	6,1	6,4	6,5	6,7
23	1	10	6	3,7	3,8	5,3	5,5
24	1	10	9	3,4	3,5	4,5	4,7
25	1	20	0	7,1	6,9	6,9	6,7
26	1	20	3	7,4	7,2	7,4	7,1
27	1	20	6	5,0	4,8	6,2	6,0
28	1	20	9	4,7	4,5	5,5	5,3
29	1	30	0	10,1	9,1	8,4	7,6
30	1	30	3	10,4	9,3	8,9	8,0
31	1	30	6	7,9	7,2	7,8	7,0
32	1	30	9	7,6	6,9	7,0	6,3
33	6	5	0	7,3	7,9	6,1	6,6
34	6	5	3	7,6	8,2	6,6	7,1
35	6	5	6	5,2	5,6	5,4	5,8
36	6	5	9	4,8	5,2	4,7	5,0
37	6	10	0	8,1	8,4	7,3	7,6
38	6	10	3	8,4	8,7	7,8	8,1
39	6	10	6	6,0	6,2	6,6	6,9
40	6	10	9	5,7	5,9	5,9	6,1
41	6	20	0	9,4	9,1	8,2	8,0
42	6	20	3	9,7	9,4	8,7	8,5
43	6	20	6	7,3	7,0	7,5	7,3
44	6	20	9	7,0	6,7	6,8	6,6
45	6	30	0	12,3	11,1	9,8	8,8
46	6	30	3	12,6	11,4	10,3	9,3
47	6	30	6	10,2	9,2	9,1	8,2
48	6	30	9	9,9	8,9	8,4	7,5
49	12	5	0	7,5	8,1	6,6	7,1
50	12	5	3	7,8	8,4	7,1	7,6
51	12	5	6	5,3	5,8	5,9	6,4
52	12	5	9	5,0	5,4	5,2	5,6
53	12	10	0	8,3	8,6	7,8	8,1
54	12	10	3	8,6	8,9	8,3	8,6
55	12	10	6	6,2	6,4	7,1	7,4
56	12	10	9	5,9	6,1	6,4	6,6
57	12	20	0	9,6	9,3	8,7	8,5
58	12	20	3	9,9	9,6	9,2	8,9
59	12	20	6	7,5	7,2	8,1	7,8
60	12	20	9	7,2	6,9	7,3	7,1
61	12	30	0	12,5	11,3	10,3	9,3
62	12	30	3	12,8	11,6	10,8	9,7
63	12	30	6	10,4	9,4	9,6	8,7
64	12	30	9	10,1	9,1	8,9	8,0

Tabla 5.XI: Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura para matriz de alta viscosidad utilizando el método de Taguchi

ESTUDIO I: INFLUENCIA VARIABLES DE DISEÑO DEL MATERIAL EN PROPIEDADES 248

	L Fibra (mm)	%Fibra	%func	IZOD (GF)	IZOD/ρ(GF)	IZOD (BF)	IZOD/ρ(BF)
1	0.3	5	0	2.3	2.4	1.5	1.6
2	0.3	5	3	2.5	2.8	2.0	2.1
3	0.3	5	6	0.1	0.1	0.8	0.9
4	0.3	5	9	0.0	0.0	0.1	0.1
5	0.3	10	0	3.1	3.2	2.7	2.8
6	0.3	10	3	3.4	3.5	3.2	3.3
7	0.3	10	6	0.9	1.0	2.0	2.1
8	0.3	10	9	0.6	0.7	1.3	1.3
9	0.3	20	0	4.4	4.2	3.6	3.5
10	0.3	20	3	4.7	4.5	4.1	4.0
11	0.3	20	6	2.2	2.2	2.9	2.9
12	0.3	20	9	1.9	1.9	2.2	2.1
13	0.3	30	0	7.3	6.6	5.2	4.7
14	0.3	30	3	7.6	6.9	5.7	5.1
15	0.3	30	6	5.2	4.7	4.5	4.1
16	0.3	30	9	4.9	4.4	3.8	3.4
17	1	5	0	3.6	3.9	3.4	3.6
18	1	5	3	3.9	4.2	3.9	4.2
19	1	5	6	1.5	1.6	2.7	2.9
20	1	5	9	1.2	1.2	2.0	2.1
21	1	10	0	4.4	4.6	4.6	4.8
22	1	10	3	4.7	4.9	5.1	5.3
23	1	10	6	2.3	2.4	3.9	4.0
24	1	10	9	2.0	2.1	3.2	3.3
25	1	20	0	5.7	5.5	5.5	5.3
26	1	20	3	6.0	5.8	6.0	5.8
27	1	20	6	3.6	3.5	4.8	4.7
28	1	20	9	3.3	3.2	4.1	4.0
29	1	30	0	8.7	7.9	7.1	6.4
30	1	30	3	9.0	8.1	7.5	6.8
31	1	30	6	6.5	5.9	6.4	5.7
32	1	30	9	6.2	5.6	5.6	5.1
33	6	5	0	5.9	6.4	4.7	5.1
34	6	5	3	6.2	6.7	5.2	5.6
35	6	5	6	3.7	4.1	4.1	4.4
36	6	5	9	3.4	3.7	3.3	3.6
37	6	10	0	6.7	7.0	5.9	6.2
38	6	10	3	7.0	7.3	6.4	6.7
39	6	10	6	4.6	4.8	5.3	5.4
40	6	10	9	4.3	4.4	4.5	4.7
41	6	20	0	8.0	7.7	6.9	6.6
42	6	20	3	8.3	8.0	7.3	7.1
43	6	20	6	5.9	5.7	6.2	6.0
44	6	20	9	5.6	5.4	5.4	5.3
45	6	30	0	10.9	9.9	8.4	7.6
46	6	30	3	11.2	10.1	8.9	8.0
47	6	30	6	8.8	7.9	7.7	7.0
48	6	30	9	8.5	7.7	7.0	6.3
49	12	5	0	6.1	6.6	5.2	5.6
50	12	5	3	6.4	6.9	5.7	6.1
51	12	5	6	3.9	4.3	4.6	4.9
52	12	5	9	3.6	3.9	3.8	4.1
53	12	10	0	6.9	7.2	6.5	6.7
54	12	10	3	7.2	7.5	6.9	7.2
55	12	10	6	4.8	5.0	5.8	6.0
56	12	10	9	4.4	4.6	5.0	5.2
57	12	20	0	8.2	7.9	7.4	7.1
58	12	20	3	8.5	8.2	7.8	7.6
59	12	20	6	6.1	5.9	6.7	6.5
60	12	20	9	5.7	5.6	5.9	5.8
61	12	30	0	11.1	10.0	8.9	8.0
62	12	30	3	11.4	10.3	9.4	8.5
63	12	30	6	9.0	8.1	8.2	7.4
64	12	30	9	8.7	7.8	7.5	6.8

Tabla 5.XII: Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura para matriz de baja viscosidad utilizando el método de Taguchi

5.7.4. Conclusiones para la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura

Las principales conclusiones que pueden extraerse del análisis de los resultados obtenidos para la energía disipada ante impacto uniaxial (a baja temperatura) de materiales compuestos reforzados con fibras de vidrio/basalto son las siguientes:

- No existe diferencia significativa entre utilizar fibra de vidrio y fibra de basalto para la fabricación de los materiales compuestos. Los resultados obtenidos con la fibra de vidrio son ligeramente superiores (2.12 % en promedio) a los homólogos obtenidos con fibra de basalto
- Todas las variables analizadas tienen influencia en la propiedad mecánica analizada. Las principales variables vitales son las mismas que para el caso de energía disipada en impacto uniaxial a temperatura ambiente. Comparando los resultados obtenidos con el caso anterior (energía disipada en impacto uniaxial a temperatura ambiente) destaca el comportamiento de la longitud de fibra cuyo efecto sobre la energía disipada es más importante a baja temperatura
- De la misma manera que ocurre a temperatura ambiente, el gran número de variables vitales obtenido y el comportamiento de la energía disipada ante impacto uniaxial a baja temperatura respecto a las variables analizadas se explica por la cantidad y complejidad de los mecanismos involucrados en el proceso de disipación de energía durante la rotura del material

5.8. ANÁLISIS DE LA ENERGÍA DISIPADA EN IMPACTO BIAxIAL (PUNCTURE TEST)

La última propiedad mecánica que se ha estudiado ha sido la energía disipada en impacto biaxial (Puncture Test).

5.8.1. Compuestos de Fibra de Vidrio

Como puede apreciarse en la figura 5.53 el valor de la línea base, en este caso, es de 6.4 J.

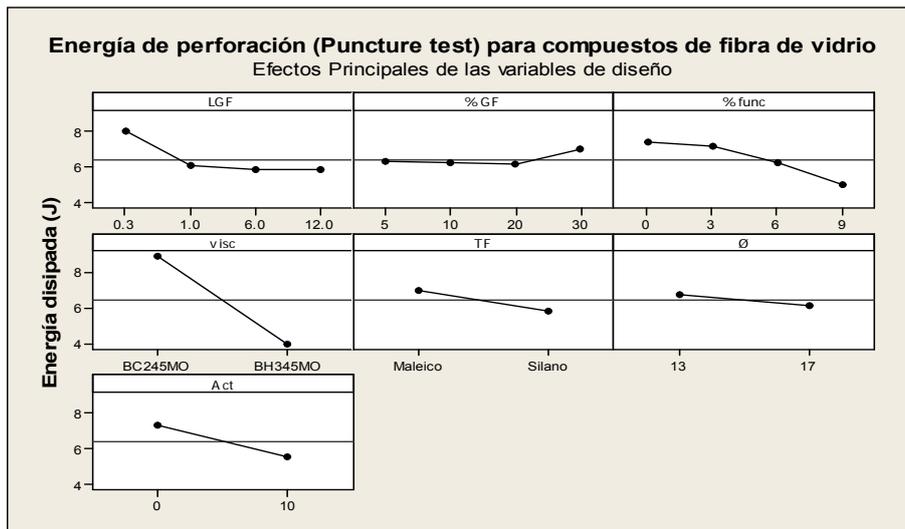


Figura 5.53: Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Biaxial (Puncture Test) para compuestos de fibra de vidrio

Analizando la figura 5.54 se deduce que las variables vitales son, por orden de influencia, la viscosidad (visc), la concentración del funcionalizante (%func), la longitud de la fibra (LGF), el grado de activación (Act), el tipo de funcionalizante (TF) y el porcentaje de fibra (%GF).

La variable longitud de fibra (LGF) presenta un comportamiento decreciente-saturado, la variable concentración de fibra (%GF) presentan un comportamiento singular y la variable concentración del funcionalizante (%func) presenta un comportamiento decreciente.

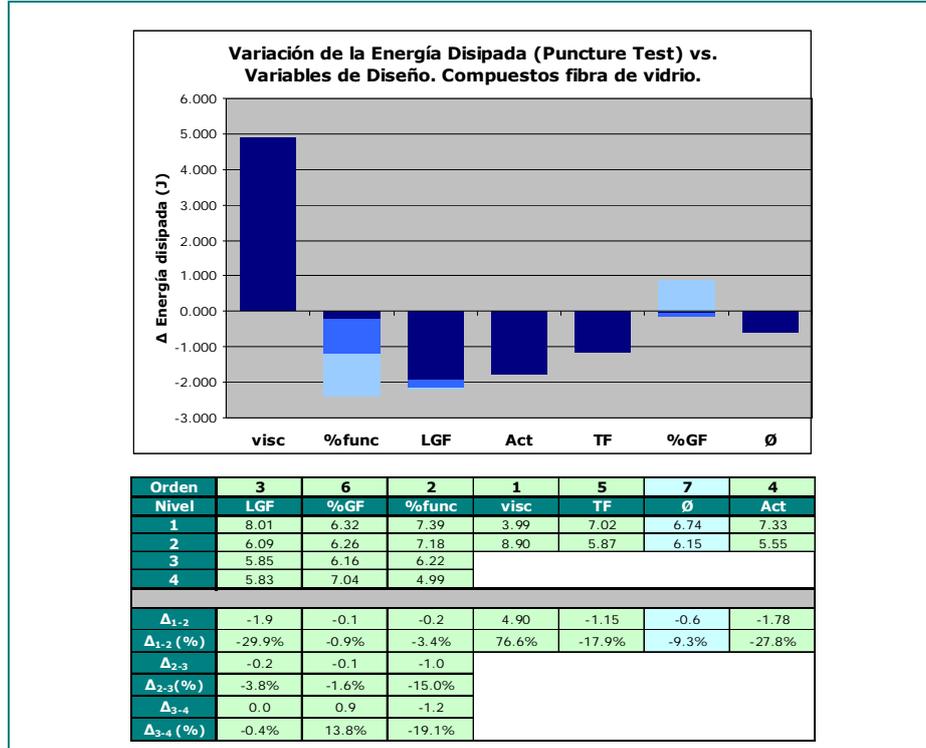


Figura 5.54: Jerarquización de variables para la Energía Disipada ante Impacto Biaxial (Puncture Test) para compuestos de fibra de vidrio

La única variable que, para la propiedad mecánica analizada, no ha resultado vital es el diámetro de la fibra de refuerzo. Como puede apreciarse, la influencia de la variable viscosidad de la matriz polimérica es significativamente más alta que el resto de las variables analizadas. La influencia de las variables concentración de funcionalizante (%func), longitud de la fibra (LGF) y activación de la fibra de refuerzo (Act) es del mismo orden de magnitud.

Modelo lineal de la energía disipada en ensayo biaxial (Puncture Test) para compuestos de fibra de vidrio

Igual que ocurría con la energía disipada en ensayo uniaxial, en el caso de la energía disipada en ensayo biaxial existen variables categóricas que son vitales. En particular, la variable más importante para la energía disipada en ensayo biaxial es la viscosidad de la matriz polimérica.

Fijando las variables categóricas “*tipo de funcionalizante*” y “*activación de la fibra de refuerzo*” en el valor para el cual se obtienen los mejores resultados (anhídrido maleico y no activación ácida), con los resultados obtenidos de la predicción de Taguchi (tablas 5.XIII y 5.XIV), los modelos lineales obtenidos son los siguientes:

Para el caso de alta viscosidad de la matriz polimérica

$$\text{Puncture}_{\text{GF}} (\text{J}) = 12.0 + 0.0264 \cdot \%_{\text{GF}} - 0.124 \cdot \mathbf{L}_{\text{GF}} - 0.272 \cdot \%_{\text{func}}$$

Para el caso de baja viscosidad de la matriz polimérica

$$\text{Puncture}_{\text{GF}} (\text{J}) = 7.14 + 0.0264 \cdot \%_{\text{GF}} - 0.124 \cdot \mathbf{L}_{\text{GF}} - 0.272 \cdot \%_{\text{func}}$$

En las figuras 5.55 (viscosidad alta) y 5.56 (viscosidad baja) se han graficado cuatro casos representativos.

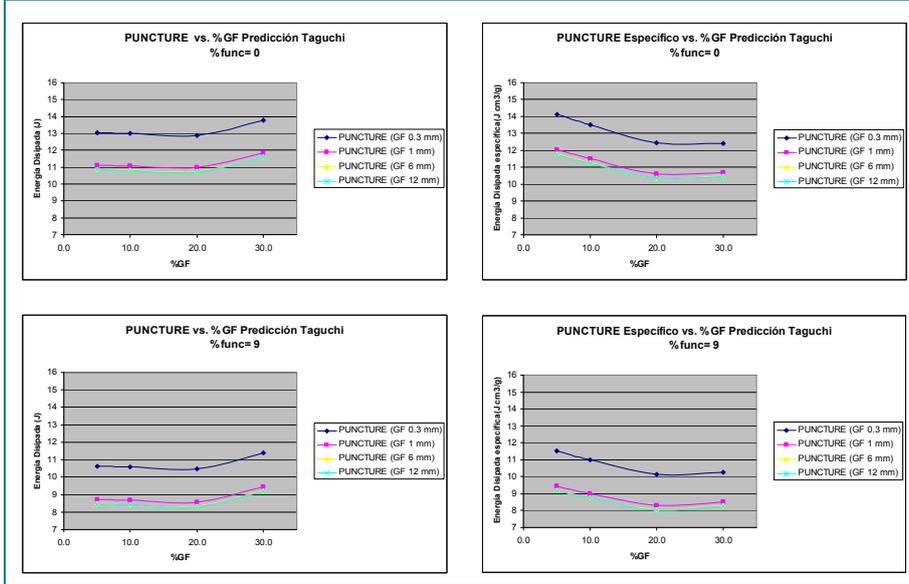


Figura 5.55: Predicciones para la energía disipada ante impacto biaxial en compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de alta viscosidad

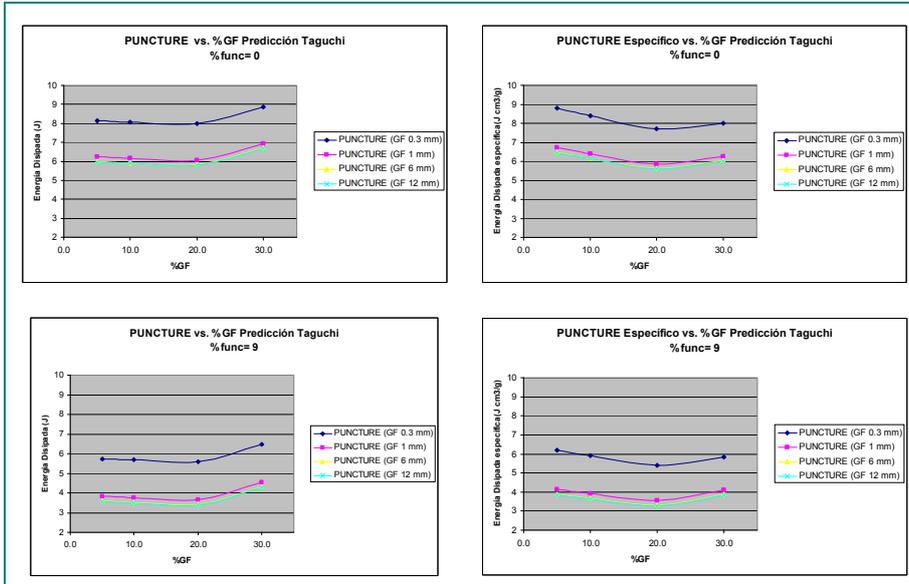


Figura 5.56: Predicciones para la energía disipada ante impacto biaxial en compuestos reforzados con fibra de vidrio y matriz de baja viscosidad

5.8.2. Compuestos de Fibra de Basalto

Como puede apreciarse en la [figura 5.57](#) el valor de la línea base, en este caso, es de 7.5 J.

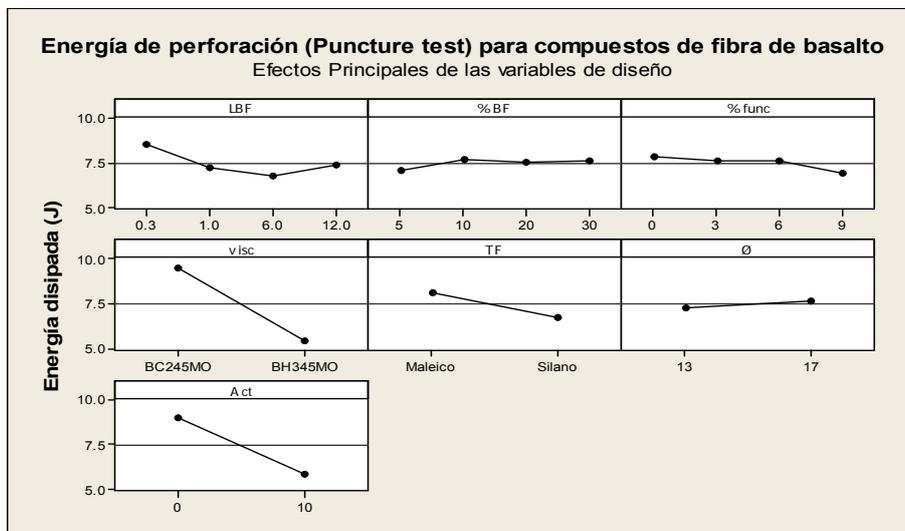


Figura 5.57: Contribución individual de cada variable de diseño a la Energía Disipada ante Impacto Biaxial (Puncture Test) para compuestos de fibra de basalto

Analizando la [figura 5.58](#) se deduce que las variables vitales son, por orden de influencia, la viscosidad de la matriz polimérica (visc), la activación de la fibra (Act), la longitud de la fibra (LBF), el tipo de funcionalizante de la matriz polimérica (TF), la concentración de funcionalizante de la matriz polimérica (%func) y la concentración de la fibra (%BF).

La variable longitud de fibra (LBF) presenta un comportamiento singular, la variable concentración del funcionalizante (%func) presenta un comportamiento decreciente y la variable concentración de la fibra (%BF) presenta un comportamiento saturado (aunque la influencia es mínima).

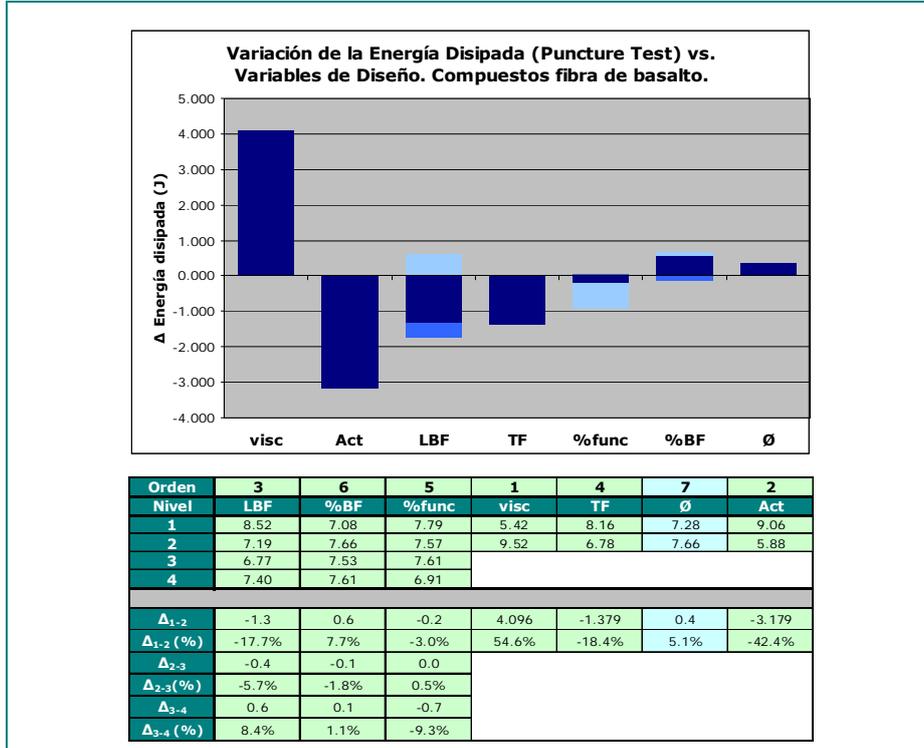


Figura 5.58: Jerarquización de variables de diseño para la Energía Disipada ante impacto biaxial en materiales compuestos de fibra de vidrio

La única variable que, para la propiedad mecánica analizada, no ha resultado vital es el diámetro de la fibra de refuerzo. Como puede apreciarse, la influencia de las variables viscosidad de la matriz polimérica y activación de la fibra es significativamente más alta que el resto de las variables analizadas.

Modelo lineal de la energía disipada en ensayo biaxial (Puncture Test) para compuestos de fibra de basalto

Utilizando el mismo planteamiento que el realizado en los compuestos de fibra de vidrio, con los resultados obtenidos de la predicción de Taguchi (tablas 5.XIII y 5.XIV), los modelos lineales obtenidos son los siguientes:

Para el caso de alta viscosidad de la matriz polimérica

$$\text{Puncture}_{BF} (J) = 12.0 + 0.0164 \cdot \%BF - 0.0504 \cdot L_{BF} - 0.0911 \cdot \%func$$

Para el caso de baja viscosidad de la matriz polimérica

$$\text{Puncture}_{BF} (J) = 7.94 + 0.0164 \cdot \%BF - 0.0504 \cdot L_{BF} - 0.0911 \cdot \%func$$

En las figuras 5.59 (viscosidad alta) y 5.60 (viscosidad baja) se han graficado cuatro casos representativos.

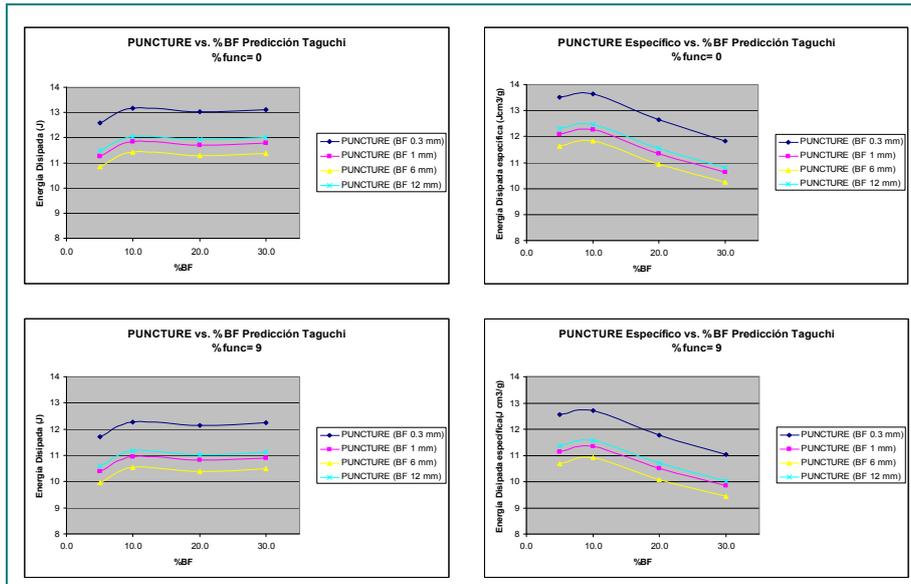


Figura 5.59: Predicciones para la energía disipada ante impacto biaxial en compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de alta viscosidad

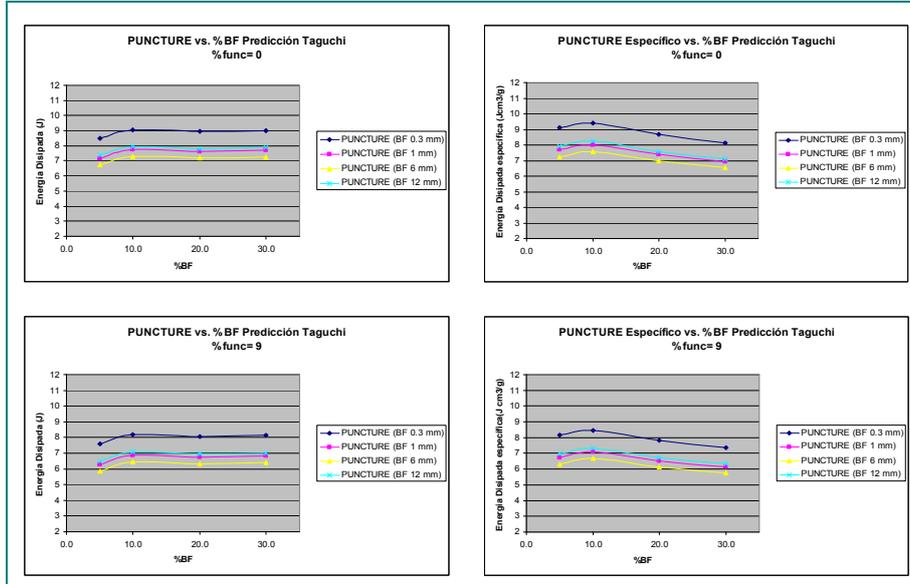


Figura 5.60: Predicciones para la energía disipada ante impacto biaxial en compuestos reforzados con fibra de basalto y matriz de baja viscosidad

5.8.3. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto

En la [figura 5.61](#) se presentan los resultados comparativos reales (obtenidos de los 16 experimentos implementados) de la energía disipada en ensayo biaxial (Puncture Test) para los compuestos de vidrio y basalto.

Analizando las gráficas, puede apreciarse que los resultados reales obtenidos para las fibras de vidrio y basalto son bastante parecidos. Destaca la influencia de la variable “*viscosidad*” en la energía disipada en ensayo biaxial ([figuras 5.61 \(c\)](#))

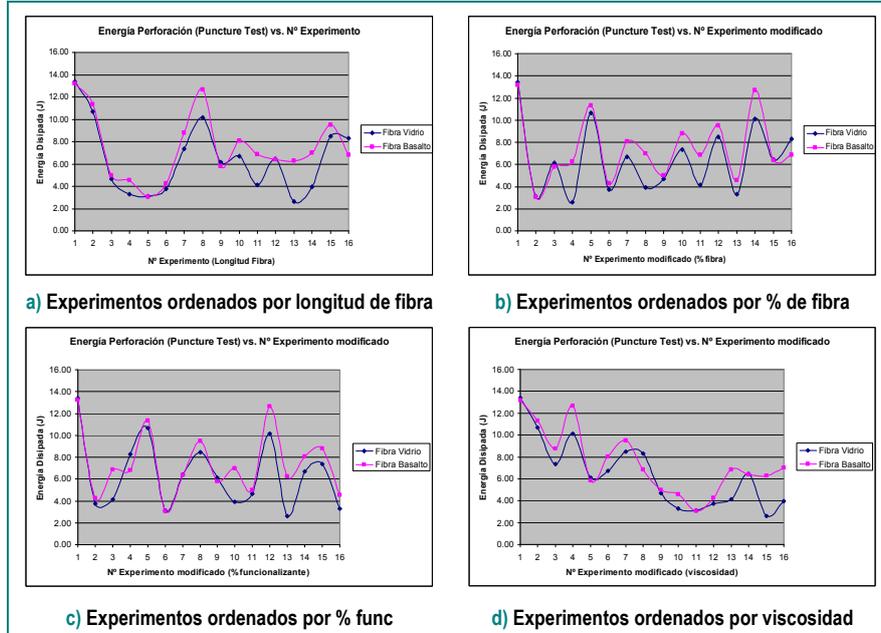


Figura 5.61: Comparación de la energía disipada ante impacto biaxial entre compuestos de fibra de vidrio y basalto

Para concluir el estudio sobre la energía disipada ante impacto biaxial, en la figura 5.62 se presenta una comparación simplificada de los dos tipos de fibras. Como puede apreciarse (figura 5.62 (a) y (b)) las diferencias de comportamiento respecto a la energía disipada ante impacto biaxial de los dos tipos de fibra es más importante para viscosidad de matriz baja.

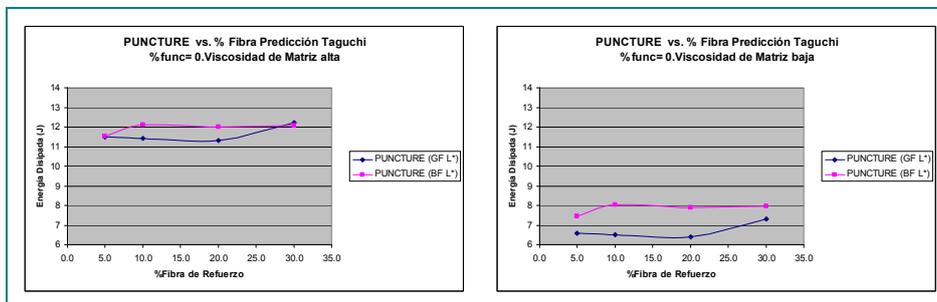


Figura 5.62: Comparación de la energía disipada ante impacto biaxial en compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto (detalle)

	L Fibra (mm)	%Fibra	%func	PUNCTURE (GF)	PUNCTURE/ρ(GF)	PUNCTUR (BF)	PUNCTURE/ρ(BF)
1	0.3	5	0	13.0	14.1	12.6	13.5
2	0.3	5	3	12.8	13.9	12.4	13.3
3	0.3	5	6	11.9	12.8	12.4	13.3
4	0.3	5	9	10.6	11.5	11.7	12.6
5	0.3	10	0	13.0	13.5	13.2	13.6
6	0.3	10	3	12.8	13.3	12.9	13.4
7	0.3	10	6	11.8	12.3	13.0	13.4
8	0.3	10	9	10.6	11.0	12.3	12.7
9	0.3	20	0	12.9	12.5	13.0	12.6
10	0.3	20	3	12.7	12.3	12.8	12.4
11	0.3	20	6	11.7	11.3	12.9	12.5
12	0.3	20	9	10.5	10.1	12.2	11.8
13	0.3	30	0	13.8	12.4	13.1	11.8
14	0.3	30	3	13.6	12.2	12.9	11.6
15	0.3	30	6	12.6	11.3	12.9	11.7
16	0.3	30	9	11.4	10.2	12.2	11.0
17	1	5	0	11.1	12.0	11.3	12.1
18	1	5	3	10.9	11.8	11.0	11.8
19	1	5	6	10.0	10.8	11.1	11.9
20	1	5	9	8.7	9.4	10.4	11.1
21	1	10	0	11.1	11.5	11.8	12.3
22	1	10	3	10.9	11.3	11.6	12.0
23	1	10	6	9.9	10.3	11.7	12.1
24	1	10	9	8.7	9.0	11.0	11.3
25	1	20	0	11.0	10.6	11.7	11.4
26	1	20	3	10.8	10.4	11.5	11.1
27	1	20	6	9.8	9.5	11.5	11.2
28	1	20	9	8.6	8.3	10.8	10.5
29	1	30	0	11.9	10.7	11.8	10.6
30	1	30	3	11.6	10.5	11.6	10.4
31	1	30	6	10.7	9.6	11.6	10.5
32	1	30	9	9.5	8.5	10.9	9.8
33	6	5	0	10.9	11.8	10.8	11.6
34	6	5	3	10.7	11.5	10.6	11.4
35	6	5	6	9.7	10.5	10.7	11.4
36	6	5	9	8.5	9.2	10.0	10.7
37	6	10	0	10.8	11.3	11.4	11.8
38	6	10	3	10.6	11.0	11.2	11.6
39	6	10	6	9.7	10.0	11.2	11.6
40	6	10	9	8.4	8.8	10.5	10.9
41	6	20	0	10.7	10.4	11.3	10.9
42	6	20	3	10.5	10.2	11.1	10.7
43	6	20	6	9.6	9.2	11.1	10.8
44	6	20	9	8.3	8.1	10.4	10.1
45	6	30	0	11.6	10.5	11.4	10.2
46	6	30	3	11.4	10.3	11.1	10.0
47	6	30	6	10.4	9.4	11.2	10.1
48	6	30	9	9.2	8.3	10.5	9.5
49	12	5	0	10.9	11.8	11.5	12.3
50	12	5	3	10.6	11.5	11.3	12.1
51	12	5	6	9.7	10.5	11.3	12.1
52	12	5	9	8.5	9.2	10.6	11.4
53	12	10	0	10.8	11.2	12.1	12.5
54	12	10	3	10.6	11.0	11.8	12.2
55	12	10	6	9.6	10.0	11.9	12.3
56	12	10	9	8.4	8.7	11.2	11.6
57	12	20	0	10.7	10.3	11.9	11.6
58	12	20	3	10.5	10.1	11.7	11.3
59	12	20	6	9.5	9.2	11.7	11.4
60	12	20	9	8.3	8.0	11.0	10.7
61	12	30	0	11.6	10.4	12.0	10.8
62	12	30	3	11.4	10.2	11.8	10.6
63	12	30	6	10.4	9.4	11.8	10.7
64	12	30	9	9.2	8.3	11.1	10.0

Tabla 5.XIII: Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto biaxial para matriz de alta viscosidad utilizando el método de Taguchi

ESTUDIO I: INFLUENCIA VARIABLES DE DISEÑO DEL MATERIAL EN PROPIEDADES 260

	L Fibra (mm)	%Fibra	%func	PUNCTURE (GF)	PUNCTURE/ρ(GF)	PUNCTUR (BF)	PUNCTURE/ρ(BF)
1	0.3	5	0	8.1	8.8	8.5	9.1
2	0.3	5	3	7.9	8.6	8.3	8.9
3	0.3	5	6	7.0	7.5	8.3	8.9
4	0.3	5	9	5.7	6.2	7.6	8.2
5	0.3	10	0	8.1	8.4	9.1	9.4
6	0.3	10	3	7.9	8.2	8.8	9.2
7	0.3	10	6	6.9	7.2	8.9	9.2
8	0.3	10	9	5.7	5.9	8.2	8.5
9	0.3	20	0	8.0	7.7	8.9	8.7
10	0.3	20	3	7.8	7.5	8.7	8.5
11	0.3	20	6	6.8	6.6	8.8	8.5
12	0.3	20	9	5.6	5.4	8.1	7.8
13	0.3	30	0	8.9	8.0	9.0	8.1
14	0.3	30	3	8.6	7.8	8.8	7.9
15	0.3	30	6	7.7	6.9	8.8	8.0
16	0.3	30	9	6.5	5.8	8.1	7.3
17	1	5	0	6.2	6.7	7.2	7.7
18	1	5	3	6.0	6.5	6.9	7.5
19	1	5	6	5.0	5.5	7.0	7.5
20	1	5	9	3.8	4.1	6.3	6.7
21	1	10	0	6.2	6.4	7.7	8.0
22	1	10	3	5.9	6.2	7.5	7.8
23	1	10	6	5.0	5.2	7.6	7.8
24	1	10	9	3.8	3.9	6.9	7.1
25	1	20	0	6.1	5.9	7.6	7.4
26	1	20	3	5.8	5.7	7.4	7.2
27	1	20	6	4.9	4.7	7.4	7.2
28	1	20	9	3.7	3.5	6.7	6.5
29	1	30	0	6.9	6.3	7.7	6.9
30	1	30	3	6.7	6.1	7.5	6.7
31	1	30	6	5.9	5.2	7.5	6.9
32	1	30	9	4.5	4.1	6.8	6.1
33	6	5	0	6.0	6.5	6.7	7.2
34	6	5	3	5.8	6.2	6.5	7.0
35	6	5	6	4.9	5.2	6.6	7.0
36	6	5	9	3.6	3.9	5.9	6.3
37	6	10	0	5.9	6.2	7.3	7.6
38	6	10	3	5.7	5.9	7.1	7.3
39	6	10	6	4.7	4.9	7.1	7.4
40	6	10	9	3.5	3.7	6.4	6.7
41	6	20	0	5.8	5.6	7.2	7.0
42	6	20	3	5.6	5.4	7.0	6.8
43	6	20	6	4.6	4.5	7.0	6.8
44	6	20	9	3.4	3.3	6.3	6.1
45	6	30	0	6.7	6.0	7.3	6.6
46	6	30	3	6.5	5.8	7.0	6.4
47	6	30	6	5.5	5.0	7.1	6.4
48	6	30	9	4.3	3.9	6.4	5.8
49	12	5	0	6.0	6.4	7.4	7.9
50	12	5	3	5.7	6.2	7.2	7.7
51	12	5	6	4.8	5.2	7.2	7.7
52	12	5	9	3.6	3.8	6.5	7.0
53	12	10	0	5.9	6.1	8.0	8.2
54	12	10	3	5.7	5.9	7.7	8.0
55	12	10	6	4.7	4.9	7.8	8.0
56	12	10	9	3.5	3.6	7.1	7.3
57	12	20	0	5.8	5.6	7.8	7.6
58	12	20	3	5.6	5.4	7.6	7.4
59	12	20	6	4.6	4.5	7.6	7.4
60	12	20	9	3.4	3.3	6.9	6.7
61	12	30	0	6.7	6.0	7.9	7.1
62	12	30	3	6.5	5.8	7.7	6.9
63	12	30	6	5.5	5.0	7.7	7.0
64	12	30	9	4.3	3.9	7.0	6.3

Tabla 5.XIV: Predicciones obtenidas para la energía disipada ante impacto biaxial para matriz de baja viscosidad utilizando el método de Taguchi

5.8.4. Conclusiones para la energía disipada ante impacto biaxial

Las principales conclusiones que pueden extraerse del análisis de los resultados obtenidos para la energía disipada ante impacto biaxial de materiales compuestos reforzados con fibras de vidrio/basalto son las siguientes:

- Existe diferencia entre utilizar fibra de vidrio y fibra de basalto para la fabricación de los materiales compuestos. Los resultados obtenidos con la fibra de basalto son superiores (14.67 % en promedio) a los homólogos obtenidos con fibra de vidrio
- Todas las variables analizadas, excepto el diámetro de la fibra de refuerzo, han resultado vitales. De la misma manera que ocurre con la energía disipada en impacto uniaxial, tienen especial importancia tanto la viscosidad de la matriz polimérica como las variables que regulan el grado de adhesión entre la fibra y la matriz
- El gran número de variables vitales obtenido y el comportamiento de la energía disipada ante impacto biaxial respecto a las variables analizadas se explica por la cantidad y complejidad de los mecanismos involucrados en el proceso de disipación de energía durante la rotura del material
- El análisis de esta propiedad, tanto para compuesto de fibra de vidrio como de basalto ha aportado los resultados más inesperados y sorprendentes. La influencia de algunas de las variables analizadas tiene un comportamiento completamente distinto del observado en el resto de propiedades mecánicas analizadas (incluida la energía disipada en ensayo uniaxial). Así, por ejemplo, cabe destacar que la variable longitud de fibra tiene un efecto negativo (el aumento de la longitud de la fibra disminuye la energía disipada en impacto biaxial) y que la concentración de la fibra tiene un efecto relativamente pequeño sobre la energía disipada en ensayo biaxial

5.9. ANÁLISIS DE LA DENSIDAD. PROPIEDADES MECÁNICAS ESPECÍFICAS

Para terminar con el análisis de la influencia de las variables de diseño de los materiales compuestos en las propiedades mecánicas seleccionadas se presenta un breve estudio de los resultados obtenidos de la densidad de los materiales compuestos desarrollados. El estudio realizado sobre la densidad tiene un doble objetivo. En primer lugar sirve como una medida de control más de la correcta fabricación de los materiales compuestos. En segundo lugar, se utilizará como base de partida para estudiar las propiedades específicas obtenidas.

5.9.1. Comparación entre Compuestos de fibra de vidrio y basalto

En la [figura 5.63](#) se presentan los resultados obtenidos de la medida de la densidad de los compuestos desarrollados en el presente trabajo de investigación.

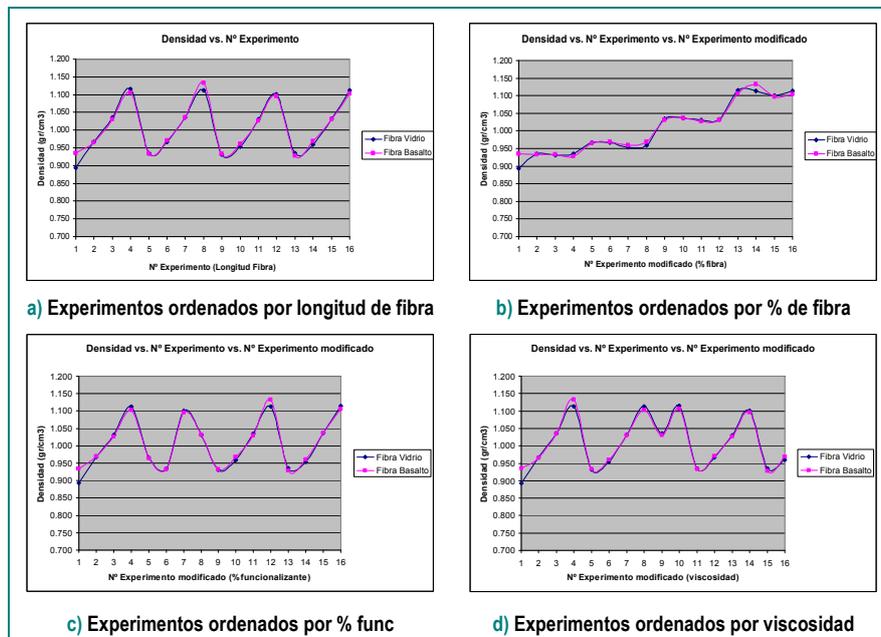


Figura 5.63: Comparación de la densidad entre compuestos de fibra de vidrio y basalto

Los valores representados son reales, es decir, obtenidos de los 16 experimentos implementados para cada tipo de fibra estudiada.

Como en los casos anteriores, se presentan distintas ordenaciones de los datos con el fin de estudiar la tendencia de la propiedad objeto de estudio (en este caso la densidad) con las variables fundamentales de diseño de los materiales compuestos.

En la [figura 5.63](#) puede observarse que no existe diferencia significativa entre la densidad de los compuestos de fibra de vidrio y de basalto. Este resultado es consecuencia lógica de la propia forma de fabricar los materiales compuestos (se han elegido los mismos porcentajes en peso de las dos fibras, por lo tanto las densidades resultantes deberían de ser iguales). Los valores obtenidos son prácticamente coincidentes, exceptuando una pequeña diferencia en dos casos concretos.

Analizando los resultados podemos concluir que, lógicamente, la única variable que afecta a la densidad resultante es la concentración de la fibra. En la [figuras 5.63 \(b\)](#) se aprecia perfectamente el aumento escalonado de la densidad en función de la concentración de la fibra de refuerzo. En el resto de las gráficas ([figuras 5.63 \(a\), \(c\) y \(d\)](#)) puede apreciarse que la densidad de los compuestos no sigue ninguna tendencia con el resto de las variables analizadas.

En la [figura 5.64](#) puede observarse la comparación entre la densidad promedio (real) obtenida en los compuestos de fibra de vidrio y basalto. Los valores representados en esta figura se han obtenido promediando los valores de densidad para las distintas longitudes de fibra estudiadas.

Puede comprobarse que, aunque existan discrepancias puntuales en algunos de los experimentos, al calcular el promedio de las densidades obtenidas el resultado es prácticamente idéntico para los dos tipos de fibras estudiadas. El promedio absoluto (considerando todas las muestras) es de 1.0073 g/cm^3 para los compuestos de fibra de vidrio y 1.0095 g/cm^3 para los compuestos de fibra de basalto.

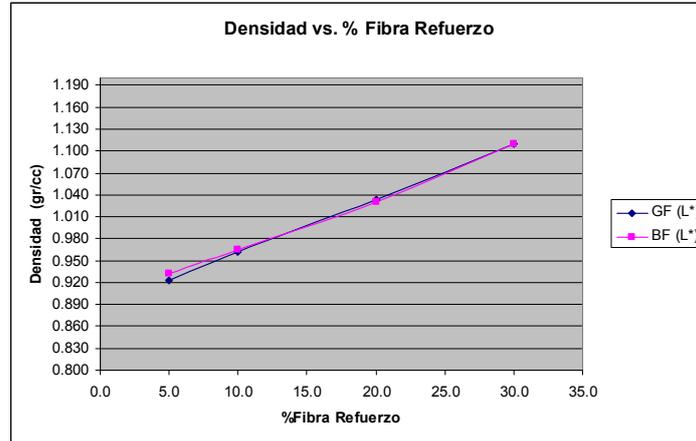


Figura 5.64: Comparación de la densidad promedio entre compuestos reforzados con fibra de vidrio y basalto

5.9.2. Análisis de propiedades mecánicas específicas.

A continuación se presentan, de forma resumida, las propiedades mecánicas específicas obtenidas en el estudio realizado. Para cada una de las propiedades mecánicas objeto de estudio se han obtenido las propiedades mecánicas específicas (dividiendo la propiedad por la densidad de los compuestos).

En la figura 5.65 se presentan los resultados obtenidos (utilizando el valor promediado de cada propiedad con la longitud de fibra). Para cada una de las propiedades mecánicas específicas se comparan gráficamente los resultados obtenidos para los compuestos de fibra de vidrio y basalto.

Cabe destacar que, aunque existen diferencias que a continuación se especificarán, de forma global las propiedades específicas alcanzadas con los dos tipos de fibra han sido muy similares. Lógicamente, al ser las densidades de ambos tipos de compuestos prácticamente iguales, los resultados obtenidos para las propiedades mecánicas específicas son virtualmente iguales a los obtenidos para las propiedades mecánicas absolutas.



Figura 5.65: Comparación de las propiedades mecánicas específicas entre compuestos de fibra de vidrio y basalto

Las propiedades mecánicas específicas para las cuales la fibra de basalto se comporta mejor que la fibra de vidrio son el Módulo Elástico en tracción a 80°C (figura 5.65 (b)) y la energía disipada ante impacto biaxial (Puncture Test) (figura 5.65 (g)). El caso contrario (mejor

comportamiento de los compuestos de fibra de vidrio) lo encontramos en la tensión de rotura en tracción (figura 5.65 (c)) y en la energía disipada ante impacto uniaxial (Izod con entalla) (figura 5.65 (e)).

Analizando los resultados presentados en la figura 5.65 destaca el comportamiento saturado del HDT específico y el comportamiento decreciente tanto de la tensión de rotura como de la energía específica ante impacto biaxial.

El comportamiento saturado del HDT específico significa que el aumento de esta propiedad con la cantidad de fibra de refuerzo es prácticamente proporcional al aumento de densidad asociado con el aumento de la fibra de refuerzo. Este resultado es coherente con la experiencia y es debido al comportamiento de la matriz polimérica con la temperatura. A medida que la temperatura del ensayo aumenta, el movimiento de las cadenas poliméricas empieza a ser independiente de la concentración de fibra de refuerzo. La interpretación del comportamiento descendente de las otras dos propiedades (tensión de rotura y energía disipada ante impacto biaxial) es bastante más compleja.

El comportamiento descendente de la tensión de rotura se relaciona con la disminución de la impregnación de la fibra por parte de la matriz que se produce al aumentar la cantidad de fibra de refuerzo presente en el material compuesto. Estos “defectos” de impregnación pueden producir comportamiento frágil localizado en el frente de rotura.

El comportamiento descendente de la energía disipada en impacto biaxial no tiene explicación sencilla. Como ya se ha expuesto con anterioridad (**Capítulo II, Apartado 2.5.5**), durante el proceso de rotura de un material compuesto existen múltiples mecanismos de disipación de energía (al menos cuatro mecanismos distintos) que compiten entre ellos. Una posible explicación del descenso de la energía disipada (ante impacto biaxial) con la concentración de la fibra es que el aumento de la cantidad de fibra hace que la impregnación de la matriz-fibra no sea tan eficiente y el mecanismo de disipación de energía predominante sea el “pull-out” de la fibra en lugar del “breaking-debonded”.

5.10. MODELOS MATEMÁTICOS

Con los resultados obtenidos mediante la predicción de Taguchi (Tablas V-XIV) se han obtenido modelos matemáticos de ajuste para cada una de las propiedades mecánicas analizadas. En la tabla 5.XV se presenta el resumen de los modelos lineales ajustados mediante el método de “*mínimos cuadrados*”. En la tabla XV se presentan los modelos obtenidos.

Propiedad Mecánica	Compuestos de Fibra de Vidrio	Compuestos de Fibra de Basalto	Ajuste (%)	
Módulo Elástico Tracción T ^a _{ambiente} (MPa)	1515 + 37.5·L _{GF} + 69.1·% _{GF} - 24.9·% _{func}	1585 + 33.6·L _{BF} + 57.3·% _{BF} - 39.8·% _{func}	90.2	90.9
Módulo Elástico Tracción 80°C (MPa)	502 + 31.1·L _{GF} + 47.8·% _{GF} - 28.3·% _{func}	649 + 40·L _{BF} + 49·% _{BF} - 52.6·% _{func}	90.7	90.2
Resistencia a Tracción T ^a _{ambiente} (MPa)	36.1 + 0.64·L _{GF} + 0.23·% _{GF} - 0.82·% _{func}	35.9 + 0.34·L _{BF} + 0.19·% _{BF} - 0.51·% _{func}	72	81.9
HDT (°C)	62.6 + 2.56·L _{GF} + 2.22·% _{GF} - 0.41·% _{func}	65.1 + 4.65·L _{BF} + 1.48·% _{BF} - 0.02·% _{func}	70.4	74.9
Izod Entalla T ^a _{ambiente} (KJ/m ²)	4.5 + 0.14·L _{GF} + 0.16·% _{GF} - 0.27·% _{func}	4.53 + 0.12·L _{BF} + 0.13·% _{BF} - 0.18·% _{func}	87.4	85.1
	2.5 + 0.14·L _{GF} + 0.16·% _{GF} - 0.27·% _{func}	2.59 + 0.12·L _{BF} + 0.13·% _{BF} - 0.18·% _{func}	87.4	85.1
Izod Entalla -20°C (KJ/m ²)	3.61 + 0.3·L _{GF} + 0.196·% _{GF} - 0.324·% _{func}	3.74 + 0.266·L _{BF} + 0.138·% _{BF} - 0.18·% _{func}	86.9	83.7
	2.21 + 0.3·L _{GF} + 0.196·% _{GF} - 0.324·% _{func}	2.36 + 0.266·L _{BF} + 0.138·% _{BF} - 0.18·% _{func}	86.9	83.7
Puncture T ^a _{ambiente} (J)	12 - 0.124·L _{GF} + 0.026·% _{GF} - 0.272·% _{func}	12 - 0.05·L _{BF} + 0.016·% _{BF} - 0.091·% _{func}	66.7	33.3
	7.14 - 0.124·L _{GF} + 0.026·% _{GF} - 0.272·% _{func}	7.94 - 0.05·L _{BF} + 0.016·% _{BF} - 0.091·% _{func}	66.7	33.3

Tabla 5.XV: Modelos Lineales para las distintas propiedades mecánicas analizadas

El código de colores utilizado en la figura anterior es el siguiente:

	Ajuste > 90%
	Ajuste >70% < 90%
	Ajuste < 70%

Como puede apreciarse, los modelos para algunas de las propiedades mecánicas analizadas tienen un nivel de correlación (ajuste) pobre. Para mejorar los niveles de correlación en los modelos ajustados se han considerado modelos de orden 3 en lugar de modelos lineales.

ESTUDIO I: INFLUENCIA VARIABLES DE DISEÑO DEL MATERIAL EN PROPIEDADES 268

En las tablas 5.XVI y 5.XVII se presenta el resumen de los modelos de orden 3 ajustados mediante el método de “*mínimos cuadrados*”.

Propiedad Mecánica	Modelo de orden 3
Módulo Elástico Tracción T ^a _{ambiente} GF (MPa)	$1083 + 1150 \cdot L_{GF} + 30.2 \cdot \%GF - 163 \cdot \%f_{unc} - 243 \cdot L_{GF}^2 + 12.9 \cdot L_{GF}^3 + 2.01 \cdot \%GF^2 - 0.0298 \cdot \%GF^3 + 52.5 \cdot \%f_{unc}^2 - 4.23 \cdot \%f_{unc}^3$
Módulo Elástico Tracción 80°C GF (MPa)	$380 + 638 \cdot L_{GF} - 26.5 \cdot \%GF - 138 \cdot \%f_{unc} - 133 \cdot L_{GF}^2 + 7.04 \cdot L_{GF}^3 + 6.62 \cdot \%GF^2 - 0.149 \cdot \%GF^3 + 35.3 \cdot \%f_{unc}^2 - 2.63 \cdot \%f_{unc}^3$
Resistencia a Tracción T ^a _{ambiente} GF (MPa)	$30.9 - 0.201 \cdot L_{GF} + 0.623 \cdot \%GF + 4.10 \cdot \%f_{unc} + 0.405 \cdot L_{GF}^2 - 0.0284 \cdot L_{GF}^3 - 0.0105 \cdot \%GF^2 - 0.000018 \cdot \%GF^3 - 1.21 \cdot \%f_{unc}^2 + 0.0748 \cdot \%f_{unc}^3$
HDT GF (°C)	$-29.2 + 73.9 \cdot L_{GF} + 14.1 \cdot \%GF - 5.94 \cdot \%f_{unc} - 15.5 \cdot L_{GF}^2 + 0.817 \cdot L_{GF}^3 - 0.661 \cdot \%GF^2 + 0.0106 \cdot \%GF^3 + 1.54 \cdot \%f_{unc}^2 - 0.105 \cdot \%f_{unc}^3$
Izod Entalla T ^a _{ambiente} GF Viscosidad Alta (KJ/m ²)	$2.66 + 2.81 \cdot L_{GF} + 0.357 \cdot \%GF + 0.00598 \cdot \%f_{unc} - 0.564 \cdot L_{GF}^2 + 0.0292 \cdot L_{GF}^3 - 0.0209 \cdot \%GF^2 + 0.000505 \cdot \%GF^3 - 0.106 \cdot \%f_{unc}^2 + 0.00849 \cdot \%f_{unc}^3$
Izod Entalla T ^a _{ambiente} GF Viscosidad Baja (KJ/m ²)	$0.662 + 2.81 \cdot L_{GF} + 0.357 \cdot \%GF + 0.00598 \cdot \%f_{unc} - 0.564 \cdot L_{GF}^2 + 0.0292 \cdot L_{GF}^3 - 0.0209 \cdot \%GF^2 + 0.000505 \cdot \%GF^3 - 0.106 \cdot \%f_{unc}^2 + 0.00849 \cdot \%f_{unc}^3$
Izod Entalla -20°C GF Viscosidad Alta (KJ/m ²)	$1,60 + 2,41 \cdot L_{GF} + 0,351 \cdot \%GF + 1,09 \cdot \%f_{unc} - 0,394 \cdot L_{GF}^2 + 0,0187 \cdot L_{GF}^3 - 0,0173 \cdot \%GF^2 + 0,000426 \cdot \%GF^3 - 0,419 \cdot \%f_{unc}^2 + 0,0298 \cdot \%f_{unc}^3$
Izod Entalla -20°C GF Viscosidad Baja (KJ/m ²)	$0,244 + 2,38 \cdot L_{GF} + 0,344 \cdot \%GF + 1,09 \cdot \%f_{unc} - 0,389 \cdot L_{GF}^2 + 0,0184 \cdot L_{GF}^3 - 0,0169 \cdot \%GF^2 + 0,000419 \cdot \%GF^3 - 0,420 \cdot \%f_{unc}^2 + 0,0299 \cdot \%f_{unc}^3$
Puncture T ^a _{ambiente} GF Viscosidad Alta (J)	$13.9 - 3.68 \cdot L_{GF} + 0.0539 \cdot \%GF + 0.104 \cdot \%f_{unc} + 0.764 \cdot L_{GF}^2 - 0.0400 \cdot L_{GF}^3 - 0.00662 \cdot \%GF^2 + 0.000192 \cdot \%GF^3 - 0.0676 \cdot \%f_{unc}^2 + 0.00293 \cdot \%f_{unc}^3$
Puncture T ^a _{ambiente} GF Viscosidad Baja (J)	$9.04 - 3.68 \cdot L_{GF} + 0.0539 \cdot \%GF + 0.104 \cdot \%f_{unc} + 0.764 \cdot L_{GF}^2 - 0.0400 \cdot L_{GF}^3 - 0.00662 \cdot \%GF^2 + 0.000192 \cdot \%GF^3 - 0.0676 \cdot \%f_{unc}^2 + 0.00293 \cdot \%f_{unc}^3$

Tabla 5.XVI: Modelos de orden 3 para las distintas propiedades mecánicas analizadas en compuestos de fibra de vidrio

Los modelos matemáticos presentados permiten predecir numéricamente los valores de las propiedades mecánicas analizadas en función de los valores particulares de las variables vitales de diseño. Las predicciones serán representativas de la realidad siempre y cuando nos ciñamos al perímetro establecido en el Diseño de Experimentos. En el **Anexo IV** se presentan los resultados confirmatorios de las predicciones

efectuadas por el método Taguchi. De los experimentos confirmatorios se deduce que el grado de exactitud de la predicción es alto.

Los modelos matemáticos desarrollados serán utilizados en el **Capítulo VII** para diseñar los materiales compuestos en los dos casos de estudio presentados.

Propiedad Mecánica	Modelo de orden 3
Módulo Elástico Tracción T ^a _{ambiente} BF (MPa)	$411 + 850 \cdot L_{BF} + 234 \cdot \%BF - 25.8 \cdot \%f_{unc} - 176 \cdot L_{BF}^2 + 9.20 \cdot L_{BF}^3 - 10.9 \cdot \%BF^2 + 0.193 \cdot \%BF^3 - 11.2 \cdot \%f_{unc}^2 + 1.09 \cdot \%f_{unc}^3$
Módulo Elástico Tracción 80°C BF (MPa)	$135 + 821 \cdot L_{BF} + 81.9 \cdot \%BF - 154 \cdot \%f_{unc} - 165 \cdot L_{BF}^2 + 8.54 \cdot L_{BF}^3 - 2.97 \cdot \%BF^2 + 0.0669 \cdot \%BF^3 + 31.8 \cdot \%f_{unc}^2 - 2.33 \cdot \%f_{unc}^3$
Resistencia a Tracción T ^a _{ambiente} BF (MPa)	$33.1 + 2.20 \cdot L_{BF} + 0.305 \cdot \%BF + 2.08 \cdot \%f_{unc} - 0.331 \cdot L_{BF}^2 + 0.0152 \cdot L_{BF}^3 + 0.00230 \cdot \%BF^2 - 0.00018 \cdot \%BF^3 - 0.821 \cdot \%f_{unc}^2 + 0.0605 \cdot \%f_{unc}^3$
HDT BF (°C)	$-10.3 + 61.2 \cdot L_{BF} + 11.6 \cdot \%BF - 5.18 \cdot \%f_{unc} - 11.5 \cdot L_{BF}^2 + 0.583 \cdot L_{BF}^3 - 0.621 \cdot \%BF^2 + 0.011 \cdot \%BF^3 + 1.44 \cdot \%f_{unc}^2 - 0.0989 \cdot \%f_{unc}^3$
Izod Entalla T ^a _{ambiente} BF Viscosidad Alta (KJ/m ²)	$2.20 + 3.00 \cdot L_{BF} + 0.349 \cdot \%BF + 0.199 \cdot \%f_{unc} - 0.634 \cdot L_{BF}^2 + 0.0337 \cdot L_{BF}^3 - 0.0194 \cdot \%BF^2 + 0.000436 \cdot \%BF^3 - 0.0834 \cdot \%f_{unc}^2 + 0.00462 \cdot \%f_{unc}^3$
Izod Entalla T ^a _{ambiente} BF Viscosidad Baja (KJ/m ²)	$0.259 + 3.00 \cdot L_{BF} + 0.349 \cdot \%BF + 0.199 \cdot \%f_{unc} - 0.634 \cdot L_{BF}^2 + 0.0337 \cdot L_{BF}^3 - 0.0194 \cdot \%BF^2 + 0.000436 \cdot \%BF^3 - 0.0834 \cdot \%f_{unc}^2 + 0.00462 \cdot \%f_{unc}^3$
Izod Entalla -20°C BF Viscosidad Alta (KJ/m ²)	$-0.332 + 3,50 \cdot L_{BF} + 0,577 \cdot \%BF + 0,666 \cdot \%f_{unc} - 0,675 \cdot L_{BF}^2 + 0,0346 \cdot L_{BF}^3 - 0,0286 \cdot \%BF^2 + 0,000531 \cdot \%BF^3 - 0,207 \cdot \%f_{unc}^2 + 0,0128 \cdot \%f_{unc}^3$
Izod Entalla -20°C BF Viscosidad Baja (KJ/m ²)	$-1,71 + 3,50 \cdot L_{BF} + 0,577 \cdot \%BF + 0,666 \cdot \%f_{unc} - 0,675 \cdot L_{BF}^2 + 0,0346 \cdot L_{BF}^3 - 0,0286 \cdot \%BF^2 + 0,000531 \cdot \%BF^3 - 0,207 \cdot \%f_{unc}^2 + 0,0128 \cdot \%f_{unc}^3$
Puncture T ^a _{ambiente} BF Viscosidad Alta (J)	$11.9 - 2.51 \cdot L_{BF} + 0.378 \cdot \%BF - 0.231 \cdot \%f_{unc} + 0.504 \cdot L_{BF}^2 - 0.0256 \cdot L_{BF}^3 - 0.0220 \cdot \%BF^2 + 0.000386 \cdot \%BF^3 + 0.0708 \cdot \%f_{unc}^2 - 0.00622 \cdot \%f_{unc}^3$
Puncture T ^a _{ambiente} BF Viscosidad Baja (J)	$7.82 - 2.51 \cdot L_{BF} + 0.378 \cdot \%BF - 0.231 \cdot \%f_{unc} + 0.504 \cdot L_{BF}^2 - 0.0256 \cdot L_{BF}^3 - 0.0220 \cdot \%BF^2 + 0.000386 \cdot \%BF^3 + 0.0708 \cdot \%f_{unc}^2 - 0.00622 \cdot \%f_{unc}^3$

Tabla 5.XVII: Modelos de orden 3 para las distintas propiedades mecánicas analizadas en compuestos de fibra de basalto

Capítulo VI

6. ESTUDIO II: ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES DEL PROCESO DE INYECCIÓN EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL MATERIAL COMPUESTO

6.1. INTRODUCCIÓN

En el capítulo anterior se analizó la influencia sobre las principales propiedades mecánicas de cada una de las variables básicas del diseño de los materiales compuestos, ahora vamos a estudiar el procesamiento de los materiales compuestos.

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos de los estudios realizados para determinar la influencia que cada variable del proceso de inyección tiene en las propiedades finales de los materiales compuestos procesados.

Independientemente del tipo de material compuesto utilizado (composición y morfología de cada una de las fases) las propiedades mecánicas con las cuales se diseña y desarrolla una aplicación industrial deben de ser las que se obtienen después de procesar el material compuesto. Es decir, las propiedades mecánicas del material antes del procesamiento (teóricas) no tienen que coincidir con las propiedades del material después del procesamiento (reales). La diferencia entre las

propiedades “teóricas” y “reales” puede provocar falta de predictividad de los modelos de simulación y, en consecuencia, el comportamiento no deseado del componente en servicio.

Los estudios que se presentan en el presente capítulo persiguen los siguientes objetivos:

- Evaluar la minoración que, debido al proceso de transformación, pueden sufrir las principales propiedades mecánicas de los materiales compuestos.
- Jerarquizar la importancia relativa de las distintas variables de proceso, cuantificar la influencia de cada variable.
- Diseñar el proceso para minimizar la pérdida de propiedades mecánicas debido al proceso de transformación.

De todos los posibles procesos de transformación de materiales compuestos nos hemos centrado en el proceso de inyección. Esta decisión ha sido tomada por dos motivos. Primero porque se trata del proceso de transformación mayoritariamente utilizado en el sector de automoción para la fabricación de componentes. En segundo lugar porque el proceso de inyección, debido a sus particularidades, puede modificar significativamente las propiedades finales de los materiales compuestos transformados.

El material plástico sobre el que se ha centrado el presente estudio ha sido un polipropileno comercial (NEPOL GB303HP de Borealis) reforzado con 30% de fibra de vidrio “larga” (11 mm) comúnmente utilizado en la fabricación de componentes semi-estructurales en el sector de automoción.

La metodología seguida para obtener los resultados que se presentan ha sido la siguiente:

- En primer lugar se ha realizado el diseño de experimentos. Para ello se han elegido las variables fundamentales del proceso de inyección y los niveles a los cuales se van a evaluar dichas variables. Las variables elegidas han sido: la velocidad angular de giro del husillo (v_{rodar}), la contrapresión al rodar (BP), la velocidad de inyección (v_{iny}), la temperatura de masa (T_{masa}^a), el tiempo de mantenimiento del

primer nivel de presión posterior (t_{HP1}), la temperatura del molde (T^a_{molde}), el primer nivel de la presión posterior (HP_1) y el tiempo de mantenimiento del segundo nivel de presión posterior (t_{HP2}). Para las variables v_{rodar} , BP y v_{iny} se han considerado cuatro niveles mientras que para el resto de las variables se han considerado dos niveles. En la [Tabla 6.I](#) se presenta la matriz ortogonal con los 16 experimentos resultantes del diseño de experimentos seleccionado

- En segundo lugar se han inyectado placas planas con cada una de las condiciones de procesado especificadas en el diseño de experimentos. Utilizando las placas planas (500 x 450 x 4 mm) se han mecanizado las probetas utilizadas en los ensayos normalizados. Para la inyección de las placas se ha utilizado una inyectora Margarit JSW 650 con las siguientes características nominales: presión de inyección 150 kg/cm², velocidad angular del husillo (v_{rodar}) 100 rpm. y contrapresión al rodar (BP) 100 kg/cm²
- En tercer lugar se han caracterizado las probetas obtenidas para evaluar las propiedades mecánicas seleccionadas. Las propiedades mecánicas elegidas para evaluar la influencia que sobre ellas tienen las variables de procesos han sido: módulo en tracción a alta temperatura (80°C), la resistencia en tracción a temperatura ambiente, la temperatura de deflexión bajo carga y la energía disipada ante impacto uniaxial a temperatura ambiente. De forma complementaria se estudiará la influencia de la orientación de la fibra en dos de las propiedades mecánicas analizadas (HDT y energía disipada en ensayo uniaxial a temperatura ambiente). En todos los casos se analizará la longitud residual de la fibra de refuerzo para intentar explicar la influencia de las condiciones de procesado en las propiedades mecánicas obtenidas

Nº	Vrodar (%)	BP (%)	Viny (%)	T ^a _{masa} (°C)	t _{HP1} (s)	T ^a _{molde} (°C)	HP ₁ (%)	t _{HP2} (s)
1	30	5	10	250	3	20	25	14
2	30	15	30	250	3	60	50	17
3	30	25	50	200	6	20	25	17
4	30	35	80	200	6	60	50	14
5	50	5	30	200	6	20	50	14
6	50	15	10	200	6	60	25	17
7	50	25	80	250	3	20	50	17
8	50	35	50	250	3	60	25	14
9	70	5	50	250	6	60	50	17
10	70	15	80	250	6	20	25	14
11	70	25	10	200	3	60	50	14
12	70	35	30	200	3	20	25	17
13	90	5	80	200	3	60	25	17
14	90	15	50	200	3	20	50	14
15	90	25	30	250	6	60	25	14
16	90	35	10	250	6	20	50	17

Tabla 6.I: Diseño de Experimentos utilizado en el estudio de las condiciones de procesado

En la [figura 6.1](#) puede observarse un resumen de los principales pasos del proceso de obtención de probetas.

En la [figura 6.1 \(a\)](#) se muestra el molde colocado en la inyectora Margarit JSW 650. En la [figura 6.1 \(b\)](#) se muestra el molde diseñado y construido para la inyección de las placas. En la [figura 6.1 \(c\)](#) se muestra la predicción de la orientación de la fibra en la placa diseñada.

En la [figura 6.1 \(d\)](#) se muestra una placa inyectada de la cual se han extraído las probetas normalizadas, utilizadas en los ensayos definidos para estudiar la influencia de las variables de proceso en las propiedades mecánicas seleccionadas. Puede apreciarse como se han eliminado de las placas las zonas en las cuales la fibra no está completamente orientada en la dirección de inyección (según la predicción proporcionada por los estudios de simulación realizados)

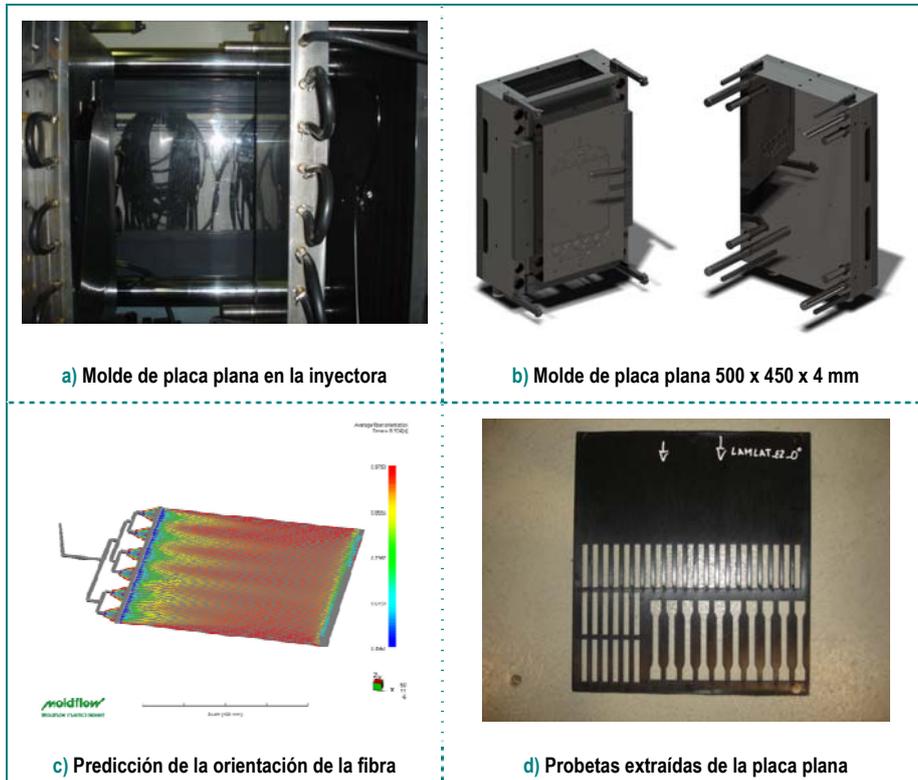


Figura 6.1: Resumen del proceso de obtención de probetas normalizadas

En la [Tabla 6.II](#) se presentan los resultados obtenidos para las condiciones de inyección analizadas y las propiedades mecánicas seleccionadas.

N°	V _{rodar} (%)	BP (%)	V _{iny} (%)	T ^o _{masa} (°C)	t _{HP1} (sg)	T ^o _{molde} (°C)	H _{P1} (%)	t _{HP2} (sg)	E (80°C) [MPa]	σ _{rotura} [MPa]	HDT [°C]	Izod entalla T _{ambiente} [KJ/m ²]
1	30	5	10	250	3	20	25	14	3970.0	83.9	153.9	25.7
2	30	15	30	250	3	60	50	17	3881.7	85.6	154.5	27.3
3	30	25	50	200	6	20	25	17	4058.4	88.3	152.5	23.4
4	30	35	80	200	6	60	50	14	3910.0	85.0	153.3	22.8
5	50	5	30	200	6	20	50	14	3904.5	87.0	152.3	26.8
6	50	15	10	200	6	60	25	17	4155.3	85.2	153.2	24.2
7	50	25	80	250	3	20	50	17	3841.8	84.6	153.2	27.5
8	50	35	50	250	3	60	25	14	3625.2	82.0	153.0	24.6
9	70	5	50	250	6	60	50	17	3770.0	81.7	153.3	27.0
10	70	15	80	250	6	20	25	14	3699.3	82.1	153.4	24.2
11	70	25	10	200	3	60	50	14	4166.7	83.4	152.9	22.3
12	70	35	30	200	3	20	25	17	3927.3	85.0	151.9	25.6
13	90	5	80	200	3	60	25	17	3573.9	78.6	152.9	25.7
14	90	15	50	200	3	20	50	14	3819.0	84.8	152.3	25.3
15	90	25	30	250	6	60	25	14	3858.9	82.1	153.3	23.4
16	90	35	10	250	6	20	50	17	3970.0	83.4	152.6	23.3
MEDIA									3883.3	83.9	153.0	25.0

Tabla 6.II: Resultados obtenidos para las condiciones de inyección analizadas

6.2. ANÁLISIS DEL MÓDULO ELÁSTICO EN TRACCIÓN A ALTA TEMPERATURA

A continuación se muestran los resultados obtenidos para el módulo elástico en tracción a alta temperatura (80°C).

En la [figura 6.2](#) puede observarse la contribución individual de cada variable del proceso de inyección al módulo elástico en tracción a alta temperatura para el material NEPOL GB303HP (PP reforzado con 30% de fibra de vidrio larga).

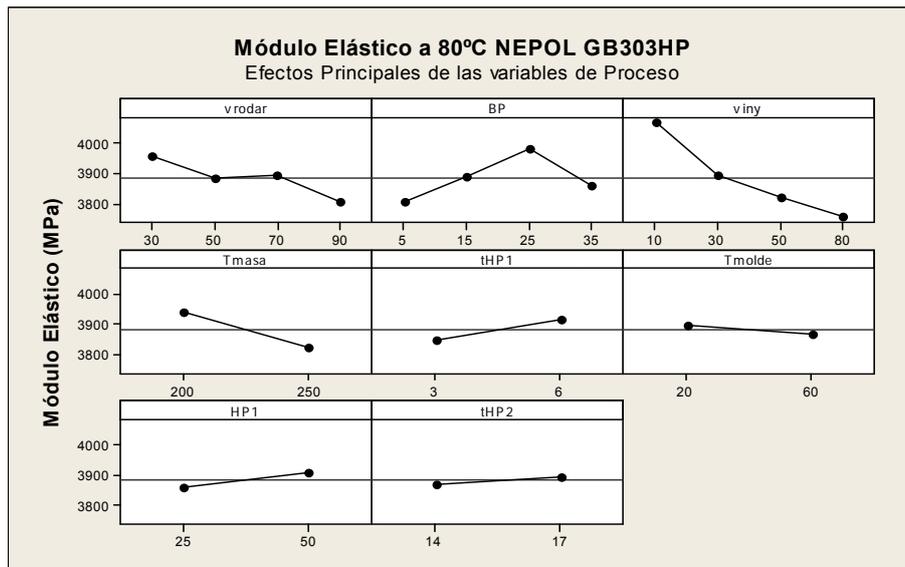


Figura 6.2: Contribución individual de cada variable del proceso de inyección al módulo elástico a alta temperatura (80°C) para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)

En la [figura 6.3](#) se presenta la jerarquización de la influencia de las variables para el módulo elástico a 80°C. Las variables consideradas vitales son, por orden de influencia, la velocidad de inyección (v_{iny}), la contrapresión del husillo durante el proceso de plastificación (BP) y la velocidad angular del husillo durante el proceso de plastificación (v_{rodar}).

La velocidad de inyección (v_{iny}) y la velocidad de rodar (v_{rodar}) presentan un comportamiento progresivo descendente mientras que la contrapresión al rodar (BP) presenta un comportamiento singular.

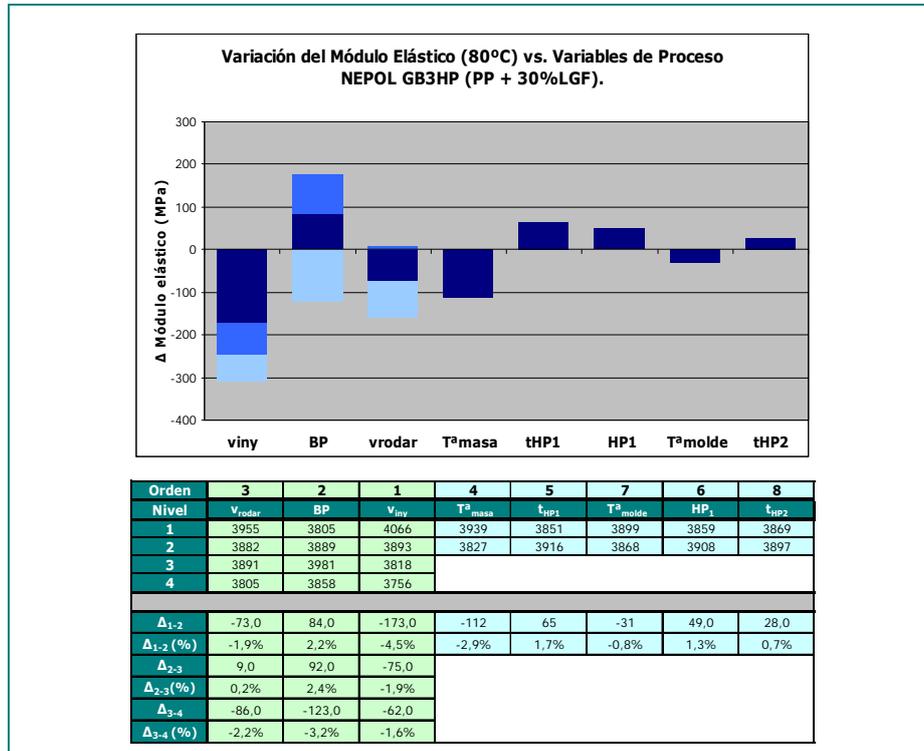


Figura 6.3: Jerarquización de variables del proceso de inyección para el módulo elástico a alta temperatura (80°C) en el material NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)

Modelo lineal del módulo elástico a tracción a alta temperatura (80°C) en función de las condiciones de procesado

Con las tres variables vitales elegidas (velocidad de rodar, contrapresión al rodar y velocidad de inyección) se han generado las predicciones basadas en el modelo de Taguchi para todas las combinaciones posibles de variables vitales/niveles (sesenta y cuatro casos en total). Las predicciones se realizan sumando al valor promedio los incrementos (positivos o negativos) de cada variable/nivel respecto a la línea base.

El modelo lineal obtenido, a partir de los resultados presentados en la [tabla 6.III](#), al aplicar la predicción de Taguchi es el siguiente:

$$E_{80^{\circ}} \text{ (MPa)} = 4144 - 2.2 \cdot v_{\text{rodar}} + 2.53 \cdot \text{BP} - 4.22 \cdot v_{\text{iny}}$$

En la [figura 6.4](#) se han graficado dos casos representativos. Puede observarse la variación del módulo elástico en tracción a alta temperatura en función de la velocidad de inyección para los distintos valores de velocidad de rodar y dos casos extremos de la contrapresión al rodar.

Puede apreciarse como el efecto de la velocidad de inyección en el descenso de la propiedad analizada se va atenuando al aumentar la velocidad de inyección. También puede apreciarse como las curvas que representan a las distintas velocidades de rodar del husillo están relativamente cerca entre ellas.

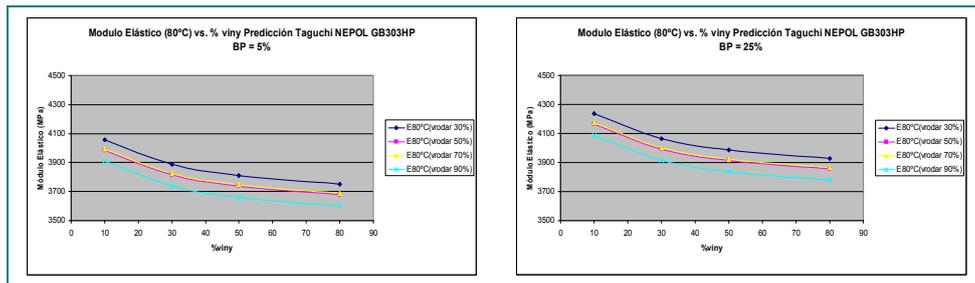


Figura 6.4: Predicciones para la variación del módulo elástico a alta temperatura en función de las variables de proceso utilizadas

En la [figura 6.5](#) se presentan los resultados reales (obtenidos de los 16 experimentos implementados). En las gráficas pueden verse las tendencias de variación del módulo elástico a 80°C con las variables de proceso analizadas.

La única tendencia destacable que se ha observado es el descenso del módulo elástico a 80°C al aumentar la velocidad de inyección ([figura 6.5 \(c\)](#)).

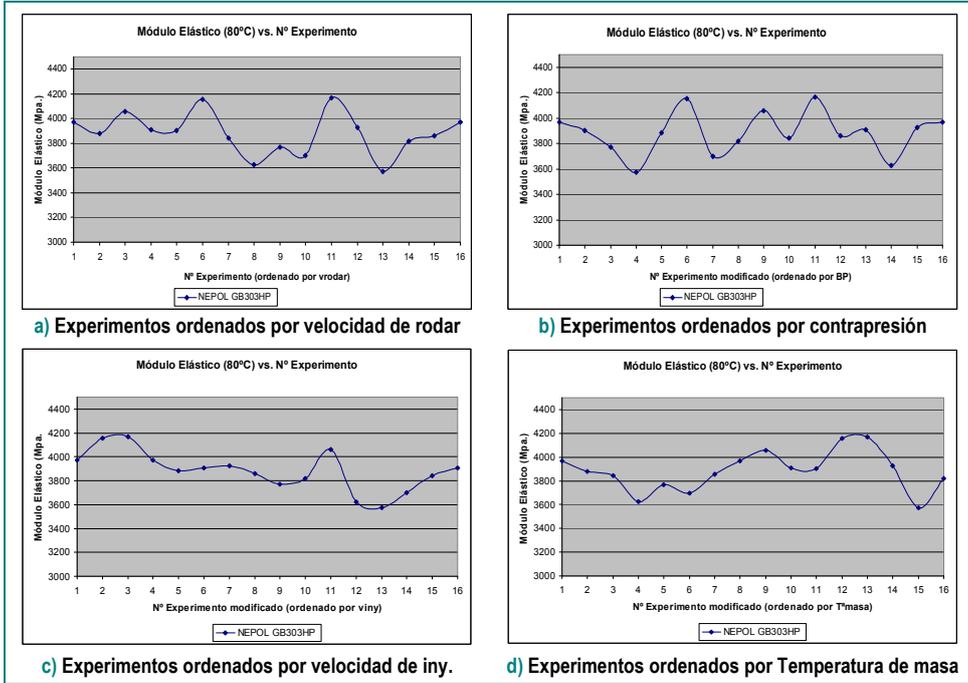


Figura 6.5: Análisis de los resultados reales para el módulo elástico a alta temperatura ordenados en función de las distintas variables de proceso

6.3. ANÁLISIS DE LA TENSIÓN DE ROTURA EN TRACCIÓN A TEMPERATURA AMBIENTE

En la figura 6.6 puede observarse la contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la tensión de rotura en tracción a temperatura ambiente para el material NEPOL GB303HP (PP reforzado con 30% de fibra de vidrio larga).

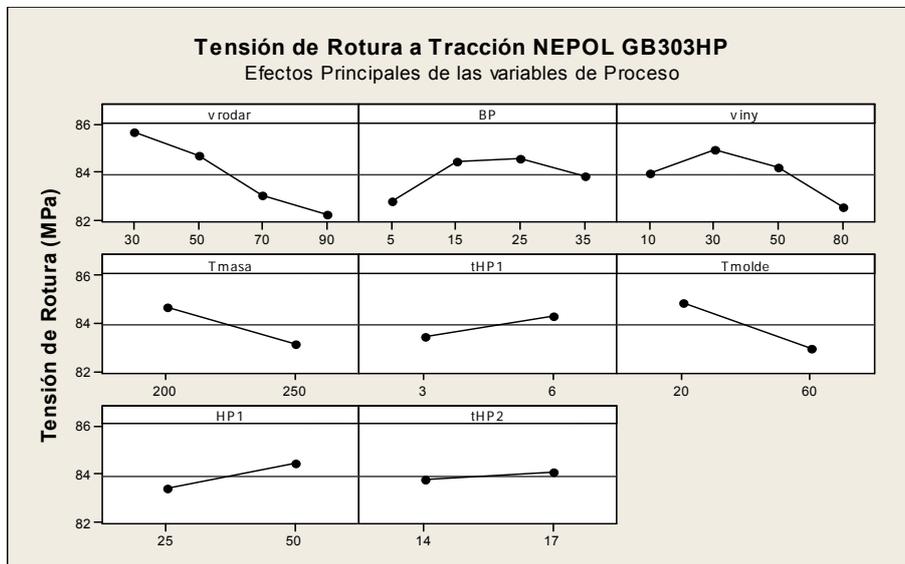


Figura 6.6: Contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la tensión de rotura en tracción para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)

En la figura 6.7 se presenta la jerarquización de la influencia de las variables para la propiedad mecánica analizada. Analizando ambas figuras puede apreciarse que, exceptuando la velocidad de rodar, no existe una influencia clara de las variables de proceso en los resultados obtenidos de la tensión de rotura en tracción.

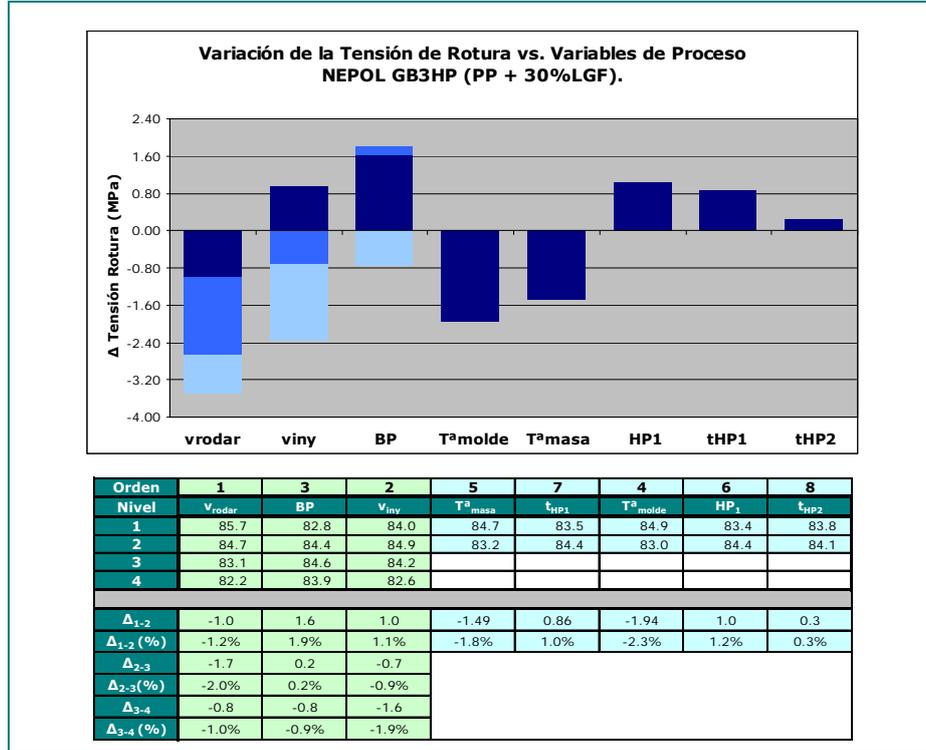


Figura 6.7: Jerarquización de variables del proceso de inyección para la tensión de rotura en tracción en el material NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)

En la figura 6.8 se presentan los resultados reales (obtenidos de los 16 experimentos implementados). En las gráficas puede apreciarse que el resultado es prácticamente plano. La variación de la tensión de rotura en función de las variables de proceso es mínima, sin ninguna tendencia clara.

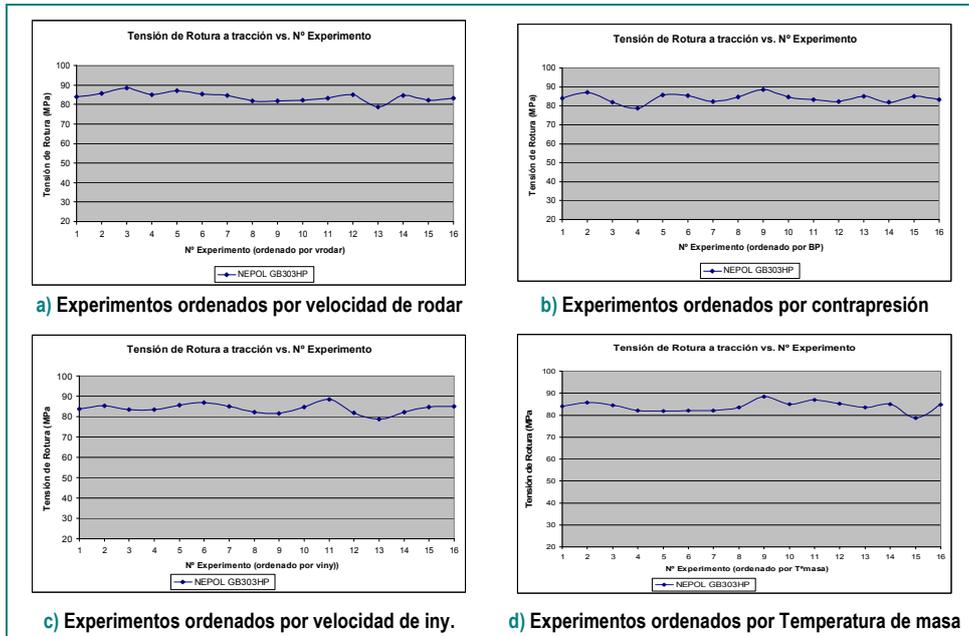


Figura 6.8: Análisis de los resultados reales para el módulo elástico a alta temperatura ordenados en función de las distintas variables de proceso

Modelo lineal de la tensión de rotura en tracción a temperatura ambiente en función de las condiciones de procesado

Para la tensión de rotura en tracción a temperatura ambiente no se ha obtenido ningún modelo matemático que caracterice la variación de la propiedad en función de las variables de proceso analizadas. La razón de no presentar un modelo matemático es que el comportamiento de esta propiedad es prácticamente constante, es decir, la variación que se ha provocado en las variables de proceso (la máxima admisible para la máquina inyectora utilizada) ha provocado una variación muy pequeña en la tensión de rotura. Respecto al valor medio resultante, la máxima variación que se ha obtenido es de $\pm 5\%$. Además de que la variación de esta propiedad entre los experimentos realizados es muy pequeña, no se han encontrado variables vitales claramente definidas.

6.4. ANÁLISIS DE LA TEMPERATURA DE DEFLEXIÓN BAJO CARGA

A continuación (figura 6.9) se muestra la contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la Temperatura de Deflexión bajo Carga para el material NEPOL GB303HP (PP reforzado con 30% de fibra de vidrio larga).

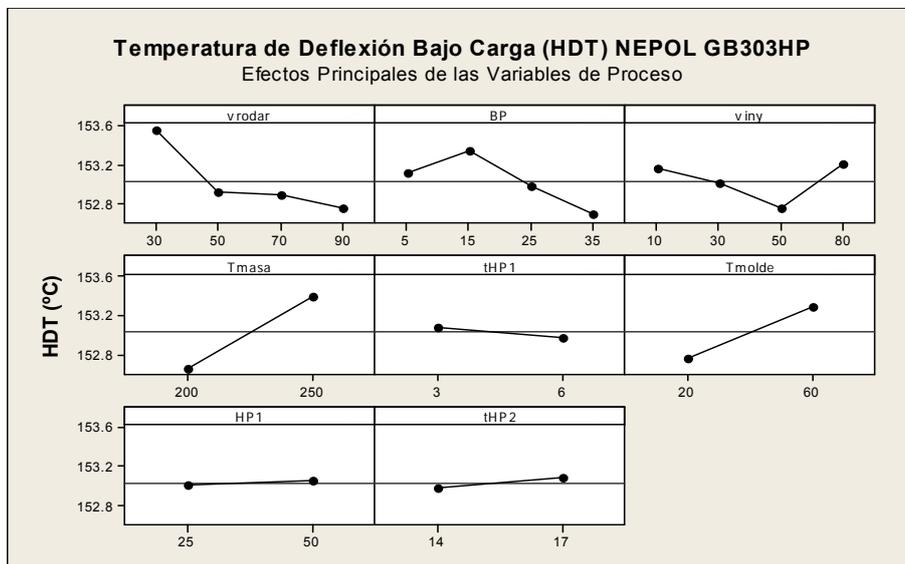


Figura 6.9: Contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la Temperatura de Deflexión Bajo Carga para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)

En las figuras 6.10 y 6.11 se muestra una influencia prácticamente nula de las variables de proceso, con lo que al igual que en la propiedad anterior tampoco es posible obtener un modelo matemático predictivo de la influencia de las variables de proceso en la Temperatura de Deflexión bajo Carga. Respecto al valor medio resultante, la máxima variación que se ha obtenido es de $\pm 1\%$.

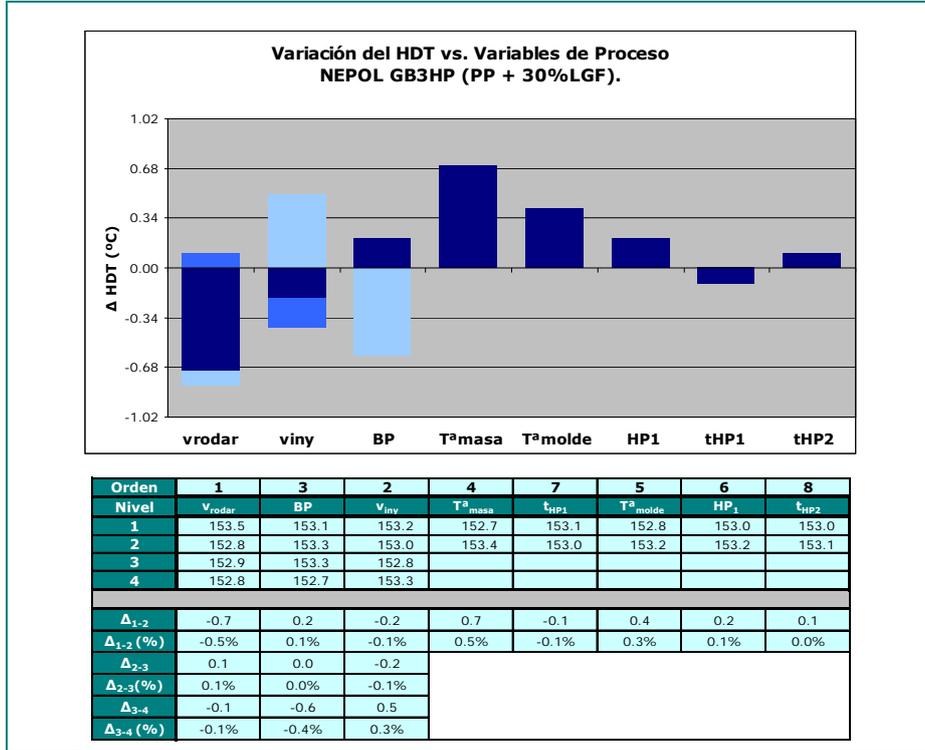


Figura 6.10: Jerarquización de variables del proceso de inyección para la Temperatura de Deflexión Bajo Carga en el material NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)

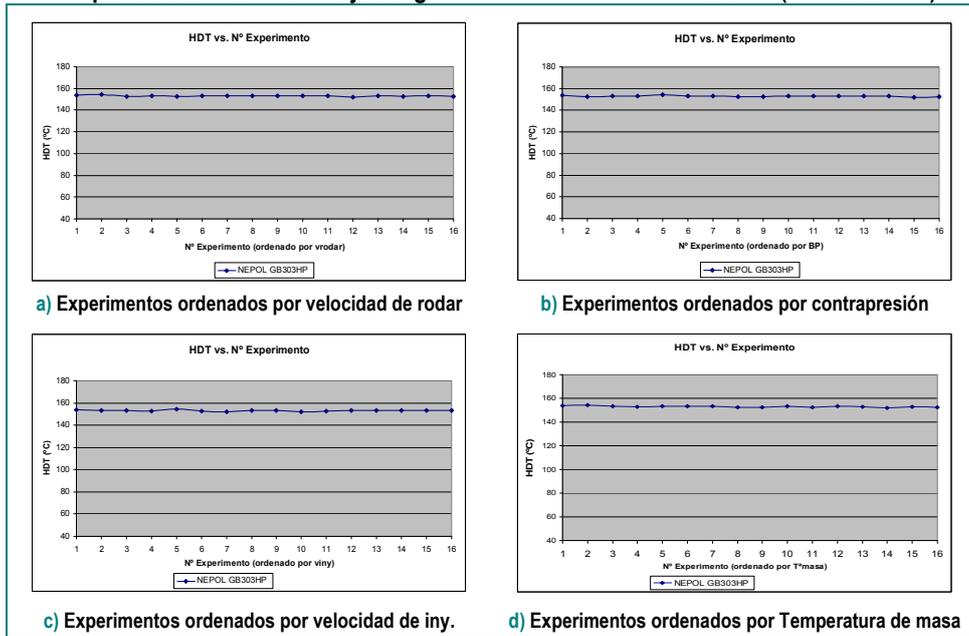


Figura 6.11: Análisis de los resultados reales para la Temperatura de Deflexión bajo Carga ordenados en función de las distintas variables de proceso

6.5. ANÁLISIS DE LA ENERGÍA DISIPADA ANTE IMPACTO EN IMPACTO UNIAxIAL A TEMPERATURA AMBIENTE

En la figura 6.12 puede observarse la contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la energía Disipada en Impacto Uniaxial a temperatura ambiente para el material NEPOL GB303HP (PP reforzado con 30% de fibra de vidrio larga).

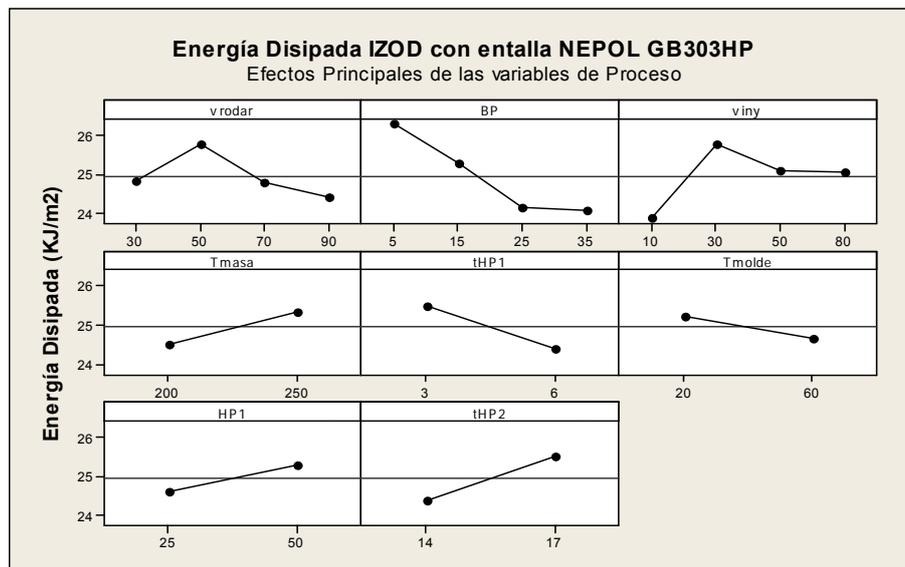


Figura 6.12: Contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la Energía disipada en Impacto uniaxial para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)

En la figura 6.13 se presenta la jerarquización de la influencia de las variables para la propiedad mecánica analizada. Las variables consideradas vitales son, por orden de influencia, la velocidad de inyección (v_{iny}), la velocidad angular del husillo durante el proceso de plastificación (v_{rodar}) y la contrapresión del husillo durante el proceso de plastificación (BP).

La velocidad de inyección (v_{iny}) y la velocidad de rodar (v_{rodar}) presentan un comportamiento singular mientras que la contrapresión al rodar (BP) presenta un comportamiento progresivo descendente.

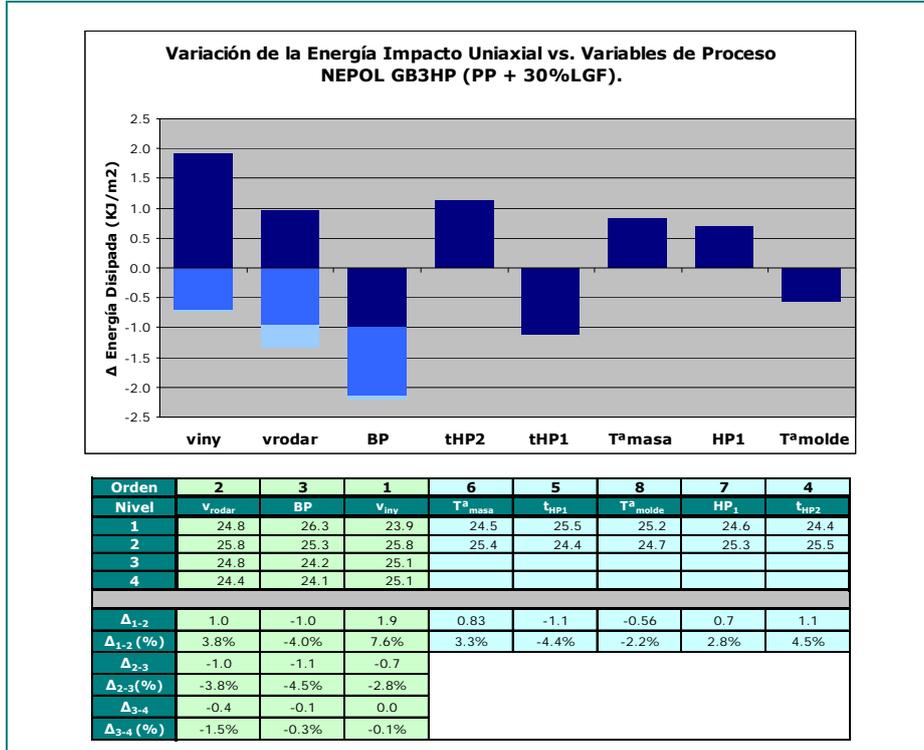


Figura 6.13: Jerarquización de variables del proceso de inyección para la Energía disipada en Impacto uniaxial en el material NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)

Modelo lineal de la Energía disipada ante Impacto Uniaxial en función de las condiciones de procesado

Con las tres variables vitales elegidas y el método descrito anteriormente se obtiene el modelo lineal siguiente:

$$\text{IZOD}_{\text{entalla}} (\text{KJ/m}^2) = 26.7 - 0.0106 \cdot v_{\text{rodar}} - 0.077 \cdot \text{BP} + 0.011 \cdot v_{\text{iny}}$$

En la figura 6.14 se han graficado dos casos representativos. Puede observarse la variación de la Energía Disipada en Impacto Uniaxial en función de la velocidad de inyección para los distintos valores de velocidad de rodar y dos casos extremos de la contrapresión al rodar.

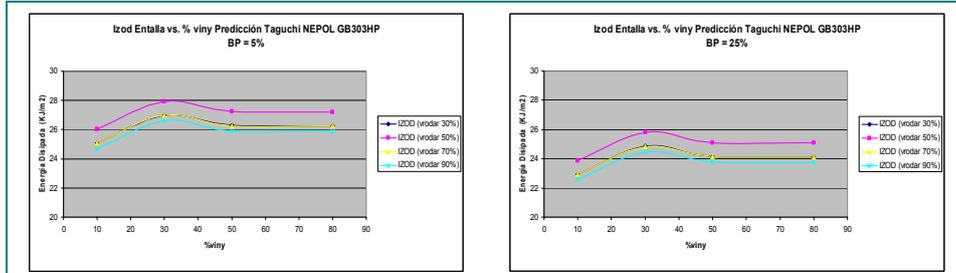


Figura 6.14: Predicciones para la variación de la energía disipada ante impacto uniaxial en función de las variables de proceso utilizadas

Puede apreciarse como la propiedad analizada presenta un máximo en el entorno del 50% de la velocidad de rodar. No obstante, la variación total de la propiedad analizada es muy pequeña.

En la figura 6.15 se presentan los resultados reales (obtenidos de los 16 experimentos implementados). En las gráficas pueden verse las tendencias de la propiedad mecánica analizada con las variables de proceso analizadas. No se aprecia ninguna tendencia clara y destacable

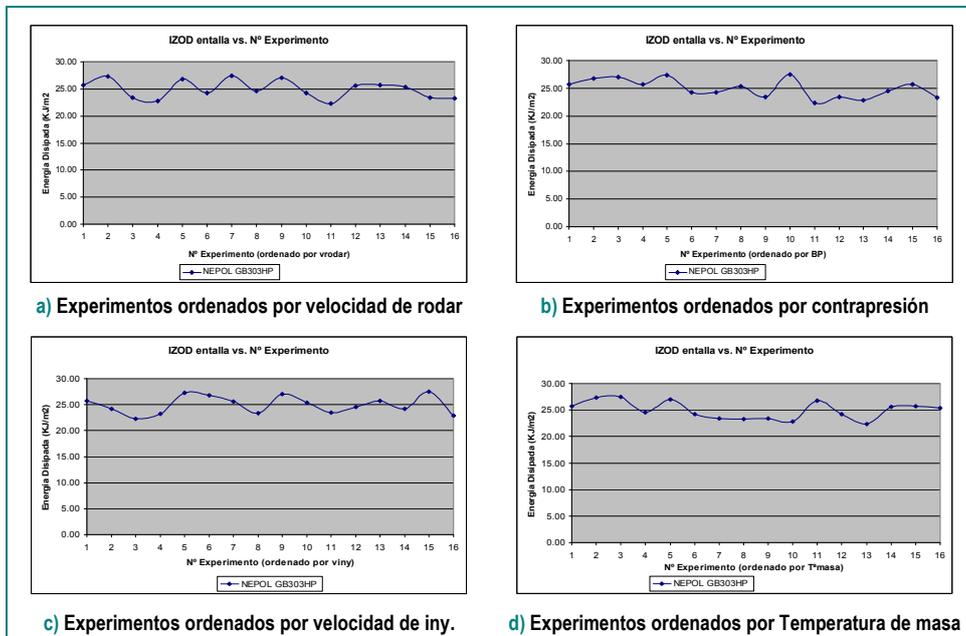


Figura 6.15: Análisis de los resultados reales para la Energía Disipada en Impacto Uniaxial ordenados en función de las distintas variables de proceso

	V _{rodar} (%)	BP (%)	V _{iny}	E _{80°C}	IZOD
1	30	5	10	4058.6	25.1
2	30	5	30	3886.2	27.0
3	30	5	50	3811.3	26.3
4	30	5	80	3749.4	26.2
5	30	15	10	4142.9	24.1
6	30	15	30	3970.5	26.0
7	30	15	50	3895.5	25.3
8	30	15	80	3833.6	25.2
9	30	25	10	4235.5	22.9
10	30	25	30	4063.1	24.8
11	30	25	50	3988.1	24.1
12	30	25	80	3926.2	24.1
13	30	35	10	4112.2	22.9
14	30	35	30	3939.8	24.8
15	30	35	50	3864.8	24.1
16	30	35	80	3802.9	24.0
17	50	5	10	3985.3	26.0
18	50	5	30	3812.9	27.9
19	50	5	50	3738.0	27.2
20	50	5	80	3676.1	27.2
21	50	15	10	4069.5	25.0
22	50	15	30	3897.1	26.9
23	50	15	50	3822.2	26.2
24	50	15	80	3760.3	26.2
25	50	25	10	4162.2	23.9
26	50	25	30	3989.8	25.8
27	50	25	50	3914.8	25.1
28	50	25	80	3852.9	25.1
29	50	35	10	4038.8	23.8
30	50	35	30	3866.4	25.7
31	50	35	50	3791.5	25.0
32	50	35	80	3729.6	25.0
33	70	5	10	3994.4	25.1
34	70	5	30	3822.0	27.0
35	70	5	50	3747.1	26.3
36	70	5	80	3685.2	26.2
37	70	15	10	4078.7	24.1
38	70	15	30	3906.3	26.0
39	70	15	50	3831.3	25.3
40	70	15	80	3769.4	25.2
41	70	25	10	4171.3	22.9
42	70	25	30	3998.9	24.8
43	70	25	50	3923.9	24.1
44	70	25	80	3862.0	24.1
45	70	35	10	4048.0	22.9
46	70	35	30	3875.6	24.8
47	70	35	50	3800.6	24.1
48	70	35	80	3738.7	24.0
49	90	5	10	3909.1	24.7
50	90	5	30	3736.7	26.6
51	90	5	50	3661.7	25.9
52	90	5	80	3599.8	25.9
53	90	15	10	3993.3	23.7
54	90	15	30	3820.9	25.6
55	90	15	50	3745.9	24.9
56	90	15	80	3684.0	24.9
57	90	25	10	4085.9	22.6
58	90	25	30	3913.5	24.5
59	90	25	50	3838.6	23.8
60	90	25	80	3776.7	23.7
61	90	35	10	3862.6	22.5
62	90	35	30	3790.2	24.4
63	90	35	50	3715.2	23.7
64	90	35	80	3653.3	23.7

Tabla 6.III: Predicciones obtenidas para las variables Módulo Elástico (80°C) y Energía Disipada en Impacto Uniaxial (Izod con entalla) utilizando el método de Taguchi

6.6. ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DE LA ORIENTACIÓN DE LA FIBRA

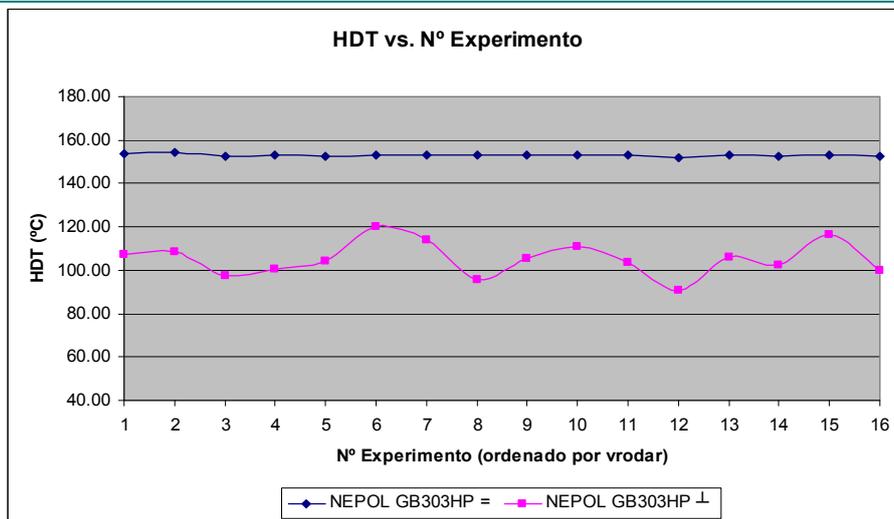
Los resultados presentados en el presente Capítulo corresponden a los obtenidos con probetas mecanizadas en la dirección en la cual la fibra se ha orientado durante el proceso de inyección. Los valores de las propiedades mecánicas obtenidas de esta manera son los máximos posibles, mientras que las propiedades obtenidas con probetas mecanizadas en la dirección perpendicular a la orientación de la fibra proporcionan los valores mínimos de las propiedades mecánicas.

Se ha realizado un estudio comparativo entre las propiedades mecánicas en la dirección del flujo y en la dirección perpendicular para este material, analizando las propiedades de Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT) y de la Energía disipada en impacto uniaxial (Izod con entalla). En la [figura 6.16](#) puede observarse, para cada una de las propiedades mecánicas, la comparación de estos valores entre la dirección paralela y perpendicular de la fibra.

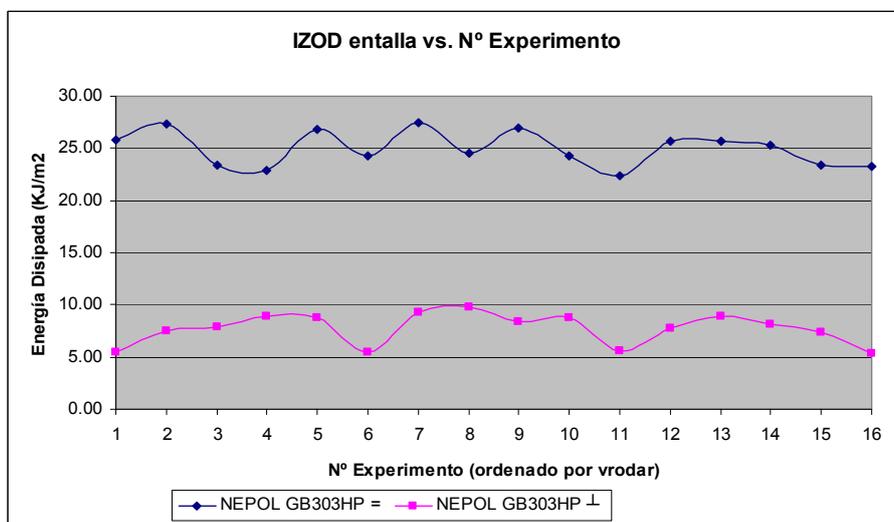
Para la Temperatura de Deflexión Bajo Carga ([figura 6.16 \(a\)](#)) la diferencia entre las dos direcciones de orientación de la fibra es notable. El HDT en la dirección paralela a la fibra es 1,46 veces superior (en promedio) al HDT en la dirección perpendicular de las fibras.

Para la Energía disipada en impacto Uniaxial ([figura 6.16 \(b\)](#)) la diferencia entre las dos direcciones de orientación de la fibra es muy notable. El Izod en la dirección paralela a la fibra es 3,23 veces superior (en promedio) al Izod en la dirección perpendicular de las fibras.

Este resultado pone de manifiesto que la influencia de la orientación de la fibra es muy superior a la posible variación en las propiedades mecánicas debida a las variables de proceso y que, por lo tanto, una vez definido el producto y la forma de inyectar (posición, número de inyectores y secuencia de apertura-cierre) las posibilidades de aumentar las propiedades mecánicas mediante la optimización de las variables de proceso es muy limitada.



a) Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT)



b) Energía Disipada ante impacto uniaxial (Izod con entalla)

Figura 6.16: Comparación entre las dos orientaciones de fibra extremas (0 y 90°) para las propiedades mecánicas HDT e Izod sin entalla.

6.7. INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS. ANÁLISIS DE LA LONGITUD DE FIBRA

Como se ha visto, la influencia que las principales variables del proceso de inyección tienen en las propiedades mecánicas seleccionadas han resultado ser pequeñas. En el estudio realizado se ha utilizado un único material (polipropileno reforzado con 30% de fibra de vidrio larga denominado comercialmente NEPOL GB303HP). Al elegir el material han quedado fijadas las variables intrínsecas del mismo, tanto de la matriz polimérica (viscosidad, grado y tipo de funcionalizante) como de la fibra de refuerzo (tipo, longitud inicial, concentración, diámetro y tratamiento superficial).

Durante el proceso de transformación del material mediante la tecnología de inyección, la principal modificación (prácticamente la única) que puede sufrir el material es la disminución de la longitud de la fibra. Por lo tanto, cabe esperar que la variación de las propiedades mecánicas en función de las variables de proceso estén muy relacionadas con la modificación que sufre la longitud inicial de la fibra de refuerzo del material compuesto.

Para intentar explicar los pequeños cambios que han experimentado las propiedades mecánicas con las amplias variaciones provocadas en las variables de proceso, vamos a analizar la longitud residual de la fibra de refuerzo resultante de cada experimento realizado.

La longitud de la fibra de refuerzo de partida era de 11 mm, igual para todos los experimentos. Para cada uno de los 16 experimentos realizados en el diseño de experimentos se ha medido la longitud de la fibra resultante en dos puntos de control: el primer punto corresponde a la entrada del molde (salida de la inyectora); el segundo punto corresponde a una muestra de la propia probeta ensayada. En la [Tabla 6.IV](#) se presentan los resultados obtenidos de las mediciones de fibra residual realizadas en cada uno de los experimentos.

Nº	V _{rodar} (%)	BP (%)	V _{iny} (%)	T ^a _{masa} (°C)	t _{HP1} (s)	T ^a _{molde} (°C)	HP ₁ (%)	t _{HP2} (s)	L _{mazarota} (mm)	L _{probeta} (mm)
1	30	5	10	250	3	20	25	14	8.25	2.31
2	30	15	30	250	3	60	50	17	6.31	1.96
3	30	25	50	200	6	20	25	17	4.33	1.51
4	30	35	80	200	6	60	50	14	2.86	1.07
5	50	5	30	200	6	20	50	14	7.12	1.82
6	50	15	10	200	6	60	25	17	5.51	1.64
7	50	25	80	250	3	20	50	17	3.58	1.05
8	50	35	50	250	3	60	25	14	3.78	1.42
9	70	5	50	250	6	60	50	17	5.54	1.48
10	70	15	80	250	6	20	25	14	3.62	1.02
11	70	25	10	200	3	60	50	14	3.22	1.36
12	70	35	30	200	3	20	25	17	2.05	0.94
13	90	5	80	200	3	60	25	17	4.14	1.25
14	90	15	50	200	3	20	50	14	2.81	0.96
15	90	25	30	250	6	60	25	14	2.23	0.98
16	90	35	10	250	6	20	50	17	3.52	1.28

Tabla 6.IV: Resultados obtenidos de longitud residual de la fibra de refuerzo

En la [figura 6.17](#) se han graficado los resultados reales obtenidos de los 16 experimentos ordenados en función de cada una de las variables de proceso significativas para interpretar los resultados obtenidos.

Puede observarse como la longitud residual de fibra en la mazarota (gráfica azul) es significativamente más alta (promedio de 4.3 mm) que la longitud residual de fibra en la probeta (promedio de 1.4 mm)

Analizando la longitud residual de la fibra de refuerzo en la salida de la inyectora (mazarota) podemos observar como existe gran diferencia entre las longitudes obtenidas para los distintos experimentos. La variación entre el máximo (8.25 mm) y el mínimo (2.05 mm) es importante y cabría esperar una influencia importante en las propiedades mecánicas analizadas.

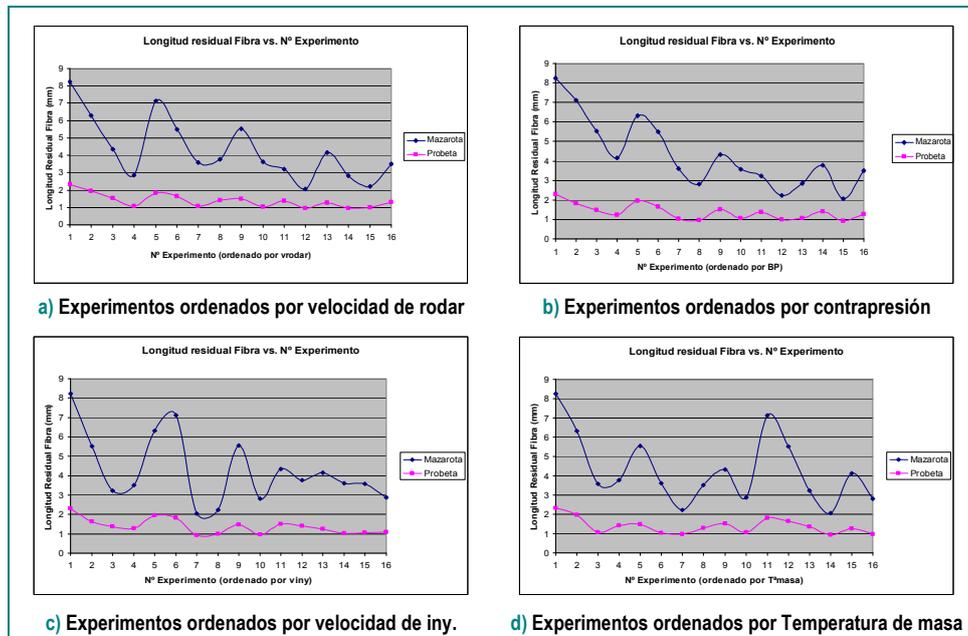


Figura 6.17: Análisis de los resultados reales para la longitud de residual de la fibra de refuerzo ordenados en función de las distintas variables de proceso

Realizando este mismo análisis para la longitud residual de fibra de refuerzo en la probeta observamos que las variaciones entre el máximo (2.31 mm) y el mínimo (0.94 mm) son muy inferiores al caso anterior.

Los resultados obtenidos de la longitud residual de fibra de refuerzo en la probeta explican que la variación de las propiedades mecánicas analizadas haya resultado poco importante. La rotura de la fibra en el interior del molde, desde la mazarota hasta la cavidad, es significativa y provoca que las diferencias en la longitud residual de la fibra provocadas por las variables de proceso durante la plastificación del material se atenúen.

En las figuras 6.18 y 6.19 se muestra la influencia de las variables de proceso tanto en la longitud residual de la fibra en la mazarota como en la probeta. Destaca que las variables vitales para ambos casos son las mismas.

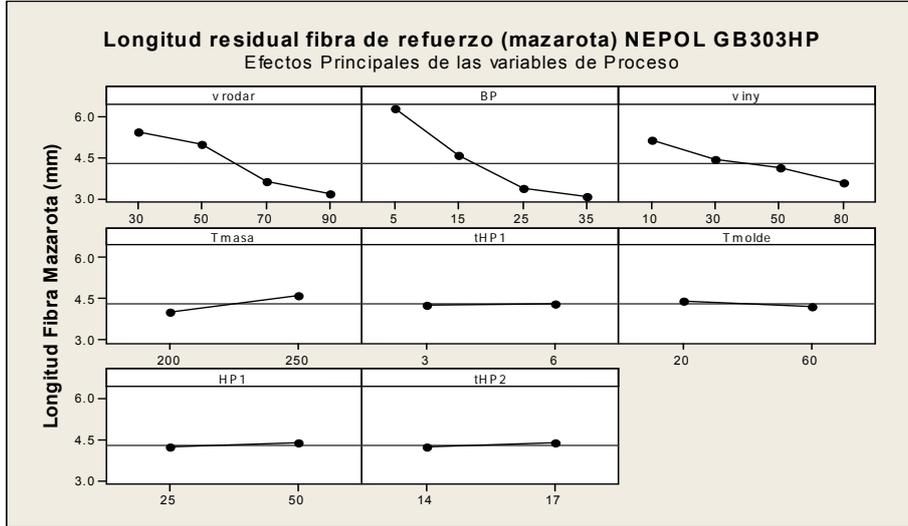


Figura 6.18: Contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la longitud residual de la fibra de refuerzo en la mazarota para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)

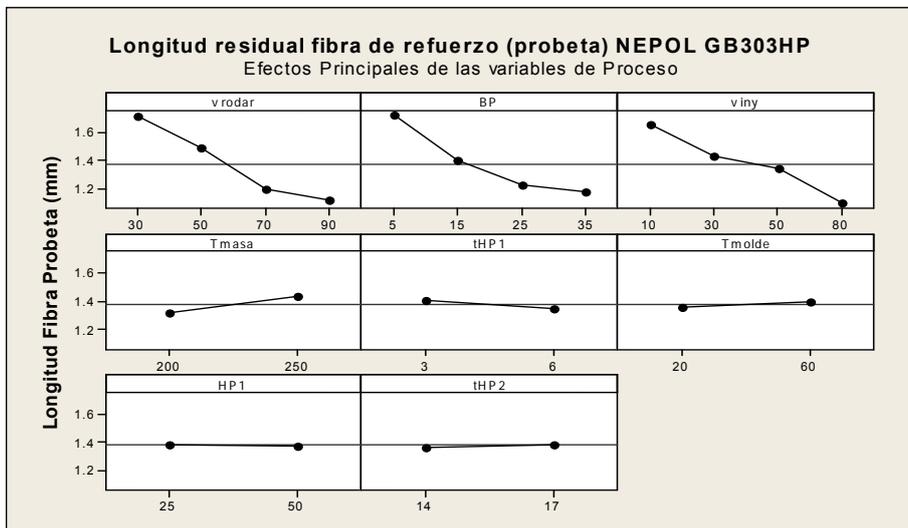


Figura 6.19: Contribución individual de cada variable del proceso de inyección a la longitud residual de la fibra de refuerzo en la probeta para el NEPOL GB303HP (PP + 30%LGF)

Puede apreciarse que las variables vitales son la velocidad angular del husillo (v_{rodar}), la contrapresión del husillo durante la plastificación (BP) y la velocidad de inyección (v_{iny}). El resto de las variables tienen, en ambos casos, una incidencia mínima sobre la rotura de la fibra. La principal diferencia que se observa entre la longitud

residual en la mazarota y en la probeta es que en el caso de la longitud residual en la probeta tiene más influencia la velocidad de inyección.

Este resultado es lógico debido a que cuando se mide la longitud residual en la mazarota el material únicamente ha atravesado la boquilla de la inyectora, mientras que cuando se mide la longitud residual en la probeta, el material fundido ha atravesado la boquilla de la inyectora, el bebedero del molde, los canales de alimentación y la entrada de la cavidad. Es lógico, por lo tanto, que en este último caso influya más en la rotura de la fibra la velocidad a la que el material ha sido inyectado.

6.8. JERARQUIZACIÓN DE VARIABLES Y MODELOS MATEMÁTICOS

En la [tabla 6.V](#) se muestra la jerarquización de la influencia de cada una de las variables de proceso seleccionadas sobre las propiedades mecánicas analizadas.

Así, por ejemplo, si nos fijamos en el módulo elástico en tracción a alta temperatura ($E_{80^\circ C}$) podemos ver que la variable de proceso que mayor influencia tiene en la variación de esta propiedad es la velocidad de inyección (v_{iny}), además, la flecha descendente que acompaña a esta propiedad quiere decir que el máximo de la propiedad mecánica $E_{80^\circ C}$ se consigue con el menor valor de la velocidad de inyección. Para esta misma propiedad mecánica, la segunda variable que mayor efecto tiene es la contrapresión al rodar (BP), para esta variable los mejores valores de $E_{80^\circ C}$ se consiguen con un valor intermedio de la contrapresión.

$E_{80^\circ C}$	v_{iny} ↓	BP ↔	v_{rodar} ↓	T^a_{masa} ↓	t_{HP1} ↑	HP_1 ↑	T^a_{molde} ↓	t_{HP2} ↑
σ_{rotura}	v_{rodar} ↓	v_{iny} ↔	BP ↔	T^a_{molde} ↓	T^a_{masa} ↓	HP_1 ↑	t_{HP1} ↑	t_{HP2} ↑
HDT	v_{rodar} ↓	v_{iny} ↓	BP ↔	T^a_{masa} ↑	T^a_{molde} ↑	HP_1 ↑	t_{HP1} ↓	t_{HP2} ↑
IZOD	v_{iny} ↔	v_{rodar} ↓	BP ↓	t_{HP2} ↑	t_{HP1} ↓	T^a_{masa} ↑	HP_1 ↑	T^a_{molde} ↓

Tabla 6.V: Jerarquización de la influencia de cada variable de proceso para las distintas propiedades mecánicas analizadas

Utilizando los resultados presentados en la tabla anterior puede obtenerse la combinación óptima de las variables de proceso que maximizan cada una de las propiedades mecánicas analizadas. Se han

sombreado de gris aquellas variables de proceso que tienen una influencia muy pequeña en la propiedad mecánica correspondiente.

Aunque la influencia de cada variable de proceso es distinta para cada propiedad mecánica analizada, si que puede comprobarse que para conseguir un buen resultado de todas las propiedades mecánicas analizadas se deberá elegir la velocidad de inyección baja, la velocidad angular del husillo al rodar baja y la contrapresión del husillo durante el proceso de plastificación medio-baja.

Puede observarse también como las variables que afectan a la presión posterior (tiempo del primer nivel de la presión posterior, primer nivel de la presión posterior y tiempo del segundo nivel de la presión posterior) tienen una influencia mínima en las propiedades mecánicas analizadas. De la misma manera, tanto la temperatura de la masa fundida como la temperatura del molde no presentan una influencia significativa.

Finalmente, en la [tabla 6.VI](#) se muestran los modelos matemáticos (lineal y de orden 3) para las propiedades mecánicas $E_{80^{\circ}\text{C}}$ e $\text{IZOD}_{\text{entalla}}$. Para las otras dos propiedades se ha considerado que la variación que presentan con las variables de proceso no siguen tendencias suficientemente significativas como para reflejarlas en un modelo matemático.

Propiedad Mecánica	Modelo Lineal	Modelo Orden 3	Ajuste (%)	
Módulo Elástico Tracción 80°C (MPa)	$4144 - 2.2 \cdot V_{\text{rodar}} + 2.53 \cdot \text{BP} - 4.22 \cdot V_{\text{iny}}$	$4883 - 38.1 \cdot V_{\text{rodar}} - 13.9 \cdot \text{BP} - 16.4 \cdot V_{\text{iny}} + 0.656 \cdot V_{\text{rodar}}^2 + 1.72 \cdot \text{BP}^2 + 0.235 \cdot V_{\text{iny}}^2 - 0.00369 \cdot V_{\text{rodar}}^3 - 0.0374 \cdot \text{BP}^3 - 0.00126 \cdot V_{\text{iny}}^3$	73.1	100
Izod Entalla $T^{\text{a}}_{\text{ambiente}}$	$26.7 - 0.0106 \cdot V_{\text{rodar}} - 0.077 \cdot \text{BP} + 0.011 \cdot V_{\text{iny}}$	$11.8 + 0.612 \cdot V_{\text{rodar}} + 0.0243 \cdot \text{BP} + 0.356 \cdot V_{\text{iny}} - 0.0103 \cdot V_{\text{rodar}}^2 - 0.00938 \cdot \text{BP}^2 - 0.00834 \cdot V_{\text{iny}}^2 + 0.000052 \cdot V_{\text{rodar}}^3 + 0.000195 \cdot \text{BP}^3 + 0.000056 \cdot V_{\text{iny}}^3$	55.5	100

Tabla 6.VI: Modelos Lineales y de Orden 3 para las distintas propiedades mecánicas analizadas

En cualquier caso cabe destacar que la influencia de las variables de proceso que se ha encontrado en las propiedades mecánicas elegidas y para el material analizado ha sido relativamente pequeña. La

estimación de las máximas variaciones (respecto a la media) de las propiedades analizadas ha sido: $E_{80^{\circ}\text{C}}$ (16.4 %); σ_{rotura} (15.7%); HDT (1.7%); Izod (21.7%).

6.9. RESUMEN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS DE LA INFLUENCIA DE LAS PRINCIPALES VARIABLES DEL PROCESO DE INYECCIÓN

Las principales conclusiones que se han obtenido del estudio realizado de la influencia que las principales variables del proceso de inyección tienen en las propiedades mecánicas fundamentales de los materiales poliméricos compuestos, son:

- Las conclusiones que se han obtenido son aplicables al material utilizado (NEPOL GB303HP), al proceso de transformación (inyección) y a la máquina inyectora utilizada (Margarit JSW650). Aunque, tanto el material elegido como la inyectora seleccionada son representativos de los materiales/máquinas utilizadas a nivel industrial en la fabricación de componentes, la extrapolación de los resultados obtenidos a otros casos ha de hacerse con prudencia.
- La variación de las propiedades mecánicas elegidas con las variables de proceso han resultado relativamente pequeñas. La estimación de las máximas variaciones (respecto a la media) de las propiedades analizadas ha sido: $E_{80^{\circ}\text{C}}$ (16.4 %); σ_{rotura} (15.7%); HDT (1.7%); Izod (21.7%).
- Las variables que más afectan a las propiedades mecánicas analizadas han resultado ser las ligadas a la fusión del material plástico y la velocidad de inyección. La optimización de las propiedades mecánicas analizadas se consigue con: la velocidad de inyección baja, la velocidad angular del husillo al rodar baja y la contrapresión del husillo durante el proceso de plastificación medio-baja. Las variables asociadas a la compactación del material fundido han resultado ser poco significativas.

Capítulo VII

7. RESUMEN DE RESULTADOS Y CASOS DE ESTUDIO

7.1. INTRODUCCIÓN

En este capítulo se presenta, a modo de síntesis, un resumen de los resultados más significativos obtenidos del presente trabajo de investigación. Junto a este resumen se mostrarán dos casos prácticos en los cuales, aplicando la metodología desarrollada, podría conseguirse reducción de peso y coste de los componentes analizados respecto a la situación actual.

Cabe recordar que el objetivo principal planteado en el presente trabajo de investigación era generar el conocimiento que permitiera establecer una Metodología para diseñar materiales compuestos a medida para cada aplicación, optimizando la relación prestación/precio.

En la [figura 7.1](#) puede observarse, sobre la representación esquemática de un vehículo tipo, la ubicación de los dos productos seleccionados para los casos de estudio. Se trata del chapón de puerta y del escudo inferior.

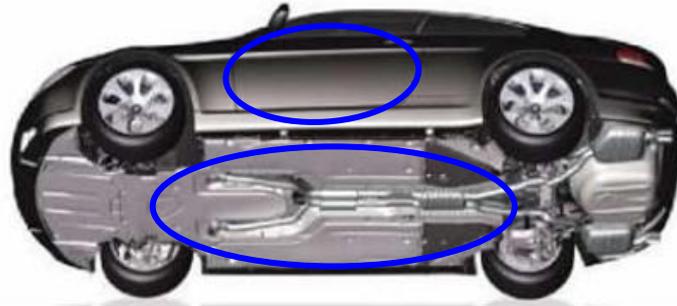


Figura 7.1: Representación de los componentes analizados sobre un vehículo tipo

Para cada uno de los casos de estudio se ha realizado un análisis completo de las implicaciones que tiene el diseño del material en la densidad final del compuesto y en la potencial reducción de coste.

7.2. RESUMEN DE RESULTADOS OBTENIDOS

En los **capítulos V y VI** se ha analizado, de forma pormenorizada, la contribución que cada variable de diseño y procesado del material compuesto tiene en las propiedades mecánicas seleccionadas.

Para poder manejar de forma más sencilla toda la información generada, se han realizado las siguientes tablas resumen con las que se pretende sintetizar el conocimiento generado.

E	%GF ↑	LGF ↑	%func ↓	Act ↓	∅ ↓	visc ↓	TF ↓
E_{80°C}	%GF ↑	LGF ↑	%func ↓	∅ ↓	TF ↑	Act ↓	visc ↑
σ_{rotura}	%func ↓	LGF ↑	%GF ↑	Act ↓	∅ ↑	TF ↓	visc ↓
HDT	%GF ↑	LGF ↑	%func ↓	Act ↓	∅ ↓	visc ↓	TF ↑
IZOD	%GF ↑	%func ↓	LGF ↑	visc ↑	Act ↓	TF ↓	∅ ↓
IZOD_{-40°C}	%GF ↑	LGF ↑	%func ↓	visc ↑	∅ ↓	Act ↓	TF ↓
PUNCTURE	visc ↑	%func ↓	LGF ↓	Act ↓	TF ↓	%GF ↓	∅ ↓

Tabla 7.1: Jerarquización de la influencia de cada variable de diseño del material (reforzado con fibra de vidrio) para las distintas propiedades mecánicas analizadas

En las [tablas 7.1 y 7.2](#) se muestran, esquemáticamente, los resultados obtenidos de la influencia de las variables de diseño en las propiedades mecánicas seleccionadas.

E	%BF ↑	LBF ↑	%func ↔	Act ↓	∅ ↓	visc ↓	TF ↓
E_{80°C}	%BF ↑	LBF ↑	%func ↓	Act ↓	visc ↓	∅ ↓	TF ↓
σ_{rotura}	%func ↓	%BF ↑	LBF ↑	∅ ↑	Act ↓	visc ↑	TF ↓
HDT	LBF ↑	%BF ↑	%func ↔	TF ↓	visc ↑	Act ↓	∅ ↑
IZOD	%BF ↑	%func ↓	Act ↓	visc ↑	LBF ↑	TF ↓	∅ ↑
IZOD_{-40°C}	LBF ↑	%BF ↑	%func ↔	visc ↑	Act ↓	TF ↓	∅ ↓
PUNCTURE	visc ↑	Act ↓	LBF ↓	TF ↓	%func ↓	%BF ↓	∅ ↑

Tabla 7.II: Jerarquización de la influencia de cada variable de diseño del material (reforzado con fibra de basalto) para las distintas propiedades mecánicas analizadas

Se presenta por separado el estudio realizado sobre los compuestos de fibra de vidrio ([Tabla 7.I](#)) y sobre los compuestos de fibra de basalto ([Tabla 7.II](#)).

La interpretación de la tabla anterior es la siguiente: para cada propiedad mecánica analizada (primera columna de la izquierda) se muestra la jerarquización de las variables de diseño del material compuesto y una flecha que indica si la propiedad mecánica analizada crece o decrece cuando cada variable aumenta de valor. Además, se representan en gris aquellas variables que han resultado no vitales, es decir las variables que no tienen influencia significativa en la propiedad mecánica analizada.

Por ejemplo, si nos fijamos en la primera fila (**E**= módulo elástico en tracción a temperatura ambiente para compuestos de fibra de vidrio) podemos observar que la variable más influyente es el porcentaje de fibra (%_{GF}) y que esta propiedad aumenta al aumentar ese porcentaje. La siguiente variable en importancia para **E** es la longitud de la fibra (**L_{GF}**) y que la propiedad **E** aumenta al aumentar su longitud. También podemos observar que las variables activación de la fibra de refuerzo (Act), diámetro de la fibra de refuerzo (∅), viscosidad de la matriz polimérica (visc) y tipo de funcionalizante (TF) tienen una influencia pequeña en la propiedad **E**.

En la [tabla 7.III](#) se muestra el resumen de los resultados obtenidos de la influencia de las variables del proceso de inyección en las propiedades mecánicas seleccionadas.

$E_{80^{\circ}\text{C}}$	v_{iny} ↓	BP ↓↑	v_{rodar} ↓	$T^{\text{a}}_{\text{masa}}$ ↓	t_{HP1} ↑	HP ₁ ↑	$T^{\text{a}}_{\text{molde}}$ ↓	t_{HP2} ↑
σ_{rotura}	v_{rodar} ↓	v_{iny} ↓↑	BP ↓↑	$T^{\text{a}}_{\text{molde}}$ ↓	$T^{\text{a}}_{\text{masa}}$ ↓	HP ₁ ↑	t_{HP1} ↑	t_{HP2} ↑
HDT	v_{rodar} ↓	v_{iny} ↓	BP ↓↑	$T^{\text{a}}_{\text{masa}}$ ↑	$T^{\text{a}}_{\text{molde}}$ ↑	HP ₁ ↑	t_{HP1} ↓	t_{HP2} ↑
IZOD	v_{iny} ↓	v_{rodar} ↓	BP ↓	t_{HP2} ↑	t_{HP1} ↓	$T^{\text{a}}_{\text{masa}}$ ↑	HP ₁ ↑	$T^{\text{a}}_{\text{molde}}$ ↓

Tabla 7.III: Jerarquización de la influencia de cada variable de proceso para las distintas propiedades mecánicas analizadas

La interpretación de esta tabla es exactamente igual que la de la tabla anterior.

En la [Tabla 7.IV](#) y [7.V](#) se muestran los incrementos porcentuales que pueden conseguirse con cada una de las variables de diseño del material compuesto.

	LGF	%GF	%func	visc	TF	Ø	Act
$E_{T^{\text{a}}_{\text{ambiente}}}$	25%	63.3%	20.4%	2.1%	1.2%	2.2%	2.8%
$E_{80^{\circ}\text{C}}$	38.1%	87.4%	29.4%	1.3%	4.5%	7%	2.1%
σ_{rotura}	19.7%	15%	33.3%	0.5%	2%	2.2%	4%
HDT	43.7%	57.6%	12.1%	2.7%	1.9%	7.3%	9.3%
IZOD	50.3%	97.4%	53.9%	46.5%	20.7%	15.7%	23.1%
IZOD _{-20°C}	76.3%	101.2%	60.6%	28.2%	15.7%	19.94%	19.8%
PUNCTURE	34.1%	16.3%	37.5%	76.6%	17.9%	9.3%	27.8%

Tabla 7.IV: Incrementos porcentuales esperados de cada una de las propiedades mecánicas analizadas para cada variable de diseño del material (fibra de vidrio)

Para interpretar los datos más fácilmente se ha utilizado, en todas las tablas, el siguiente código de colores:

	Variable con fuerte efecto positivo en la propiedad mecánica analizada
	Variable con efecto positivo moderado en la propiedad mecánica analizada
	Variable con fuerte efecto positivo o negativo en la propiedad mecánica
	Variable con efecto positivo o negativo moderado en la propiedad mecánica
	Variable con efecto débil en la propiedad mecánica analizada

	LBF	%BF	%func	visc	TF	Ø	Act
$E_{T^{\text{ambiente}}}$	22.6%	60.7%	13.6%	5.1%	3.8%	3.3%	7.6%
$E_{80^{\circ}\text{C}}$	44.4%	89.1%	36.5%	10.1%	0.5%	1.9%	11.2%
σ_{rotura}	11.1%	12.5%	13.9%	1.6%	0.3%	3.5%	1.8%
HDT	59.5%	38.9%	10.2%	3.7%	5.5%	1.8%	3.5%
IZOD	41.5%	74.7%	51.1%	42.3%	27.1%	0.4%	44.1%
IZOD _{-20°C}	93.2%	91.8%	59.8%	34.5%	21.8%	10.9%	26.8%
PUNCTURE	31.8%	10.6%	12.8%	54.6%	18.4%	5.1%	42.4%

Tabla 7.V: Incrementos porcentuales esperados de cada una de las propiedades mecánicas analizadas para cada variable de diseño del material (fibra de basalto)

En la **Tabla 7.VI** se muestran los incrementos porcentuales de las propiedades mecánicas analizadas que pueden conseguirse con cada una de las variables del proceso de inyección.

	V_{rodar}	BP	V_{iny}	$T^{\text{a}}_{\text{masa}}$	t_{HP1}	$T^{\text{a}}_{\text{molde}}$	HP_1	t_{HP2}
$E_{80^{\circ}\text{C}}$	4.3 %	7.8 %	8 %	2.9 %	1.7 %	0.8 %	1.3 %	0.7 %
σ_{rotura}	4.2 %	3 %	3.9 %	1.8 %	1 %	2.3 %	1.2 %	0.3 %
HDT	0.7 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.1 %	0.3 %	0.1 %	0 %
IZOD	9.1 %	8.8 %	10.5 %	3.3 %	4.4 %	2.2 %	2.8 %	4.5 %

Tabla 7.VI: Resumen de los incrementos porcentuales esperados de cada una de las propiedades mecánicas analizadas para cada variable de proceso

En la **Tabla 7.VII** se presenta la reducción de peso y coste que se puede obtener en función del porcentaje de fibra del material compuesto. En las tres primeras columnas se presenta la reducción de densidad del material compuesto en función del porcentaje de refuerzo utilizado. A continuación se tabulan tres situaciones, en función del porcentaje de fibra del material compuesto de partida que queremos sustituir (20 - 30 - ó 40%). Para cada una de las situaciones planteadas, se calcula la densidad de peso asociada a la sustitución del material de referencia por otro material con distintos porcentajes de refuerzo.

% _{GF}	% _{PP}	P _{compuesto} g/litro ³	Δ Peso (40%)	Δ Coste	Δ (Coste+Prima)	Δ Peso (30%)	Δ Coste	Δ (Coste+Prima)	Δ Peso (20%)	Δ Coste	Δ (Coste+Prima)
1%	98%	0.911	-25.27%	-15.16%	-40.94%	-18.79%	-11.27%	-30.44%	-12.31%	-7.39%	-19.95%
2%	98%	0.917	-24.78%	-14.87%	-40.15%	-18.26%	-10.96%	-29.59%	-11.74%	-7.04%	-19.02%
3%	97%	0.923	-24.29%	-14.57%	-39.35%	-17.72%	-10.63%	-28.72%	-11.16%	-6.70%	-18.08%
4%	96%	0.929	-23.79%	-14.27%	-38.54%	-17.18%	-10.31%	-27.84%	-10.57%	-6.34%	-17.13%
5%	95%	0.935	-23.28%	-13.97%	-37.72%	-16.63%	-9.98%	-26.94%	-9.98%	-5.99%	-16.17%
6%	94%	0.941	-22.77%	-13.66%	-36.89%	-16.07%	-9.64%	-26.04%	-9.37%	-5.62%	-15.19%
7%	93%	0.948	-22.24%	-13.35%	-36.05%	-15.50%	-9.30%	-25.12%	-8.76%	-5.26%	-14.20%
8%	92%	0.954	-21.72%	-13.03%	-35.19%	-14.93%	-8.96%	-24.19%	-8.14%	-4.89%	-13.20%
9%	91%	0.961	-21.18%	-12.71%	-34.32%	-14.35%	-8.61%	-23.25%	-7.52%	-4.51%	-12.18%
10%	90%	0.967	-20.64%	-12.38%	-33.44%	-13.76%	-8.26%	-22.30%	-6.88%	-4.13%	-11.15%
11%	89%	0.974	-20.09%	-12.05%	-32.55%	-13.16%	-7.90%	-21.33%	-6.23%	-3.74%	-10.10%
12%	88%	0.981	-19.53%	-11.72%	-31.65%	-12.56%	-7.53%	-20.35%	-5.58%	-3.35%	-9.04%
13%	87%	0.988	-18.97%	-11.38%	-30.73%	-11.94%	-7.17%	-19.35%	-4.92%	-2.95%	-7.97%
14%	86%	0.995	-18.39%	-11.04%	-29.81%	-11.32%	-6.79%	-18.34%	-4.24%	-2.55%	-6.88%
15%	85%	1.002	-17.81%	-10.69%	-28.86%	-10.69%	-6.41%	-17.32%	-3.56%	-2.14%	-5.77%
16%	84%	1.009	-17.22%	-10.33%	-27.91%	-10.05%	-6.03%	-16.28%	-2.87%	-1.72%	-4.65%
17%	83%	1.016	-16.62%	-9.97%	-26.94%	-9.40%	-5.64%	-15.23%	-2.17%	-1.30%	-3.51%
18%	82%	1.024	-16.02%	-9.61%	-25.95%	-8.74%	-5.24%	-14.16%	-1.46%	-0.87%	-2.36%
19%	81%	1.031	-15.40%	-9.24%	-24.96%	-8.07%	-4.84%	-13.07%	-0.73%	-0.44%	-1.19%
20%	80%	1.039	-14.78%	-8.87%	-23.94%	-7.39%	-4.43%	-11.97%	0.00%	0.00%	0.00%
21%	79%	1.046	-14.14%	-8.49%	-22.92%	-6.70%	-4.02%	-10.85%			
22%	78%	1.054	-13.50%	-8.10%	-21.87%	-6.00%	-3.60%	-9.72%			
23%	77%	1.062	-12.84%	-7.71%	-20.81%	-5.29%	-3.17%	-8.57%			
24%	76%	1.070	-12.18%	-7.31%	-19.74%	-4.57%	-2.74%	-7.40%			
25%	75%	1.079	-11.51%	-6.90%	-18.65%	-3.84%	-2.30%	-6.22%			
26%	74%	1.087	-10.82%	-6.49%	-17.54%	-3.09%	-1.86%	-5.01%			
27%	73%	1.095	-10.13%	-6.08%	-16.41%	-2.34%	-1.40%	-3.79%			
28%	72%	1.104	-9.42%	-5.65%	-15.27%	-1.57%	-0.94%	-2.54%			
29%	71%	1.113	-8.71%	-5.22%	-14.11%	-0.79%	-0.47%	-1.28%			
30%	70%	1.122	-7.98%	-4.79%	-12.93%	0.00%	0.00%	0.00%			
31%	69%	1.131	-7.24%	-4.34%	-11.73%						
32%	68%	1.140	-6.49%	-3.89%	-10.51%						
33%	67%	1.149	-5.72%	-3.43%	-9.27%						
34%	66%	1.159	-4.94%	-2.97%	-8.01%						
35%	65%	1.168	-4.15%	-2.49%	-6.73%						
36%	64%	1.178	-3.35%	-2.01%	-5.43%						
37%	63%	1.188	-2.53%	-1.52%	-4.11%						
38%	62%	1.198	-1.70%	-1.02%	-2.76%						
39%	61%	1.208	-0.86%	-0.52%	-1.39%						
40%	60%	1.219	0.00%	0.00%	0.00%						

Tabla 7.VII: Reducción de Peso y Coste para distintos supuestos de material de partida

Asociado a la reducción del porcentaje de refuerzo se consigue una disminución de peso (Δ Peso) y una reducción de coste (Δ Coste).

La reducción de coste se ha calculado considerando que el impacto del coste del material sobre el coste final del producto es de un 60%. También se ha considerado la reducción de coste teniendo en cuenta, además del coste del material, la prima asociada a la reducción de peso. Esta prima se ha fijado en 2€/kg. Así, por ejemplo, si partimos de un componente que se está fabricando en un material compuesto reforzado con un 40% de fibra ($\rho=1.219 \text{ g/cm}^3$) y conseguimos fabricarlo con un material reforzado al 30% de fibra ($\rho=1.122 \text{ g/cm}^3$) conseguiríamos una reducción del 7.98% de peso, una reducción de coste directa asociada al material de un 4.79% y una reducción total (considerando la prima de reducción de peso) de un 12,93% respecto a los costes asociados a la utilización del material inicial.

7.3. CASO DE ESTUDIO I: CHAPÓN DE PUERTA (*PLASTIC CARRIER DOOR*)

El primer caso de estudio que se presenta corresponde a un componente utilizado en la puerta del vehículo. Este componente se conoce con el nombre de "*chapón de puerta*" ("*plastic carrier door*" en inglés).

Se trata de una pieza portante que integra la mayor parte de los componentes funcionales de la puerta del vehículo (carriles y motor del elevavinas, altavoz, comando de apertura, etc....).

Por motivos de confidencialidad no se pueden mostrar imágenes del desarrollo realizado (sobre el cual se han realizado los cálculos que se muestran a continuación). A modo de ejemplo, en la [figura 7.2](#) se muestran varios modelos de chapones de puerta similares al desarrollado. Se puede observar que la función portante es la fundamental en este tipo de componentes.



Figura 7.2: Ejemplos de distintos modelos de Carrier Plastic Door

Como cualquier producto del sector de automoción, el chapón de puerta tiene un pliego de condiciones en el cual se especifican todos los ensayos que debe de superar para conseguir la homologación. Para este componente, los ensayos más críticos son los que se realizan sobre la zona de sujeción del asidero (*“tiro de asidero en dirección Y”* a alta temperatura).

Para una temperatura de 80°C, aplicando una fuerza de 500 N. no debe romper, permitiéndose una deformación máxima de 10 mm y una deformación permanente inferior a 1,5 mm.

Analizando exhaustivamente el pliego de condiciones y los ensayos críticos, se ha llegado a la conclusión de que las propiedades del material que deben ser consideradas en este estudio son las cuatro siguientes: **HDT**, $E_{T^{\text{ambiente}}}$, $E_{80^{\circ}\text{C}}$ y σ_{rotura} . Siendo el módulo elástico en tracción a 80°C ($E_{80^{\circ}\text{C}}$) y la tensión de rotura en tracción (σ_{rotura}) los dos parámetros fundamentales.

Históricamente, este componente se fabricaba en chapa de acero (de ahí viene su nombre en castellano *“chapón de puerta”*). Para intentar reducir peso e integrar funciones se realizó la sustitución del acero por material termoplástico inyectado. En un primer paso se utilizó un polipropileno reforzado con un 40% de fibra de vidrio corta. Este material será nuestra referencia para calcular las potenciales reducciones de peso y coste que se consiguen al sustituir este material compuesto por otro material con menor porcentaje de refuerzo.

En un segundo paso se intenta sustituir el polipropileno reforzado con un 40% de fibra de vidrio corta (PP_{40%SGF}) por polipropileno reforzado con 30% de fibra de vidrio “larga” (PP_{30%LGF*}). Se ha utilizado el asterisco para indicar que, aunque el tamaño de fibra de partida es de 11 mm, al ser transformado por inyección, la longitud residual real de la fibra en la pieza no supera, en promedio, 1 mm de longitud. Por lo tanto este segundo paso tiene una efectividad limitada.

El siguiente paso es sustituir el PP_{40%SGF} por un polipropileno reforzado con veinte por ciento de fibra de vidrio y transformado mediante una tecnología que permita obtener un valor de longitud de fibra superior al obtenido mediante inyección (PP_{20%LGF}).

En la [Tabla 7.VIII](#) se presenta una comparación, entre los materiales elegidos, de las propiedades nominales isotrópicas consideradas significativas para el desarrollo del chapón de puerta. Se muestran en rojo y naranja las propiedades mecánicas más importantes para cumplir el pliego de condiciones ($E_{80^{\circ}\text{C}}$ y σ_{rotura}).

	PP _{40%SGF} (0.3 mm)	PP _{30%LGF*} (1 mm)	PP _{20%LGF} (12 mm)
E_{ambiente} (Mpa)	4200	3783	3126
$E_{80^{\circ}\text{C}}$ (Mpa)	1950	1877	1818
σ_{rotura} (Mpa)	60	43	49
HDT (°C)	138	140	134

Tabla 7.VIII: Propiedades mecánicas para materiales compuestos con distintas proporciones y longitudes de fibra aplicables al chapón de puerta

Para que la comparación entre materiales realizada anteriormente sea realista, hay que tener en cuenta el factor de anisotropía introducido por el proceso de transformación.

Durante el proceso de inyección la fibra de refuerzo se alinea en la dirección del flujo. Cuanto más corta sea la fibra mayor será el fenómeno de alineamiento. Este alineamiento provoca que las propiedades mecánicas sean muy superiores en la dirección de la fibra (dirección del flujo de inyección) que en la dirección transversal. Para caracterizar el fenómeno de anisotropía se realiza el cociente entre las

propiedades mecánicas en ambas direcciones (longitudinal y transversal al flujo de inyección).

Si el proceso de transformación es la inyección y los materiales compuestos están reforzados con fibra de vidrio corta (lo que ocurre con el material PP_{40%SGF}) los coeficientes de anisotropía de todas las propiedades mecánicas consideradas están en el entorno de 2. Cuando la fibra de refuerzo ha sido depositada de forma aleatoria y el proceso de transformación es similar a un termoconformado, el factor de anisotropía es igual a 1. Para procesos de transferencia-compresión, si la longitud de la fibra es suficientemente larga, los factores de anisotropía son próximos a 1.

Para realizar los cálculos de simulación mecánica, durante el proceso de desarrollo del componente, es usual (por simplicidad) considerar las propiedades mecánicas “*isotrópicas*”.

La validación de las simulaciones mecánicas (realizada sobre componentes) utilizando las propiedades mecánicas isotrópicas han demostrado que, cuando los factores de anisotropía son elevados, los valores de deformaciones calculados están por encima de los reales. Es decir, las simulaciones son generosas en cuanto al comportamiento real del material. Para compensar esta tendencia y conseguir que los resultados simulados sean representativos de la realidad, se suelen introducir coeficientes de corrección en función de la orientación asociada al proceso de transformación.

En la [Tabla 7.IX](#) se muestran los valores de las propiedades mecánicas de los materiales elegidos después de la ponderación realizada. Para el PP_{40%SGF} (material reforzado con fibra corta y transformado por inyección) se ha considerado un factor de ponderación de 1.15. Para el PP_{30%LGF*} (material reforzado con fibra larga y transformado por inyección) se ha considerado un factor de ponderación de 1.1. Para el PP_{20%LGF} se ha considerado un factor de ponderación de 1.05. Los factores de ponderación aplicados se obtienen de la experiencia propia, derivada de la validación de producto.

	Mínimo / Recomendado	PP _{40%SGF} (0.3 mm) Inyección (1.15)	PP _{30%LGF} (1 mm) Inyección (1.1)	PP _{20%LGF} (12 mm) Transf-Compr. (1.05)
$E_{T^{\text{ambiente}}}$ (Mpa)	2800 / 3000	3652	3439	2977
$E_{80^{\circ}\text{C}}$ (Mpa)	1500 / 1700	1696	1706	1731
σ_{rotura} (Mpa)	35 / 45	55	39	47
HDT (°C)	115 / 125	120	127	128

Figura 7.IX: Propiedades mecánicas ponderadas para materiales compuestos con distintas proporciones y longitudes de fibra aplicables al chapón de puerta

En la primera columna de la tabla anterior se presentan los valores mínimos y recomendados obtenidos de las simulaciones mecánicas realizadas para el componente desarrollado.

Como puede apreciarse (segunda fila de la [Tabla 7.IX](#)), la utilización de fibra de vidrio larga proporciona una ventaja incuestionable en el módulo elástico a alta temperatura.

Tomando como referencia los valores presentados en la [Tabla 7.VII](#) podemos calcular la reducción de peso y coste asociado a la sustitución del material original (PP_{40%SGF}) por cada uno de los materiales alternativos. En la [Tabla 7.X](#) se muestran los resultados que podrían obtenerse, considerando que todos los materiales tienen el mismo precio.

	Δ_{peso}	Δ_{coste}	$\Delta_{(\text{coste} + \text{prima})}$
PP _{40%SGF} (0.3 mm) Inyección (1.25)	0	0	0
PP _{30%LGF} (1 mm) Inyección (1.15)	-7.98 %	-4.79 %	-12.93 %
PP _{20%LGF} (12 mm) Transf-Compr. (1.05)	-14.78 %	-8.87 %	-23.94 %

Tabla 7.X: Reducciones potenciales de peso y coste para el mismo coste de material aplicable al chapón de puerta

El Polipropileno reforzado con fibra larga (LGF) es más caro que el polipropileno reforzado con fibra de vidrio corta (SGF) debido al proceso de fabricación. Para obtener polipropileno reforzado con fibra de vidrio larga se utiliza el proceso de pultrusión, el cual encarece el producto final. Para minimizar el aumento de coste debido al proceso de

incorporación de la fibra de vidrio larga al polipropileno se suele utilizar un masterbatch reforzado (al 60%) el cual se diluye posteriormente hasta el porcentaje necesario.

Tomando como referencia los siguientes precios: $PP_{\text{sin carga}} = 1.35$ €/Kg.; $PP_{40\%SGF} = 1.5$ €/Kg. y $PP_{60\%LGF} = 1.9$ €/Kg. podemos rehacer los resultados mostrados anteriormente. En la [Tabla 7.XI](#) se muestran los resultados obtenidos considerando el precio real de cada uno de los materiales compuestos utilizados.

	Δ_{peso}	Δ_{coste}	$\Delta_{(\text{coste} + \text{prima})}$
PP _{40%SGF} (0.3 mm) Inyección (1.25)	0	0	0
PP _{30%LGF} (1 mm) Inyección (1.15)	-7.98 %	+0.21 %	-7.93 %
PP _{20%LGF} (12 mm) Transf-Compr. (1.05)	-14.78 %	-7.54 %	-22.61 %

Tabla 7.XI: Reducciones potenciales de peso y coste para distinto precio de cada material compuesto aplicables al chapón de puerta

7.4. CASO DE ESTUDIO II: ESCUDO INFERIOR (UNDERBODY SHIELD)

El segundo caso de estudio que se presenta, corresponde a un componente utilizado en los bajos del vehículo. Este componente se conoce con el nombre de “escudo inferior” (“*underbody shield*” en inglés).

El estudio realizado, el cual se muestra a continuación, es semejante al expuesto en el caso anterior.

En la [figura 7.3](#) se muestra un ejemplo de las piezas tipo situadas en la parte inferior del vehículo.

Aunque cada fabricante tiene sus particularidades y tanto el número de piezas de los bajos del vehículo como su funcionalidad puede variar, la distribución mostrada en la [figura 7.3](#) (deflector inferior + cubre-cárter, escudos inferiores y cubre-rueda) es una de las más típicas en la mayoría de fabricantes.

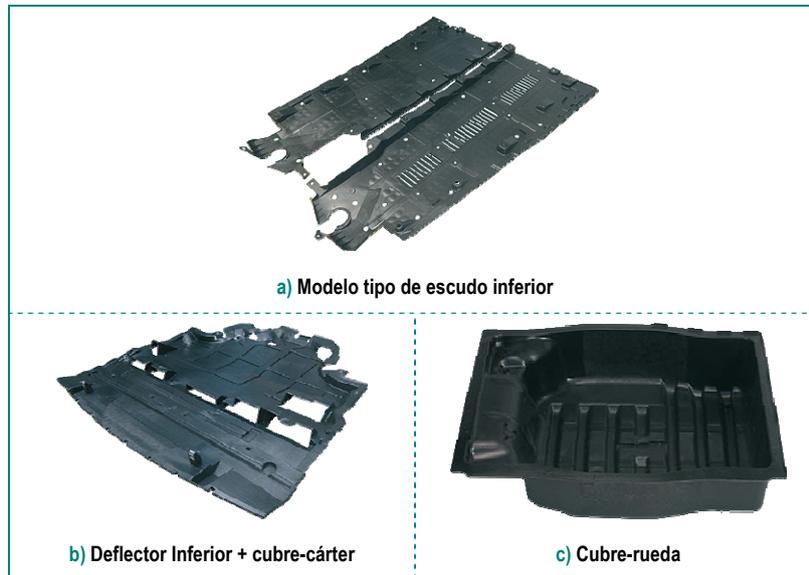


Figura 7.3: Piezas estructurales situadas en la parte inferior del vehículo

Todas estas piezas tienen en común que su principal función es proteger al vehículo y a los propios ocupantes de los posibles impactos de piedra provenientes del exterior. Estos componentes se fabrican en

material compuesto reforzado con fibra de vidrio y, comúnmente, transformados por inyección o termoconformado.

Analizando exhaustivamente el pliego de condiciones y los ensayos críticos, se ha llegado a la conclusión que las propiedades del material que deben ser consideradas en este estudio son las cuatro siguientes: $E_{80^{\circ}\text{C}}$, σ_{rotura} , **Izod**_{-20°C} y **Puncture Test**. Siendo el Izod en frío (**Izod**_{-20°C}) y el Puncture Test los dos parámetros fundamentales.

En la [Tabla 7.XII](#) se han recogido las propiedades mecánicas básicas para esta aplicación de tres materiales compuestos. El primer material es un Polipropileno reforzado con 30% de fibra de vidrio corta y transformado por inyección. Este es el primer material compuesto termoplástico transformado por inyección con el que se ha fabricado este tipo de piezas.

	PP _{30%SGF} (0.3 mm)	PP _{20%LGF*} (1 mm)	PP _{15%LGF} (12 mm)
$E_{80^{\circ}\text{C}}$ (Mpa)	1545	1655	1478
σ_{rotura} (Mpa)	43	42.6	47.7
Izod _{-20°C} (KJ/m ²)	9	7.4	9.25
Puncture (J/m)	13.6	10.8	10.5

Tabla 7.XII: Propiedades mecánicas para materiales compuestos con distintas proporciones y longitudes de fibra aplicables al escudo inferior

El segundo material es un Polipropileno reforzado con 20% de fibra de vidrio larga y transformado por inyección. Durante el proceso de transformación, igual que ocurría en el caso de estudio anterior, la fibra sufre una disminución en su tamaño desde 11 hasta 1 mm.

El tercer material es un Polipropileno reforzado con 15% de fibra de vidrio larga y transformado por transferencia-compresión.

Para los tres tipos de materiales seleccionados se considera que la matriz tiene viscosidad alta (la mayor posible que no imposibilite su transformación por inyección), incrementando, de esta manera, la capacidad de absorción de energía ante sollicitaciones de impacto

En la [Tabla 7.XIII](#) se muestran, junto con los valores mínimos y recomendados para esta aplicación, los valores de las propiedades mecánicas ponderadas con el factor asociado a la anisotropía del proceso.

	Mínimo / Recomendado	PP _{30%} SGF (0.3 mm) (Inyección 1.15)	PP _{20%} LGF* (1 mm) (Inyección 1.1)	PP _{15%} LGF (12 mm) (Transf.-Compr. 1.05)
$E_{80^{\circ}\text{C}}$ (Mpa)	1300 / 1400	1343	1504	1408
σ_{rotura} (Mpa)	35 / 40	37.4	38.7	45.4
Izod -20°C (KJ/m ²)	7.5 / 8.5	7.8	6.7	8.8
Puncture (J/m)	10 / 11	11.8	9.8	10

Tabla 7.XIII: Propiedades mecánicas ponderadas para materiales compuestos con distintas proporciones y longitudes de fibra aplicables al escudo inferior

Como puede apreciarse (última columna de la [Tabla 7.XIII](#)) el material PP_{15%}LGF presente muy buen comportamiento ante solicitaciones de impacto en frío (caracterizado mediante el ensayo Izod con entalla a -20°C).

Con las mismas consideraciones que la realizadas en el caso de estudio del chapón de puerta, podemos calcular, para cada material potencialmente utilizable, los ahorros potenciales de peso, coste de materia prima y coste total (materia + prima de reducción de peso).

En la [Tabla 7.XIV](#) se presentan los resultados obtenidos para los materiales compuestos elegidos en el estudio del escudo inferior. En el estudio se han incluido, como en el caso anterior, la diferencia de precio entre los distintos materiales.

	Δ_{peso}	Δ_{coste}	$\Delta_{(\text{coste} + \text{prima})}$
PP _{30%} SGF (0.3 mm) Inyección (1.25)	0	0	0
PP _{20%} LGF (1 mm) Inyección (1.15)	-7.39 %	-3.23 %	-10.77 %
PP _{15%} LGF (12 mm) Transf.-Compr. (1.05)	-10.69 %	-6.91 %	-17.82 %

Figura 7.XIV: Reducciones potenciales de peso y coste considerando distinto precio de cada material compuesto aplicable al escudo inferior

Capítulo VIII

8. CONCLUSIONES

Mediante el trabajo de investigación realizado en la presente tesis doctoral se ha desarrollado una **Metodología completa que permite el diseño optimizado del material/proceso** con el **mínimo peso y coste** para su utilización en componentes del sector del transporte

Analizando los pliegos de condiciones de los productos tipo fabricados en el sector del transporte con los materiales compuestos objeto de estudio, se han elegido las siguientes propiedades mecánicas como representativas tanto de los requerimientos de rigidez y resistencia última como de las sollicitaciones ante impacto:

- El módulo elástico en tracción a temperatura ambiente (**E**)
- El módulo elástico en tracción a temperatura ambiente (**E_{80°C}**)
- La tensión de rotura en tracción a temperatura ambiente (**σ_{rotura}**)
- La temperatura de deflexión bajo carga (**HDT**)
- La energía disipada en impacto uniaxial a temperatura ambiente (**Izod** con entalla)

- La energía disipada en impacto uniaxial a baja temperatura (**Izod**._{20°C} con entalla)
- La energía disipada en impacto biaxial (**Puncture Test**).

Basándonos en el estudio bibliográfico realizado y en la experiencia propia, se han elegido como variables de diseño significativas del material compuesto: la longitud (**L**), el diámetro (**Ø**), la concentración (%) y el tipo de fibra (vidrio o basalto), la viscosidad (**visc**) y el porcentaje de funcionalización de la matriz polimérica (**%_{func}**), el tipo de funcionalizante (**TF**) y el tratamiento de activación de las fibras después del proceso de eliminación del ensimaje original (**Act**).

De la misma manera, como variables significativas del proceso de inyección, se han considerado la velocidad de rodar del husillo (**v_{rodar}**), la contrapresión del husillo al rodar (**BP**), la velocidad de inyección (**v_{iny}**), la temperatura de masa (**T^a_{masa}**), la temperatura del molde (**T^a_{molde}**), el primer nivel de presión de compactación (**HP₁**) y los tiempos de compactación (**t_{HP1}** y **t_{HP2}**).

Una vez concluido qué parámetros y variables deben analizarse, se concretan las principales conclusiones obtenidas:

1. **El tipo de fibra de refuerzo** (vidrio o basalto) **no ha resultado significativo** en cuanto a las propiedades mecánicas que se han analizado. Considerando como referencia las propiedades mecánicas obtenidas con la fibra de basalto, se han detectado pequeñas diferencias de comportamiento entre ambas fibras (**ΔE=-6,8%**, **ΔE₈₀=+7,14%**, **Δσ_r=-2,3%**, **ΔHDT=+2,25%**, **ΔIzod=-7%**, **ΔIzod-20=-2.1%**, **ΔPuncture=+14,7%**). No se observa ninguna tendencia clara y, por lo tanto, la utilización de fibra de basalto en lugar de la fibra de vidrio para conseguir incrementar las propiedades mecánicas estudiadas **únicamente se justifica si el precio es inferior**.
2. Para las propiedades termomecánicas analizadas (**E**, **E_{80°C}**, **σ_{rotura}** y **HDT**) las **variables vitales** han resultado ser las mismas: **el porcentaje de fibra, la longitud de la fibra y el porcentaje de funcionalizante**. Además, la jerarquización de las variables vitales ha sido la indicada (salvo en el caso de la **σ_{rotura}** en la cual la influencia de la longitud de fibra y la concentración han sido

similares). Cabe destacar el comportamiento de estas propiedades respecto al porcentaje de funcionalizante de la matriz polimérica, se recomienda una funcionalización relativamente baja (inferior al 3%) para no empeorar las propiedades analizadas.

El resto de las variables han resultado no significativas. Destaca la escasa influencia de la viscosidad de la matriz en las propiedades termomecánicas.

3. Para las propiedades de disipación de energía ante impacto (**Izod**, **Izod_{20°C}** y **Puncture Test**) **todas las variables de diseño del material**, excluyendo el diámetro de la fibra de refuerzo, **han resultado vitales**. Este resultado nos da una idea de la complejidad del comportamiento de los materiales compuestos ante solicitaciones de impacto. Destaca la importancia relativa que adquiere la **viscosidad de la matriz** (para el ensayo de impacto bi-axial se convierte en la variable más importante). De la misma forma conviene analizar en detalle las variables de diseño del material compuesto asociadas a la interacción matriz-fibra. La influencia de la activación ácida de la fibra de refuerzo y el porcentaje de funcionalizante son mucho más importantes que en el caso de las propiedades termomecánicas. Además, cabe destacar que **el aumento de la interacción matriz-fibra provoca una disminución de las propiedades de disipación de energía**. Este resultado, junto con el análisis micrográfico de las zonas de fractura, parecen indicar que el mecanismo de disipación de energía que ha predominado ha sido el denominado “*breaking-debonded*” y no la rotura de las fibras de refuerzo.
4. **Las variables de diseño del proceso de inyección** han resultado **menos importantes (<10%)** en la modificación de las propiedades mecánicas que lo que se pensaba inicialmente. El análisis de la longitud residual de la fibra de refuerzo ha confirmado que, aunque la fibra de partida tenía una longitud inicial de 11 mm, **las probetas inyectadas con distintas condiciones de proceso tienen una longitud residual muy parecida (~ 1mm)** y, por lo tanto, la modificación de las propiedades mecánicas atribuibles al proceso del material mediante inyección han resultado poco relevantes. Como

ejemplo cabe citar que la energía disipada ante impacto uniaxial varía más de 3 veces su valor debido a la anisotropía del material, es decir, a la dirección de la fibra respecto a la dirección del impacto.

5. Se han obtenido los **modelos matemáticos de comportamiento** para cada una de las propiedades mecánicas analizadas (tanto lineales como de orden 3).

La Metodología desarrollada constituye una herramienta útil para diseñar materiales y procesos a medida para el sector del transporte asegurando el mínimo peso y coste.

A modo de ejemplo, la Metodología desarrollada ha sido utilizada en el estudio de dos componentes de automoción, en los cuales se ha cifrado la potencial reducción de coste, tanto en escenarios con y sin prima por reducción de peso.

Capítulo IX

9. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Reglamento (CE) N° 443/2009, *Normas de comportamiento en materia de emisión de los turismos nuevos*, Parlamento Europeo y del Consejo, (23 de Abril 2009).
2. Decisión N° 1753/2000/CE, *Plan de seguimiento de la media de las emisiones específicas de CO₂ de los turismos*, Parlamento Europeo y del Consejo, (22 de Junio de 2000).
3. García López, D., *Materiales nanocompuestos de PA6 y PP con silicatos en capas obtenidos mediante moldeo por extrusión*. Tesis Doctoral. Universidad de Valladolid, (2002).
4. López Quintana, S., *Elastómeros termoplásticos de PA6 y copolímeros metalocénicos obtenidos mediante extrusión reactiva e irradiación beta*. Tesis Doctoral. Universidad de Valladolid, (2005).
5. Villarreal-Bastardo, N., *Influencia de la cristalinidad en las propiedades de poliolefinas metalocénicas modificadas y de sus mezclas*. Tesis Doctoral. Universidad de Valladolid, (2007).
6. Gallego Castro, R., *Obtención y propiedades de nanocompuestos de mezclas poliméricas con nanoarcillas para aplicaciones en automoción*. Tesis Doctoral. Universidad de Valladolid, (2008).
7. Gallego Castro, R., *Obtención y propiedades de nanocompuestos de mezclas poliméricas con nanoarcillas para aplicaciones en automoción*. Tesis Doctoral. Universidad de Valladolid, (2008).
8. Basurto García, F.C., *Nanocompuestos de ABS y sepiolita para aplicaciones de automoción, preparación y caracterización*. Tesis Doctoral. Universidad de Valladolid, (2010).
9. Gallego R., García López D., López Quintana S., Gobernado Mitre I., Merino J.C., Pastor J.M., *Influence of blending sequence on micro and*

- macrostructure of PA6/mEPDM/EPDMgMA blends reinforced with organoclay*. Journal of Applied Polymer Science, 109, 1556-1563, (2008).
10. Gallego R., García López D., Merino J.C., Pastor J.M., *The effect of montmorillonite and compatibilizer quantities on stiffness and toughness of polyamide nanoblends*. Polymer International, Early View, DOI: 10.1002/pi.2724
 11. Arzondo L.M., Pino N., Carella J.M., Pastor J.M., Merino J.C., Poveda J., Alonso C., *Sequential injection overmolding of an elastomeric ethylene-octene copolymer on a polypropylene homopolymer core*. Polymer Engineering and Science, 44, 2110-2116, (2004).
 12. Miravete A. *Materiales Compuestos*. Volumen I, INO, Zaragoza cap I, (2000).
 13. White J.R., De S.K., Wilkinson S.B., Nando G.B., Gupta B.R., *Short fiber polymer composites*. Woodhead publishing limited, Cambridge 22-23, 84-86, (1996).
 14. Michaeli W., Wegener M., Begemann M., *Einführung in die Technologie der Faserverbundwerkstoffe*. Hanser, Viena, Cap I, (1989).
 15. Thomason J.L., Vluc M.A., *Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 1. Tensile and flexural modulus*, Composites, Part A 27A, 477-484, (1996).
 16. <http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/TextosOnline/EnciclopediaOIT/tomo3/84.pdf>
 17. <http://smartmaterials2009.blogspot.com/2009/09/glass.html>
 18. Gardiner G, *The making of glass fiber*. Composites Technology (2009).
 19. http://bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volumen3/ciencia3/137/html/sec_4.html
 20. <http://www.dcf.ds.mpg.de/index.php?id=431>
 21. Antequera P., Jiménez L., Miravete A, *Los materiales compuestos de fibra de vidrio*, Secretariado de Publicaciones Universidad Zaragoza, (1991).
 22. Patente US nº 2133235 *Method and Apparatus for Making Glass Wool*, (1933).
 23. Patente US nº 2109258 *Sealing Apparatus*, (1933).
 24. Patente US nº 2175225 *Method of Making Glass Wool*, (1934).
 25. Patente US nº RE21863 *Method and Apparatus of Melting and Finning Glass*, (1935).
 26. Patente US nº 2230272 *Method of Producing Glass Fibers*, (1938).
 27. Patente US nº 2311613 *Transparent Composite Materials*, (1939).
 28. Patente US nº 2305500 *Apparatus for Electrically Generating Pressures*, (1940).
 29. Patente US nº 2333213 *Static Eliminator*, (1942).
 30. <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/54604/basalt>.
 31. Pamela J.W., *Igneous Rocks*, Georgia Perimeter College, Clarkston (2000).

32. <http://www.physicalgeography.net/fundamentals/10e.html>
33. Griem W, Griem S.K, Geología General, *Diferenciación magmática*, Universidad de Atacama, Chile, Tema IV (2003)
34. Santos H, *Formación de rocas ígneas*, Departamento de Geología UPR-Mayagüez, Puerto Rico (2005).
35. http://www.museuprehistoriavalencia.es/resources/image/05540Dp_Or_Silex.jpg
36. <http://www.adinte.net/castelseras/images/silex7a.jpg>
37. Patente WO 93/17975 *Method of making basalt fiber*, (1993)
38. Patente US nº 2002/0069678 A1 *Method an apparatus for producing basaltic fibers*, (2002).
39. <http://www.basfiber.com/news/?nid=b52c43ae668e7bbb8dd76db1711c86ec>
40. <http://www.technobasalt.com/press/item/a-state-of-the-art-composite-rebar-for-the-reinforcement-of-concrete-structures-14>
41. <http://www.basfiber.com/news/?nid=c1bfd2e597dd98efd74a139f4c6300e9>
42. <http://www.basfiber.com/news/?nid=f5251c29d3f994f8a3d842d4a50a34e3>
43. <http://www.basaltex.com/files/cms1/TUT55-DOSS-Basalt1.pdf>
44. <http://www.basfiber.com>
45. <http://www.basaltex.com>
46. <http://www.technobasalt.com>
47. Plueddeman E.P., *Principles of interfacial coupling in fibre-reinforced plastics*, Journal Adhesion and adhesives Octubre 1981, 305-310, (1981)
48. <http://www.ipfdd.de/Interphase-characterization-and-design.444.0.html?&L=0>
49. Plueddeman E.P., Mittal K.L., *Silanes and other coupling agents*, VSP, Utrecht , 13 (1992)
50. Theocaris P.S., *Synergism phenomena between phases in composites: the mesophase*. Colloid & Polymer Sci. Vol 265, 461-480 (1987)
51. Holmes G.A., Feresenbet E., Raghavan D., *The influence of silane coupling agent composition on the surface characterization of fiber and on fiber-matrix interfacial shear strength*, The Journal of Adhesion, Vol 79, 643–665. (2003).
52. Holmes G.A., Peterson R.C., Hunston D.L., McDonough W.G., *E-Glass/DGEBA/m-PDA Single Fiber Composites: Interface Debonding During Fiber Fracture*, Polymer Composites, 561–574. (2007).
53. Moad G., *The Synthesis of polyolefin graft copolymers by reactive extrusion*. Progress in Polymer Science, Vol 24, 81-142 (1999).
54. Al-Malaika S., *Reactive Modifiers for Polymer*. London: Chapman and Hall, (1996).
55. Xanthos M., *Reactive Extrusion*. Munich: Hanser, (1992).

56. Chung T.C., *Synthesis of functional polyolefin copolymers with graft and block structures*, Progress in Polymer Science, Vol 27-1, 39-85, (2002).
57. Robin J.J., Boyer C., Boutevin B., Loubat C., *Synthesis and properties of polyolefin graft copolymers by a grafting "onto" reactive process* Polymer, Vol 49-21, 4519-4528, (2008).
58. Machado A.V., Covas J.A., *Effect of polyolefin structure on maleic anhydride grafting*, Polymer, Vol 42-8, 3649-3655, (2001).
59. Yamamoto T., Aoshima K., Ohmura H., Moriya Y., Suzuki N., Oshibe Y., *New manufacturing processes for block and graft copolymers by radical reactions*, Polymer, Vol 32-1, 19-28, (1991).
60. Qiu W., Endo T., Hirotsu T., *A novel technique for preparing of maleic anhydride grafted polyolefins*, European Polymer Journal, Vol 41-9, 1979-1984 (2005).
61. Jois H.R., Bronk J.M., *Free radical graft reactions onto polyolefins: studies on model compounds*, Polymer, Vol 37-19, 4345-4356, (1996).
62. Dokolas P., Looney M. G., Musgrave S., S. Poon, Solomon D. H., *Graft copolymerisation studies Part 1. Models related to polyolefins*, Polymer, Vol 41-9, 3137-3145 (2000).
63. Beveridge C., Sabiston A., *Methods and benefits of crosslinking polyolefins for industrial applications*, Materials & Design, Volume 8-5, 263-268 (1987).
64. González-González V.A., Neira-Velázquez G., Angulo-Sánchez J.L. *Polypropylene chain scissions and molecular weight changes in multiple extrusion*, Polymer Degradation and Stability, Vol 60-1, 33-42, (1998).
65. Forsyth J. C., Russell K. E., Barker W. E., Whitney R. A., *Peroxide initiated vinylsilane grafting: structural studies on a hydrocarbon substrate*, Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chemistry, Vol 35, 3517-3525 (1997).
66. Weaver J. D., Chowdhury A. K., Mowery D. M., Essegir M., Cogen J. M., *Structural Comparison of Products from Peroxide-Initiated Grafting of Vinylsilane and Silane-Functionalized Nitroxyl to Hydrocarbon and Polyolefin Substrates*, Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chemistry, Vol 46, 4542-4555 (2008).
67. Güldogan Y., Egri S., Zakir M.O., *Comparison of maleic anhydride grafting onto powder and granular polypropylene in the melt by reactive extrusion*, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 92, 3675-3684, (2004).
68. Plueddeman E.P., *Mechanism of adhesion through silane coupling agents*. Composite Materials, Vol. 6, 217-284. (1974).
69. Naviroj S., Culler S.R., Koenig J.L., Ishida H., *Structure and Adsorption Characteristics of Silane Coupling Agents on Silica and E-Glass Fiber; Dependence on pH*, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 97-2, 308-317 (1984).
70. Nakamura Y., Nagata K., Tobita Y., Yokouchi N., Nigo H., *Surface structure of silane-treated glass beads and its influence on the mechanical properties of filled composites*, Journal of Adhesion Science Technology, Vol. 16-5, 523-542, (2002).

71. Liu X.M., Thomason J.L., Jones F.R., *XPS and AFM study of interaction of organosilane and sizing with e-glass fibre surface*, Journal of Adhesion, 84, 322-338, (2008).
72. Shokoohi S., Arefazar A., Khosrokhavar R., *Silane Coupling Agents in Polymer-based Reinforced Composites*, Reinforced Plastics and Composites 27, 473-485, (2008).
73. Rausch J., Zhuang R. C., Mäder E., *Systematically varied interfaces of continuously reinforced glass fibre/polypropylene composites: Comparative evaluation of relevant interfacial aspects*, Express Polymer Letters Vol.4-9, pp. 576–588, (2010).
74. Tian M., Liang W., Rao G., Zhang L., Guo C., *Surface modification of fibrillar silicate and its reinforcing mechanism on FS/rubber composites*, Composites Science and Technology, 65, 1129-1138, (2005).
75. Cox H.L., *The elasticity and strength of paper and other fibrous materials*, British Journal of Applied Physics, N° 3, 72-79, (1951).
76. Tyson W.R., Davies G.J., *A photoelastic study of the shear stresses associated with the transfer of stress during fibre reinforcement*, British Journal of Applied Physics, N° 16, 199-206, (1964).
77. Krenchel H., *Fibre Reinforcement*. Akademisk Forlag. Copenhage (1964)
78. Jung N.E., *Glass mat thermoplastics: semi-finished materials for the automotive, machine and electrical sectors*, Composites Polymers, 2, 394, (1989).
79. Pan. N., *Theoretical determination of the optimal fibre volume fraction and fibre matrix property compatibility of short fibre composites*, Polymer Composites, 14, 85 (1993)
80. Robinson I. M., Robinson, J. M., *Review of the influence of fibre aspect ratio on the deformation of discontinuous fibre reinforced composites*, Journal Mat. Sci. 29, 4663 (1994)
81. Bailey R. S., Davies M., Moore D. R., *Processing-property characteristics for long glass fibre reinforced polyamide*. Composites 20, 453, (1989)
82. Folkes M. J., *Short Fibre Reinforced Thermoplastics*, Research Studies Press. Chichester. p. 16 (1985)
83. Eitan A., Wagner. H. D., *Fibre interactions in two-dimensional composites*, Appl. Phys. 58, 1033 (1991)
84. Rosenthal J., *A model for determining fibre reinforcement efficiencies and fibre orientation in polymer composites*. Composites 13, 462, (1992)
85. Kelly A., Tyson W.R., *Tensile properties of fibre-reinforced metals: Copper/Tungsten and Copper/Molybdenum*, Journal Mech. Phys. Solids 13, 329-350 (1965)
86. Thomason J.L., Vlug M.A., *Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 3. Strength and strain at failure*, Composites: Part A 27A, 1075-1084, (1996)
87. Kelly A., Macmillan N.H., *Strong Solids*, Clarendon Press, Oxford, 269 (1986)

88. Ericson M., Berglund L., *Deformation and fracture of glass-mat-reinforced polypropylene*. Composites Science Technology, 43, 269-281 (1992)
89. Curtis, P.T., Bader, M.G. and Bailey, J.E., *The stiffness and strength of a polyamide thermoplastic reinforced with glass and carbon fibres*, Journal of Materials Science 13, 377-390, (1978)
90. Chou, T.W., *Microstructural Design of Fibrous Composites*, Cambridge University Press, (1992)
91. Mäder E., Zhandarov S., Gao S.L., Zhou X.F., Nutt S.R., *Bond strength measurement between glass fibers and epoxy resin at elevated temperatures using the pull-out and push-out techniques*, Journal of Adhesion, 78 547-569, (2002)
92. Nairn J. A., *Analytical fracture mechanics analysis of the pull-out test including the effects of friction and thermal stresses*, Advanced Composite Letters, 9-6, 373-383 (2000)
93. Mertz S., Auersch W., Marotzke C., Schulz E., Hampe A., *Investigation of Morphology-Dependent Fracture Behaviour with the Single-Fibre Pull-Out Test*, Composites Science and Technology, 48, 285-290, (1993)
94. Curtis P.T., Bader M.G., Bailey J.E., *The stiffness and strength of a polyamide thermoplastic reinforced with glass and carbon fibres*, Journal of Materials Science, 13, 377-390 (1978)
95. Cottrell A.H., *Strong solids*, Proceeding of the Royal Society of London, A282, 2-9, (1964)
96. Bilby B. A., Cottrell A. H., Swinden K. H. *The spread of plastic yield from a notch*, Proceeding of the Royal Society of London, A272, 304-314, (1963)
97. Bilby B. A., Cottrell A. H., Swinden K. H. *Model for a growing crack with residual stresses*, Proceeding of the Royal Society of London, A317, 199-209, (1970)
98. Kelly, A., *Interface effects and the work of fracture of a fibrous composite*. Proceeding of the Royal Society of London, A319, 95-116, (1970)
99. Lhymm C., Schultz J.M., *Fracture behaviour of collimated thermoplastic reinforced with short glass fibre*, Journal Materials Science 18, 2029-2046, (1983)
100. Thomason J.L., Vlug M.A., *Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 4. Impact Properties*, Composites, Part A 28A, 277-288, (1997)
101. Raghava R.S., *Thermal expansion of organic and inorganic composites*, Polymer Composites, 9. 1-11, (1988)
102. Cooper G.A., *The fracture toughness of composites reinforced with weakened fibres*, Journal of Materials Science, 5. 645-654, (1970)
103. Matsuoka T., *Fiber orientation prediction in injection moulding polypropylene: Structure, Blend and Composites*. Chapman and Hall, London, (1995)

104. Bigg D.M., *Manufacturing methods for long fiber reinforced polypropylene sheets and laminates*, ed. J. Karger-Kocsis. Chapman and Hall, London, (1995)
105. Ward S., Crosby J., *The influence of microstructure on the mechanical performance of long fibre reinforced thermoplastic composites*, Journal of Thermoplastic Composites, 3, 160-169, (1990)
106. Cantwell W., Kausch H.H., Tato W., *The influence of a fibre-matrix coupling agent on the properties of a glass fiber-polypropylene GMT*, Journal of Thermoplastic Composites Materials, 5, 304-317, (1992)
107. Davies P., Manson J.A., Roulin M., Jacquemet R., Kausch H.H., Echalié B., *Structure and properties of a stampable thermoplastic composite*, Journal of Thermoplastic Composites, 4, 285-298. (1991)
108. Wald H.H., Schriever H., *Glass-mat reinforced thermoplastics*, Kunststoffe 75, 497-503. (1985)
109. Wells, J.K., Beaumont P.W.R., *Crack-tip energy absorption processes in fibre composites*, Journal of Materials Science, 20, 2735-2749, (1985)
110. Wells, J.K., Beaumont P.W.R., *Debonding and pull-out processes in fibrous composites*, Journal of Materials Science, 20, 1275-1284, (1985)
111. Wells, J.K., Beaumont P.W.R., *The toughness of a composite containing short brittle fibre*, Journal of Materials Science, 23, 1274-1278 (1988)
112. Outwater J.O., Murphy M.C., *The fracture energy of uni-directional composites*. SPI 24th Annual Technical Conference, Vol. 1, pp. 1-8. (1969)
113. Schwendemann D., *New Developments in Co-Rotating Twin-Screw Extrusion for Production of Long Glass Fiber Composites*, http://www.speautomotive.com/SPEA_CD/SPEA2002/pdf/b04.pdf
114. Senthil k., Bhtnagar N., Ghosh A.K., *Development of Long Glass Fiber Reinforced Polypropylene Composites: Mechanical and Morphological Characteristics*, Journal of Reinforced Plastics and Composites 26: 239-249, (2007)
115. Krause W., Henning F., Tröster S., Geiger O., Eyerer P. *LFT-D: A Process Technology for Large Scale Production of Fiber Reinforced Thermoplastic Components*, Journal of Thermoplastic Composite Materials, 16: 289-302, (2003)
116. Edirisinghe J.M., *Injection Molding*, Encyclopedia of Materials: Science and Technology, 4088-4094 (2008)
117. Brooks R., *Injection Molding Based Techniques*, Comprehensive Composite Materials, 2-30, 999-1028 (2003)
118. Senthil k., Bhtnagar N., Ghosh A.K., *Mechanical Properties of Injection Molded Long Fiber Polypropylene Composites, Part 1: Tensile and Flexural Properties*, Polymer Composites, 28:259-266, (2007).
119. Thomason J.L., *Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 5. Injection moulded long and short fibre PP*, Composites, Part A 33, 1641-1652, (2002).
120. Thomason J.L., *Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 6. The properties of*

- injection moulded long fibre PP at high fibre content*, Composites, Part A 36, 995-1003, (2004).
121. Thomason J.L., *Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 7. Interface strength and fibre strain in injection moulded long fibre PP at high fibre content*, Composites, Part A 38, 210-216, (2007).
122. <http://greatautomotive.co.cc/diffenbacher-presents-glass-mat-thermoplastic-gmt-processing.html>
123. Kim J.W., Lee D.G., *Creep and tensile properties of press molding joined GMT-sheets*, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 21-1, 170-174 (2011)
124. Rubio A., Eguizabal P., Mendizabal M.A., Liceaga J.F., *Influence of the processing parameters on glass mat reinforced thermoplastic GMT stamping*, Composites Manufacturing, 3-1, 47-52 (1992).
125. Dweib M.A., Brádaigh C.M., *Extensional and shearing flow of a glass-mat-reinforced thermoplastics GMT material as a non-Newtonian viscous fluid*, Composites Science and Technology, 59-9, 1399-1410 (1999)
126. Nilsson G., Fernberg P.S., Berglund A.L., *Strain field inhomogeneities and stiffness changes in GMT containing voids*, Composites Part A 33-1, 75-85, (2002)
127. Dasappa P., Sullivan P.L., Xiao X., *Temperature effects on creep behaviour of continuous fiber GMT composites*, Composites Part A 40-8, 1071-1081 (2009)
128. Allen H.D., Holmberg A.J., Ericson M., Lans L., Svensson N., Holmberg S., *Modeling the viscoelastic response of GMT structural components*, Composites Science and Technology, 61-4, 503-515 (2001)
129. Benevolenski I.O., Kocsis K.F., *Comparative study of the fracture behavior of flow-molded GMT-PP with random and chopped-fiber mats*, Composites Science and Technology, 61-16, 2413-2423 (2001)
130. Kocsis K., Kozma F., *Failure mode and damage zone development in a GMT-PP by acoustic emission and thermography*, Journal of Reinforced Plastics and Composites, 13-9, 768-792 (1994)
131. Schemme M., *LFT-development status and perspectives*, Plastics, Additives and Compounding, 10-2, 38-43 (2008)
132. Bowen S.T., *Direct in-line compounding – the Pushtrusion process*, Reinforced Plastics, 50-1, 36-39 (2006)
133. Geiger O., Henning F., Eyerer P., Brüssel R., Ernst H., *LFT-D: materials tailored for new applications*, Reinforced Plastics, 50-1, 30-35 (2006)
134. Klotz B., *Injection Molding by Direct Compounding*, Specialized Molding Techniques, 295-300 (2002)
135. Moriwaki T., *Mechanical property enhancement of glass fibre-reinforced polyamide composite made by direct injection moulding process*, Composites Part A 27-5, 379-384 (1996)

136. Montgomery D.C., *Design and Analysis of Experiments*, John Wiley, New York, (1976)
137. Fisher R.A., *Contributions to mathematical statistics*, John Wiley, New-York, (1950)
138. Fisher R.A., *Statistical methods for research workers*, Oliver&Boyd, Edinburgh, (1934)
139. Harry M., Schoeder R., *Six Sigma: The breakthrough Management Strategy*, McGraw-Hill, New-York, (2000)
140. Brown S., Morrinson G., *The Introduction to Six-Sigma Methodology*, Trillas, Mexico DF, (1991)
141. Taguchi G., Chowdhury S., Taguchi S., *Robust Engineering*, McGraw-Hill, New-York, (1999)
142. Taguchi G., Chowdhury S., Wu Y., Taguchi S., *Taguchi's Quality Engineering*, John Wiley, New-York, (2001)
143. Roy R.K., *Design of Experiments using The Taguchi Approach: 16 Steps to Product an Process Improvement*, John Wiley, New-York, (2001)
144. Eriksson L., Johansson E., Kettaneh-Wold N., Wikström C., Wold S., *Design of Experiments: Principles and Application*, Unimetrics AB, Umea, (2008)
145. Wonnacott T.H., Wonnacott R.H., *Introductory Statistics*, John Wiley, New-York, (1977)
146. Box G.E., Junter W.G., *Statistics for Experimenters*, John Wiley, New-York, (1978)
147. Tang S.H., Tan Y.J., Sapuan S.M., Sulaiman S., Ismail N., *The use of Taguchi Method in the design of plastic injection mould for reducing warpage*, Journal of Materials Processing, 182, 418-426 (2007)
148. Kamaruddin S., Khan Z. A., Foong S.H., *Application of Taguchi Method in the Optimization of Injection Moulding Parameters for Manufacturing Products from Plastic Blend*, IACSIT International Journal of Engineering and Technology, 2-6, 574-580, (2010)
149. Erzurumlu T., Ozcelik B., *Minimization of warpage an sink index in injection-molded thermoplastic part using Taguchi optimization method*, Journal of Material and Design, 27, 853-861, (2006)
150. Ozcelik B., Sonat I., *Warpage and structural analysis of thin shell plastic in the plastic injection molding*, Materials & Design, 30-2, 367-375, (2009)
151. Tsao C.C, Hocheng H., *Taguchi analysis of delamination associated with various drill bits in drilling of composite material*, International Journal of Machine Tools and Manufacture, 44, 1085-1090, (2004)
152. Kishore R.A, Tiwari R., Singh I., *Investigation of drilling in glass fibre reinforced plastics using Taguchi Method*, Advances in Production Engineering and Management, 4-2, 37-46, (2009)
153. Mehat N., Kamaruddin S., *Optimization of mechanical properties of recycled polypropylene products using Taguchi Method*, Malaysia Polymer International Conference, 125-135, (2009)

154. Yang Y.K., Shie J.R., Liao H.T., Wen J.L., Yang R.T.A., *Study of Taguchi and Design of Experiments Method in Injection Molding Process for Polypropylene*, Components Journal of Reinforced Plastics and Composites 27, 819-834, (2008)
155. Rao S., Bhattacharyya D., Jayarakan K., Fernyhough A., *Manufacturing and Recycling of Sisal-Polypropylene Composites*, Polymers and Polymer Composites, 17-8, 467-479, (2009)
156. Zahid A., Kamaruddin S., Siddiquee A.N., *Feasibility study of use of recycled High Density Polyethylene and multi response optimization of injection moulding parameters using combined grey relational and principal component analyses*, Materials & Design, 31- 6, 2925-2931 (2010)
157. Zhu J., Chen J.C., Kirby D.E., *Tensile Strength and Optimization of Injection Molding Processing Parameters Using the Taguchi Method*, Journal of Modern Engineering, 4-2, 157-164 (2004)
158. Liu S.J., Chang J.H., *Application of the Taguchi Method to Optimize the Surface Quality of Gas Assist Injection Molded Composites*, Journal of Reinforced Plastics and Composites, 19, 1352-1362, (2000)
159. Vaezaeinen, O., Jaervelae P., Valta K., Jaervelae P., *The Effect of Processing Parameters on the Quality of Injection Molded Parts by Using the Taguchi Parameter Design Method*, Plastics, Rubber, and Composites Processing and Applications, 21-4, 211-217, (1994)
160. Li H., Guo Z., Li D., *Reducing the effects of weldlines on appearance of plastic products by Taguchi experimental method*, International journal of advanced manufacturing technology, 32-9, 927-931 (2007)
161. Fung H.C., Kang P.C., *Multi-response optimization in friction properties of PBT composites using Taguchi method and principal component analysis*, Journal of Materials Process Technology, 170, 602-610, (2005)
162. Norma Española UNE-EN_ISO 3167: *Plásticos. Probetas de usos múltiples*. Asociación Española de Normalización y Certificación (AENOR), Madrid (1997).
163. Norma Española UNE-EN_ISO 527-1: *Plásticos. Determinación de las propiedades de tracción. Parte 1: Principios generales*. Asociación Española de Normalización y Certificación (AENOR), Madrid (1997).
164. Norma Española UNE-EN_ISO 527-2: *Plásticos. Determinación de las propiedades de tracción. Parte 2: Condiciones de ensayo de plásticos para moldeo y extrusión*. Asociación Española de Normalización y Certificación (AENOR), Madrid (1997).
165. Norma Española UNE-EN_ISO 180: *Determinación de la resistencia a impacto Izod*. Asociación Española de Normalización y Certificación (AENOR), Madrid (2000).
166. Norma Española UNE-EN_ISO 75-1180: *Plásticos. Determinación de la temperatura de deflexión bajo carga*. Asociación Española de Normalización y Certificación (AENOR), Madrid (2005).
167. Norma Española UNE-EN_ISO 6603-2: *Plásticos. Determinación del comportamiento de los plásticos rígidos a la perforación por efecto de*

- un impacto. Parte 2: Ensayo de impacto instrumentado. Asociación Española de Normalización y Certificación (AENOR), Madrid (2001).
168. Norma Española UNE-EN_ISO 1133: *Plásticos. Determinación del índice de fluidez de materiales termoplásticos en masa (IFM) y en volumen (IFV)*. Asociación Española de Normalización y Certificación (AENOR), Madrid (2006).
169. <http://www.minitab.com>
170. <http://www.minitab.com/es-ES/training/tutorials/default.aspx>
171. http://www.minitab.com/uploadedFiles/Shared_Resources/Documents/MeetMinitab/ES16_MeetMinitab.pdf
172. Patente US nº 20080305329A1, *Method and system for forming reinforcing fibers and reinforcing fibers having particulate protuberances directly attached to the surfac*”, (2008).
173. Colombo C., Vergania L., Burmanb M., *Static and fatigue characterisation of new basalt fibre reinforced composites*, Composite Structures, 94-3, 1165-1174, (2012)
174. Wei B., Song S., Cao H., *Strengthening of basalt fibers with nano-SiO₂-epoxy composite coating*, Materials and Design 32 4180–4186, (2011)
175. Lopresto V., Leone C., De Iorio I., *Mechanical characterisation of basalt fibre reinforced plastic*, Composites: Part B 42, 717–723, (2011)
176. Quagliarini E., Monni F., Lenci S., Bondioli F., *Tensile characterization of basalt fiber rods and ropes: A first contribution*, Construction and Building Materials 34, 372–380,(2012)

Capítulo X

10. ANEXOS

10.1. ANEXO I: DESCRIPCIÓN DE LOS MATERIALES UTILIZADOS

A continuación se muestran las fichas técnicas y principales características de los materiales utilizados en el presente trabajo de investigación.

Materiales Termoplásticos

Se han utilizado tres materiales termoplásticos del fabricante Borealis.

En el Estudio I (**Capítulo 5**) se han utilizados dos polipropilenos copolímeros sin reforzar de distinta viscosidad (BC245MO y BH345MO).

En el Estudio II (**Capítulo 6**) se ha utilizado un Polipropileno copolímero reforzado con el 30% de fibra de vidrio larga (NEPOL GB303HP).

En las [figuras 10.1, 10.2 y 10.3](#) se presentan las fichas técnicas de los materiales termoplásticos utilizados.

 Polypropylene BC245MO																																													
<p>Description</p> <p>BC245MO is a very stiff high impact polypropylene heterophasic copolymer intended for injection moulding. This grade is characterized by combination of good stiffness, good creep resistance and very high impact strength even at low temperatures. This grade features high impact strength, high thermal stability and very good processability. As all polypropylenes, this grade shows excellent stress-cracking and chemical resistances.</p> <p>This grade is mildly nucleated to maximize the mechanical stiffness. The additive formulation provides a smooth demoulding. Nucleation, good flow properties and high stiffness create a high potential for cycle time reduction. Its very good organoleptic properties allows this grade to be used with any masterbatch without discoloring problems.</p>																																													
<p>Applications</p> <table border="0"> <tr> <td>Crates and boxes</td> <td>Waste bins</td> </tr> <tr> <td>Luggage</td> <td>Technical parts</td> </tr> </table>			Crates and boxes	Waste bins	Luggage	Technical parts																																							
Crates and boxes	Waste bins																																												
Luggage	Technical parts																																												
<p>Special features</p> <table border="0"> <tr> <td>Good stiffness</td> <td>Very good processability</td> </tr> <tr> <td>Good impact strength</td> <td>High melt stability</td> </tr> <tr> <td>Good stress crack resistance</td> <td></td> </tr> </table>			Good stiffness	Very good processability	Good impact strength	High melt stability	Good stress crack resistance																																						
Good stiffness	Very good processability																																												
Good impact strength	High melt stability																																												
Good stress crack resistance																																													
<p>Physical Properties</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Property</th> <th>Typical Value</th> <th>Test Method</th> </tr> <tr> <td colspan="3"><small>Data should not be used for specification work</small></td> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Density</td> <td>905 kg/m³</td> <td>ISO 1183</td> </tr> <tr> <td>Melt Flow Rate (230 °C/2,16 kg)</td> <td>3,5 g/10min</td> <td>ISO 1133</td> </tr> <tr> <td>Tensile Modulus (1 mm/min)</td> <td>1.350 MPa</td> <td>ISO 527-2</td> </tr> <tr> <td>Tensile Strain at Yield (50 mm/min)</td> <td>6 %</td> <td>ISO 527-2</td> </tr> <tr> <td>Tensile Stress at Yield (50 mm/min)</td> <td>25 MPa</td> <td>ISO 527-2</td> </tr> <tr> <td>Heat Deflection Temperature (0,45 N/mm²)¹</td> <td>90 °C</td> <td>ISO 75-2</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Instrumented Falling Weight (0 °C)</td> <td>Max Force</td> <td>ISO 6603-2</td> </tr> <tr> <td>Total Penetration Energy</td> <td>35 J</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Instrumented Falling Weight (-20 °C)</td> <td>Max Force</td> <td>ISO 6603-2</td> </tr> <tr> <td>Total Penetration Energy</td> <td>28 J</td> </tr> <tr> <td>Charpy Impact Strength, notched (23 °C)</td> <td>15 kJ/m²</td> <td>ISO 179/1eA</td> </tr> <tr> <td>Charpy Impact Strength, notched (-20 °C)</td> <td>7 kJ/m²</td> <td>ISO 179/1eA</td> </tr> <tr> <td>Hardness, Rockwell (R-scale)</td> <td>87</td> <td>ISO 2039-2</td> </tr> </tbody> </table> <p>¹ Measured on injection moulded specimens acc. to ISO 1873-2</p>			Property	Typical Value	Test Method	<small>Data should not be used for specification work</small>			Density	905 kg/m ³	ISO 1183	Melt Flow Rate (230 °C/2,16 kg)	3,5 g/10min	ISO 1133	Tensile Modulus (1 mm/min)	1.350 MPa	ISO 527-2	Tensile Strain at Yield (50 mm/min)	6 %	ISO 527-2	Tensile Stress at Yield (50 mm/min)	25 MPa	ISO 527-2	Heat Deflection Temperature (0,45 N/mm ²) ¹	90 °C	ISO 75-2	Instrumented Falling Weight (0 °C)	Max Force	ISO 6603-2	Total Penetration Energy	35 J	Instrumented Falling Weight (-20 °C)	Max Force	ISO 6603-2	Total Penetration Energy	28 J	Charpy Impact Strength, notched (23 °C)	15 kJ/m ²	ISO 179/1eA	Charpy Impact Strength, notched (-20 °C)	7 kJ/m ²	ISO 179/1eA	Hardness, Rockwell (R-scale)	87	ISO 2039-2
Property	Typical Value	Test Method																																											
<small>Data should not be used for specification work</small>																																													
Density	905 kg/m ³	ISO 1183																																											
Melt Flow Rate (230 °C/2,16 kg)	3,5 g/10min	ISO 1133																																											
Tensile Modulus (1 mm/min)	1.350 MPa	ISO 527-2																																											
Tensile Strain at Yield (50 mm/min)	6 %	ISO 527-2																																											
Tensile Stress at Yield (50 mm/min)	25 MPa	ISO 527-2																																											
Heat Deflection Temperature (0,45 N/mm ²) ¹	90 °C	ISO 75-2																																											
Instrumented Falling Weight (0 °C)	Max Force	ISO 6603-2																																											
	Total Penetration Energy	35 J																																											
Instrumented Falling Weight (-20 °C)	Max Force	ISO 6603-2																																											
	Total Penetration Energy	28 J																																											
Charpy Impact Strength, notched (23 °C)	15 kJ/m ²	ISO 179/1eA																																											
Charpy Impact Strength, notched (-20 °C)	7 kJ/m ²	ISO 179/1eA																																											
Hardness, Rockwell (R-scale)	87	ISO 2039-2																																											
<p>Processing Techniques</p> <p>This product is easy to process with standard injection moulding machines.</p>																																													

Figura 10.1: Ficha técnica del material termoplástico BC245MO

Property	Typical Value	Test Method
Density	904 kg/m ³	ISO 1183
Melt Flow Rate (230 °C/2,16 kg)	45 g/10min	ISO 1133
Tensile Modulus (1 mm/min)	1,400 MPa	ISO 527-2
Tensile Strain at Yield (50 mm/min)	5 %	ISO 527-2
Tensile Stress at Yield (50 mm/min)	26 MPa	ISO 527-2
Heat Deflection Temperature (0,45 N/mm ²) ¹	95 °C	ISO 75-2
Instrumented Falling Weight (0 °C)	Max. Force	
	Total Penetration Energy	30 J
Instrumented Falling Weight (-20 °C)	Max. Force	
	Total Penetration Energy	22 J
Charpy Impact Strength, notched (23 °C)	6,5 kJ/m ²	ISO 179/1eA
Charpy Impact Strength, notched (-20 °C)	4,0 kJ/m ²	ISO 179/1eA
Hardness, Rockwell (R-scale)	89	ISO 2039-2

¹ Measured on injection moulded specimens acc. to ISO 1873-2

Processing Techniques

This product is easy to process with standard injection moulding machines.

Following moulding parameters should be used as guidelines:

Melt temperature 210 - 260 °C

Polypropylene BH345MO

Description

BH345MO is a heterophasic copolymer. This grade is characterized by optimum combination of very high stiffness, good flow properties and good impact strength, and is designed for high-speed injection moulding and contains nucleating and antistatic/demoulding additives.

Components moulded from this grade show good ejectability and combine excellent stiffness with very good gloss, good antistatic and excellent organoleptic properties.

Applications

Thin wall containers
Frozen food packaging
Closures

Household applications
Technical parts
Pails

Special features

Shows excellent antistatic performance
High impact strength

High stiffness
Good gloss

Physical Properties

 Prospector www.ides.com/prospector			
Nepol™ GB303HP Borealis A/S - Polypropylene		Tuesday, February 03, 2009	
General Information			
Product Description			
Nepol GB303HP is a 30 % long glass fibre reinforced polypropylene grade intended for injection moulding and extrusion. The long glass fibres, chemically coupled to the polypropylene matrix, are providing outstanding mechanical properties such as high strength, high stiffness and excellent impact behaviour.			
Due to its excellent combination of properties this material can substitute in many applications other engineering plastics or metal alloys. A significant value of this material is the fact that it does not change its mechanical properties at humid conditions or water contact.			
General			
Material Status	• Commercial: Active		
Availability	• Europe	• North America	• South America
Filler / Reinforcement	• Long Glass Fiber, 30% Filler by Weight		
Features	• Chemically Coupled	• High Stiffness	• Recyclable Material
	• Good Impact Resistance	• High Strength	
Uses	• Automotive Applications	• Automotive Instrument Panel	• Metal Replacement
	• Automotive Exterior Parts	• Automotive Interior Parts	
Forms	• Pellets		
Processing Method	• Extrusion	• Injection Molding	
ASTM and ISO Properties ¹			
Physical	Nominal Value	Unit	Test Method
Density	1.12	g/cm ³	ISO 1183
Melt Mass-Flow Rate (MFR) (230°C/2.16 kg)	2.0	g/10 min	ISO 1133
Molding Shrinkage			Internal Method
Across Flow: 2.00 mm	0.70	%	
Flow: 2.00 mm	0.20	%	
Mechanical	Nominal Value	Unit	Test Method
Tensile Modulus	7400	MPa	ISO 527-2/1
Tensile Stress (Yield)	125	MPa	ISO 527-2
Tensile Strain (Break)	2.4	%	ISO 527-2/60
Flexural Modulus ²	6500	MPa	ISO 178
Flexural Strength	170	MPa	ISO 178
Impact	Nominal Value	Unit	Test Method
Charpy Notched Impact Strength			ISO 178/1eA
-30°C	36.0	kJ/m ²	
-20°C	26.0	kJ/m ²	
23°C	23.0	kJ/m ²	
Charpy Unnotched Impact Strength			ISO 178/1eU
-20°C	42.0	kJ/m ²	
23°C	50.0	kJ/m ²	
Notched Izod Impact Strength			ISO 180/1A
-20°C	38.0	kJ/m ²	
23°C	30.0	kJ/m ²	

Figura 10.3: Ficha técnica del material termoplástico Nepol GB303HP

Fibras de Refuerzo

Se han utilizado dos tipos de fibras de refuerzo. La fibra de vidrio tipo RO99-5383 del fabricante Saint-Gobain y la fibra de basalto KV11 del fabricante Kamenny Vek. En las [figuras 10.4 y 10.5](#) se presentan las fichas técnicas de las fibras de refuerzo utilizadas.



KV11
Roving series

Roving nomenclature.
Example: BCF 13-1200-KV11 Int.
 BCF - basalt continuous filaments.
 1st number - monofilament diameter [μm].
 2nd number - linear density [tex].
 KV11 – type of sizing.
 Int./Ext – type of bobbins.
 Int. – bobbin for internal unwinding (tubeless).
 Ext. – bobbin for external unwinding.
 Direct - direct roving type bobbin.

Processing.
 Basalt roving of this series is mainly recommended for filament winding, pultrusion, processing into UD and multi-axial fabrics, prepregs and other products based on epoxy, vinyl ester and polyester resins.

Product description.

Property	Description
Type of fiber	Basalt
Monofilament diameter [μm]	10-17
Linear density [tex]	70-250 direct, 300-4800 assembl.
Type of sizing	silane
Sizing content (% wt)	0.5-0.7
Resin compatibility	Epoxy, vinyl ester, polyester
Moisture content (% wt)	<0.3

Dubna, 141080, P.O.Box 180, Moscow region, Russia
 tel: +7-095-1900952; fax: +7-095-1900015
 e-mail: info@basfiber.com, www.basfiber.com



KV11
Roving series

Mechanical properties.

Properties in epoxy impregnated strand (ASTM D2343)	
Tensile strength, MPa	2600-2900
Tensile modulus, GPa	85-90

Tensile strength of dry fiber (ASTM D3822)	
Tensile strength, mN/tex	630-750

Applications.
 High pressure vessels, CNG cylinders, waste-water filters, corrosion resistant tank/pipes, load bearing profiles, gratings, concrete reinforcing bars, boat building, wind power generator blades.

Packaging information.

Type of bobbins.	Amount of roving [kg]
Bobbin for internal unwinding	3, 5, 9
Bobbin for external unwinding	3, 5, 8
Direct roving bobbin	3, 5, 8

Figura 10.4: Ficha técnica de la fibra de refuerzo de basalto

Roving for long fiber Polyamide

RO99 5383 is an E-glass direct roving, specially designed for use in long fiber pellets thermoplastics process (LFT & direct LFT).

RO99 5383 allows a very good impregnation at high throughput and generates low fuzz build-up during processing. It is treated with silane based coupling, specially designed to provide excellent mechanical performance with polyamide resin systems but also thermoplastic polyesters.

Identification

Example : RO99 2400 5383
 RO99 : S.G. Vetrotex code for direct rovings
 2400 : nominal linear weight of roving (tex)
 5383 : S.G. Vetrotex code for sizing system

Technical characteristics (nominal values)

Linear weight (tex)	Filament diameter (µm)	Loss on ignition (%)	Moisture (%)
ISO 1889	ISO 1887	ISO 3344	
2400	17	0.35	≤ 0.10

Refer to the Standard Product Specification for more precise information on the characteristics of the product.

Products available (standard ref.)
 Cheeses for internal unwinding.

Characteristics of complete cheeses			
Internal diameter (mm)	External diameter (mm)	Height (mm)	Approx. nominal weight (kg)
165	310	275	22.5

Reinforcements Europe

RO99 5383

Technical data sheet

Properties

- excellent processing characteristics
 - outstanding impregnation in PA
 - no fuzz
 - no static electricity
- high level of mechanical properties with polyamide resin systems
- High retention of mechanical properties after hydrolytic/glycol ageing





Figura 10.5: Ficha técnica de la fibra de refuerzo de vidrio

Modificantes

Para la obtención de los materiales compuestos del presente trabajo de investigación se han utilizado modificantes, tanto para los materiales termoplásticos como para las fibras de refuerzo.

En el proceso de funcionalización de las matrices poliméricas se ha utilizado el peróxido **2,5-dimetilhexano-2,5-di-ter-Butil** (DTBH ó DBPH) como iniciador de la reacción (figura 10.6). El organosilano utilizado en la funcionalización de las matrices poliméricas ha sido el **Dynasytan Viniltrietoxisilano** ($H_2C = CH - Si(OC_2H_5)_3$) (VTEO ó VTES) (figura 10.7). El anhídrido maleico utilizado ha sido del proveedor Sigma Aldrich (figura 10.8).

Para el proceso de ensimaje de las fibras de refuerzo se ha utilizado el **Dynasytan Viniltrimetoxisilano** ($H_2C = CH - Si(OCH_3)_3$) (VTMO ó VTMS) (figura 10.9).

$\begin{array}{ccccccc} & \text{CH}_3 & & \text{CH}_3 & & \text{CH}_3 & & \text{CH}_3 \\ & & & & & & & \\ \text{CH}_3 & - \text{C} & - \text{O} & - \text{O} & - \text{C} & - \text{CH}_2 & - \text{CH}_2 & - \text{C} & - \text{O} & - \text{O} & - \text{C} & - \text{CH}_3 \\ & & & & & & & \\ & \text{CH}_3 & & \text{CH}_3 & & \text{CH}_3 & & \text{CH}_3 \end{array}$		
Tiempo de vida media ($t_{1/2}$) (minutos)		
100 °C	150 °C	200 °C
1700	14	0.30

Figura 10.6: Peróxido utilizado en la funcionalización de la matriz polimérica. 2,5-dimetilhexano-2,5-di-ter-Butil peróxido (DTBH ó DBPH)

$\begin{array}{c} \text{OC}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{CH}_2=\text{CH}-\text{Si}-\text{OC}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{OC}_2\text{H}_5 \end{array}$		
Peso Molecular [gr/mol]	Punto de ebullición [°C]	Energía de activación en funcionalización [KJ/mol]
190	158	39,82

Figura 10.7: Organosilano utilizado en la funcionalización de las matrices. Dynasylan Viniltrietoxisilano ($\text{H}_2\text{C} = \text{CH} - \text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$) (VTEO ó VTES)

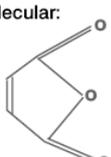
Fórmula Molecular: $\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_3$ Estructura Molecular: 		
Peso Molecular [gr/mol]	Punto de ebullición [°C]	Energía de activación en funcionalización [KJ/mol]
98.06	202	28,3

Figura 10.8: Anhídrido maleico utilizado en la funcionalización de las matrices

$\begin{array}{c} \text{OCH}_3 \\ \\ \text{CH}_2=\text{CH}-\text{Si}-\text{OCH}_3 \\ \\ \text{OCH}_3 \end{array}$		
Peso Molecular [gr/mol]	Punto de ebullición [°C]	Energía de activación en funcionalización [KJ/mol]
148	123	9,63

Figura 10.9: Organosilano utilizado en la funcionalización de las fibras. Dynasylan Viniltrimetoxisilano ($\text{H}_2\text{C} = \text{CH} - \text{Si}(\text{OCH}_3)_3$) (VTMO ó VTMS)

10.2. ANEXO II: DESCRIPCIÓN DE LAS TÉCNICAS EXPERIMENTALES

A continuación se describen las técnicas experimentales utilizadas en la caracterización, tanto microscópica como macroscópica, de los materiales compuestos desarrollados en el presente trabajo de investigación.

10.2.1. Ensayo de tracción: Módulo elástico y resistencia a rotura

El ensayo de tracción se utiliza para obtener dos propiedades mecánicas fundamentales: el módulo elástico y la tensión de rotura.

En la [figura 10.10](#) puede observarse una representación esquemática del ensayo (izquierda) y una imagen real de la máquina utilizada en los ensayos (derecha). El ensayo de tracción se realiza según las normas **UNE EN ISO 527-1** y **527-2**.

Conceptualmente el ensayo es muy sencillo, el brazo móvil de la máquina “*estira*” la probeta del material compuesto ensayado a velocidad constante, controlando la fuerza necesaria y midiendo la deformación producida.

El módulo elástico a tracción (Módulo de Young, medido en Mpa) es la pendiente de la curva fuerza/deformación al 2% de deformación.

La resistencia a tracción máxima (resistencia a rotura, medida en Mpa) es la máxima tensión (calculada como la fuerza dividida entre la sección) que puede soportar el material antes de romper.

Los ensayos fueron realizados en una máquina universal de ensayos, INSTRON 2525-806, utilizando para cada experimento un total de 5 probetas como mínimo. El ensayo se realizó con una velocidad de ensayo de 1 mm/s, utilizando una célula de carga de 1 kN de capacidad.

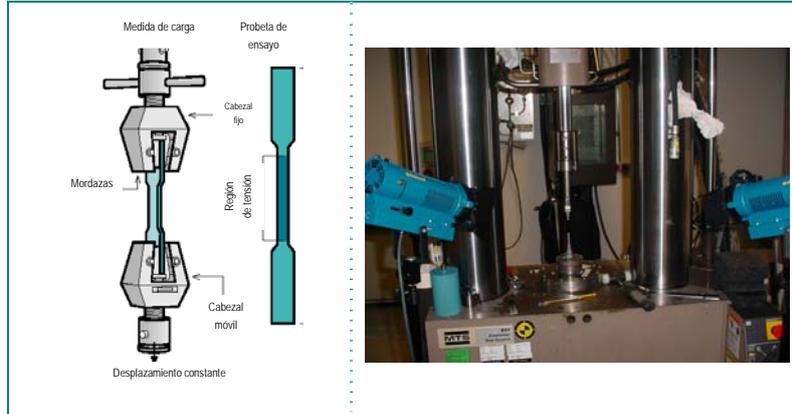


Figura 10.10: Representación esquemática y máquina utilizada para los ensayos de tracción

10.2.2. Temperatura de Deflexión Bajo Carga (HDT)

El ensayo de deflexión bajo carga (HDT) se utiliza para obtener la resistencia de un material a la distorsión bajo carga a temperaturas elevadas.

En la [figura 10.11](#) puede observarse una representación esquemática del ensayo (arriba) y una imagen real de la máquina utilizada en los ensayos (abajo). El ensayo de tracción se realiza según las normas **ISO 75 & ASTM D648**.

La muestra se sitúa en un baño de aceite y se apoya sobre dos puntos, aplicándose una carga superior en el centro de la probeta. A continuación, se incrementa la temperatura del aceite a una velocidad de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Cuando se logra una distorsión específica (ej. 0.32 mm según norma ISO), se mide la temperatura. Dicha temperatura es la que se denomina temperatura de deflexión bajo carga.

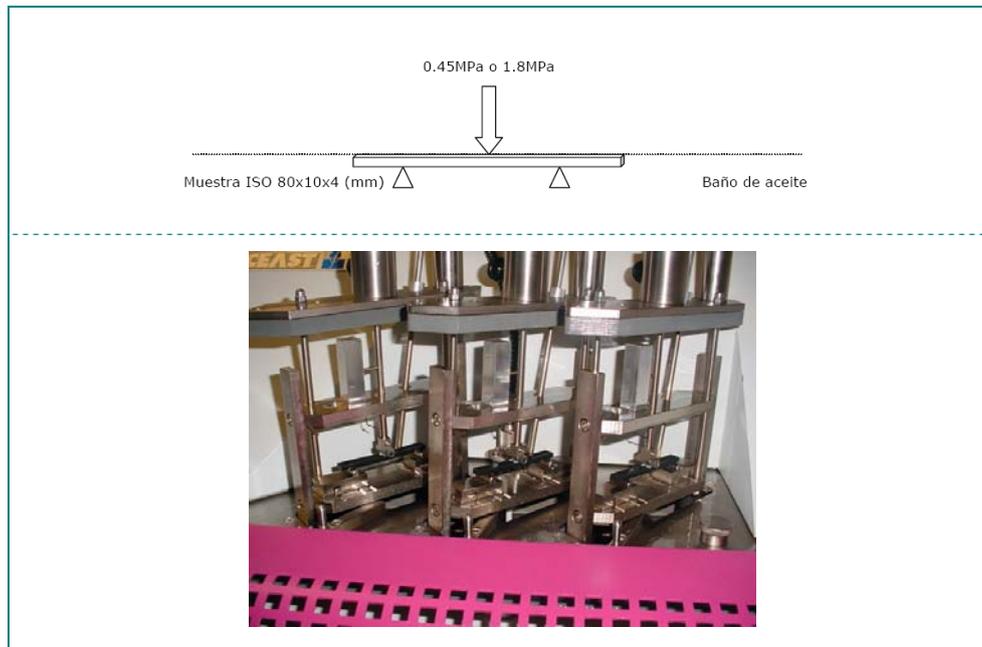


Figura 10.11: Representación esquemática y máquina utilizada para los ensayos de HDT

10.2.3. Energía Disipada en Impacto Uniaxial (IZOD)

El ensayo Izod con entalla se utiliza para obtener la energía disipada en impacto uniaxial.

En la [figura 10.12](#) puede observarse una representación esquemática del ensayo (arriba) y una imagen real de la máquina utilizada en los ensayos (abajo). El ensayo Izod con entalla se realiza según las normas **ISO 180 & UNE-EN ISO 180/1**.

La energía disipada por la rotura de la muestra se calcula como diferencia de la energía potencial entre las posiciones iniciales y finales del péndulo.

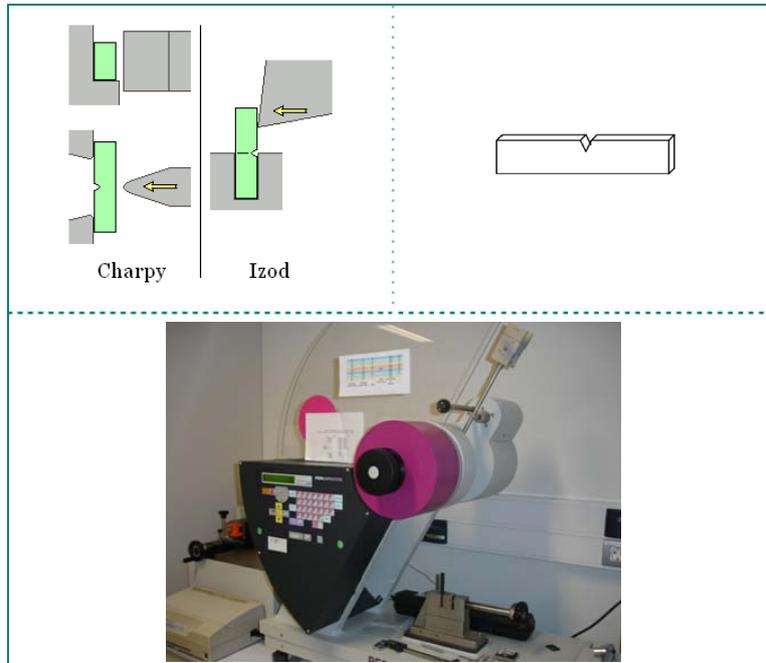


Figura 10.12: Representación esquemática, probeta y máquina utilizada para los ensayos IZOD

Los ensayos de impacto fueron realizados a temperatura ambiente y a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Para cada muestra se ensayaron un mínimo de 8 probetas. La entalla de las probetas se ha realizado con una entalladora Weber. Para la realización del ensayo se ha utilizado un péndulo CEAST (modelo 6957) con una masa de 0,5 J. El estudio de la fractura utilizando microscopía electrónica de barrido se realiza en el **ANEXO III**

10.2.4. Energía Disipada en Impacto Bi-axial (PUNCTURE)

El ensayo Puncture Test se utiliza para obtener la energía disipada en impacto bi-axial.

En la [figura 10.13](#) puede observarse una representación esquemática del ensayo (arriba) y una imagen real del impactor utilizado en los ensayos (abajo). El ensayo Puncture Test se realiza según la norma **ISO 6603-2:2000**.

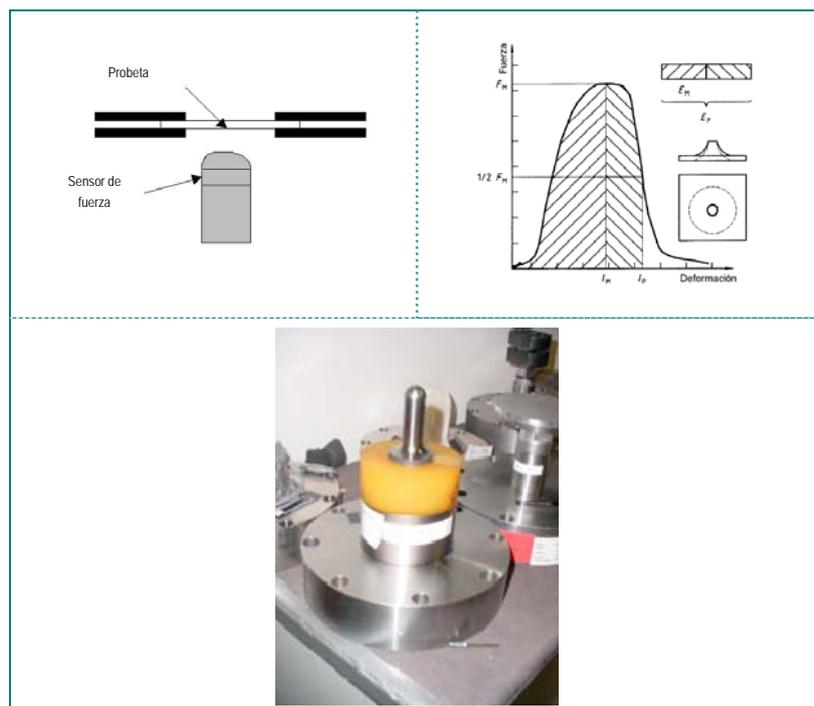


Figura 10.13: Representación esquemática e impactor utilizado en el ensayo Puncture

El impactor (con forma hemisférica) impacta contra una probeta tipo disco a una velocidad controlada (en los ensayos realizados 1 m/s).

El ensayo de Puncture Test permite determinar la tenacidad de los materiales, las curvas de carga-deflexión, así como la energía absorbida en el impacto.

NOMENCLATURA	PROBETA PUNCTURE TRAS ENSAYO	MODO DE FALLO
D		Dúctil
D _g		Dúctil con grieta (agrietado hacia la base)
D _{gb}		Dúctil con grieta (agrietado hacia y a lo largo de la base)
F _d		Frágil/dúctil (una o dos piezas separadas del disco con una deformación razonable)
D _p		Dúctil perforado hacia fuera (en una pieza con deformación y agrietada hacia la base, si no F _d)
F _p		Frágil perforada hacia fuera (en una pieza agrietada a lo largo de la base si no F)
F		Frágil (más piezas separadas del disco, sin deformación)

Figura 10.14: Representación esquemática de los posibles modos de fallo de las probetas del ensayo Puncture Test

En la figura 10.14 puede observarse la representación esquemática de los tipos de rotura que se pueden producir en este tipo de ensayo. El tipo de rotura varía entre totalmente dúctil (**D**) hasta completamente frágil, con varios fragmentos (**F**). Entre los dos casos extremos pueden presentarse situaciones intermedias incluyendo la transición dúctil-frágil (**F_d**).

10.2.5. Índice de Fluidéz (MFI)

El ensayo de índice de fluidéz se utiliza para obtener la fluidéz del material medida como la cantidad de polímero fundido (en gramos) que fluye a una temperatura determinada durante un tiempo especificado (10 minutos) bajo la acción de un peso fijo.

En la figura 10.15 puede observarse una representación esquemática del ensayo (izquierda) y una imagen real del equipo

utilizado en los ensayos (derecha). El ensayo de índice de fluidez se realiza según la norma **ISO 1133**.

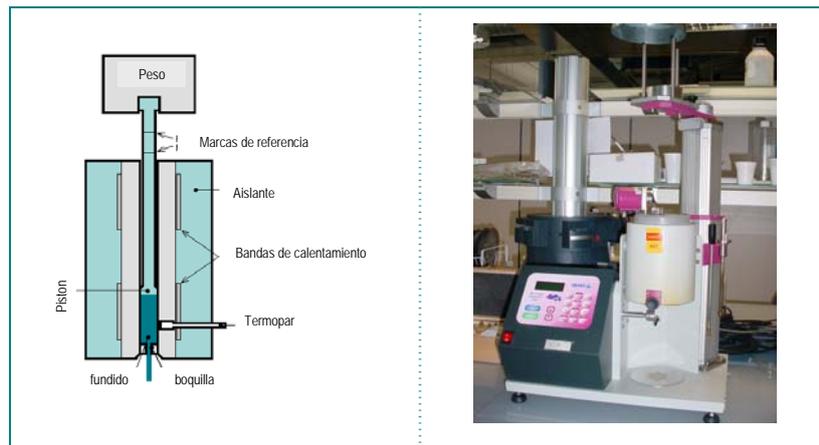


Figura 10.15: Representación esquemática y equipo utilizado en el ensayo de Índice de Fluidez

Para la realización de los ensayos de índice de fluidez se ha utilizado un equipo marca CEAST (modelo 7026). La temperatura del fundido ha sido de 230°C ($\pm 0.1^{\circ}\text{C}$), la carga aplicada 2,16 kg y el diámetro de boquilla $2,09$ (± 0.005 mm).

10.2.6. Reometría Capilar

Los ensayos de reometría capilar (RC) se utiliza para obtener la viscosidad aparente (relación entre esfuerzo de cizalla y velocidad de cizalla) de los materiales compuestos.

En la figura 10.16 puede observarse una representación esquemática del ensayo (izquierda) y una imagen real del equipo utilizado en los ensayos (derecha). Los ensayos de geometría capilar se han realizado según la norma **ISO11443 & ASTM D3835**.

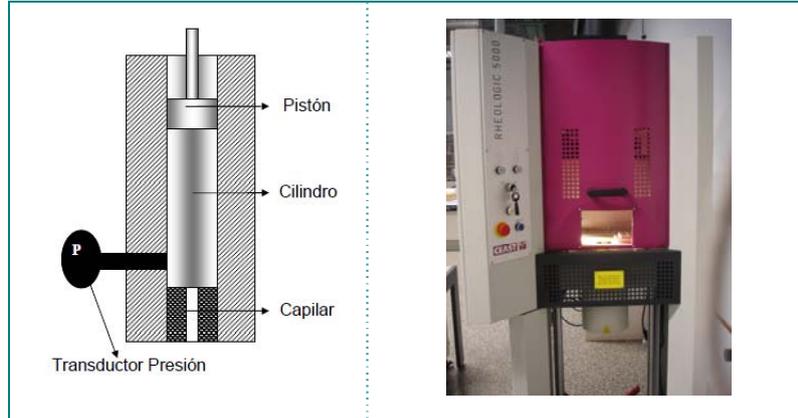


Figura 10.16 Representación esquemática y equipo utilizado en el ensayo de reometría capilar

La viscosidad aparente se ha calculado utilizando un reómetro capilar marca Rheologic (5000). El capilar utilizado tiene una relación L/D de 30/1. El rango de velocidades del pistón se ha variado desde 0.01 mm/s hasta 4 mm/s. La temperatura del ensayo ha sido, para todos los casos de 230°C.

10.2.7. Microscopia Óptica y Electrónica de Barrido (SEM)

Las técnicas de microscopia se han utilizado para estudiar la morfología de las fibras de refuerzo después del procesado e, igualmente, intentar determinar la interacción que se ha producido entre la matriz y la fibra de refuerzo durante los ensayos mecánicos a los que ha sido sometido el material.

En la [figura 10.17](#) puede observarse una representación esquemática de la técnica (izquierda) y una imagen real del equipo utilizado en los ensayos (derecha).

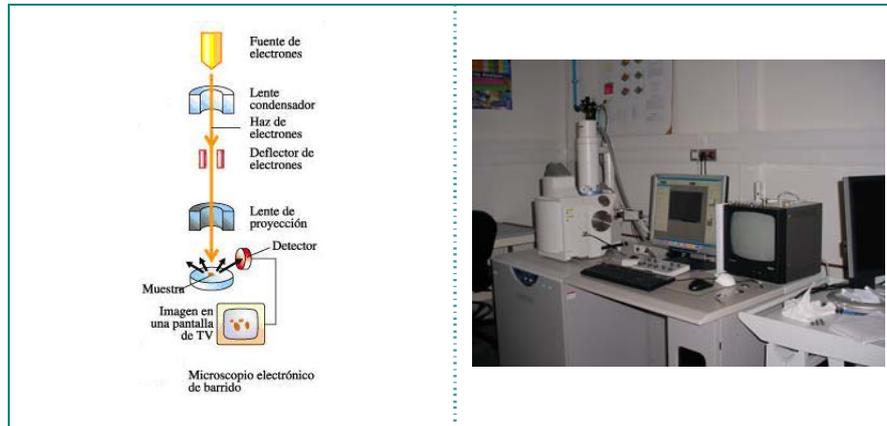


Figura 10.17: Representación esquemática y equipo SEM utilizado

Un microscopio electrónico sustituye la luz visible, con la que obtienen las imágenes los microscopios ópticos, por haces de electrones que, según el principio de De Broglie, tienen una longitud de onda menor. Estos haces se enfocan mediante electroimanes para conseguir un haz lo más estrecho posible y obtener mejor resolución.

La Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) tiene una gran profundidad de campo, lo que permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra. Mediante esta técnica, inventada en 1931, se obtienen imágenes de alta resolución, proporcionando información acerca de la morfología de la muestra. .

Para la obtención de las microfotografías de SEM ha sido necesario recubrir las superficies de los materiales con una fina capa de una aleación de Pd/Au para hacer conductor el material. Las microfotografías han sido tomadas con un microscopio electrónico marca Hitachi (3200SN), empleando un voltaje de aceleración de 20 kV y rangos de magnificación entre 100 y 16000 aumentos.

10.2.8. Determinación de la longitud de las fibras mediante microscopía óptica

El estudio de la longitud residual de la fibra que se obtiene en cada probeta se realiza siguiendo un procedimiento que se detalla a continuación: en primer lugar se toma una muestra de la pieza de plástico, en este caso de una de las probetas utilizadas en el proceso de caracterización mecánica. A continuación se disuelve la muestra utilizando xileno a reflujo. Posteriormente se realiza el filtrado de la disolución. El filtrado se introduce en acetona y se dispersa mediante inmersión en bañera de ultrasonidos. La solución se filtra. Se miden las fibras utilizando las rutinas de cálculo incorporadas en el microscopía óptico.

En la [figura 10.18](#) puede observarse una representación esquemática de la técnica (izquierda) y una imagen real del equipo utilizado en los ensayos de microscopía óptica (derecha).

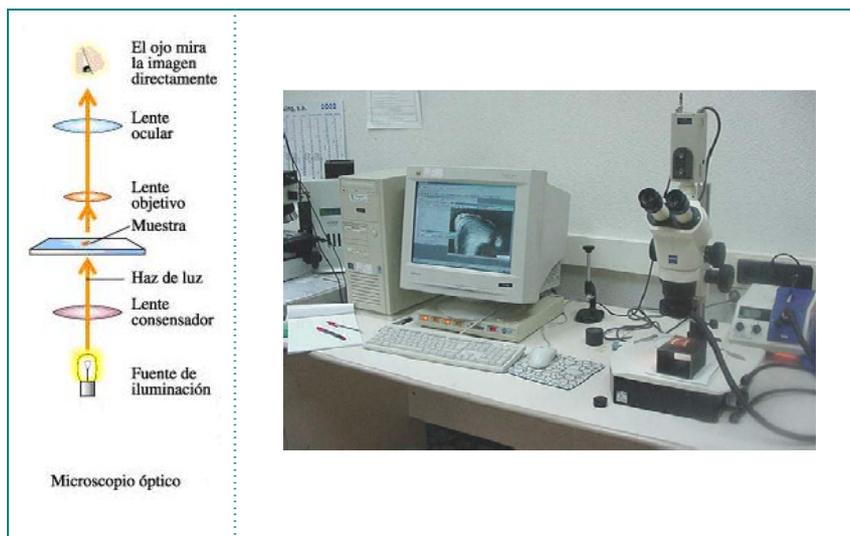


Figura 10.18: Representación esquemática y equipo de microscopía óptica (MO) utilizado

Para realizar las mediciones se ha utilizado un microscopio marca ZEISS (STEMI 2000) con relación de aumentos 10x.

10.2.9. Descripción del proceso de eliminación química del ensimaje

Basándonos en la bibliografía consultada se ha llevado a cabo el siguiente procedimiento: Disolución de agua oxigenada (10%) y amoníaco (8%), agitación de la muestra de fibra de vidrio ($GF_{17\mu}$) en baño de agua caliente durante 5 minutos, filtrado en buchner lavado con agua y secado a 100°C durante 30 minutos.

Después de tratar la muestra se ha procedido a la comprobación de la cantidad residual de ensimaje mediante técnicas TGA. En la [figura 10.19](#) puede apreciarse el resultado obtenido para la muestra $GF_{17\mu}$. La fracción descompuesta es de aproximadamente el 0.5%, indicando este dato que la eliminación de ensimaje alcanzada en el proceso de desensimaje químico anteriormente expuesto ha sido mínima/nula.

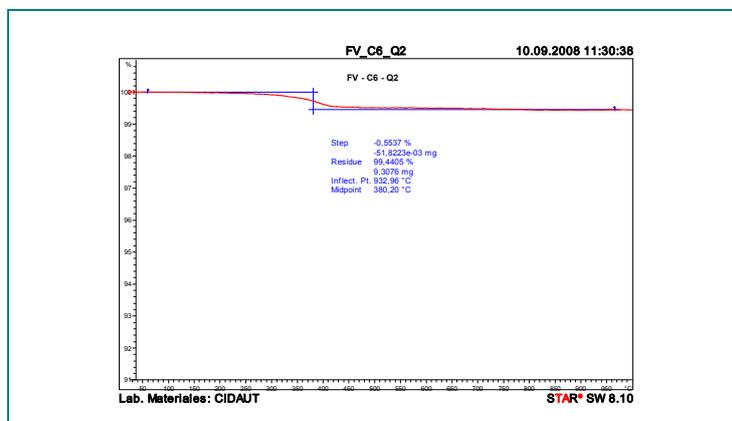


Figura 10.19: TGA muestra $GF_{17\mu}$ después del proceso de desensimaje químico

Para mejorar los pobres resultados anteriormente descritos habría que reformular el método, aumentando la "agresividad" del tratamiento. Uniendo que, no sabemos exactamente la naturaleza química del ensimaje utilizado y que no estamos seguros de que un tratamiento más agresivo no afecte a las fibras, se ha decidido no utilizar el desensimaje químico como procedimiento para eliminar el ensimaje de las fibras.

10.2.10. Descripción del proceso de eliminación del ensimaje utilizando una fuente láser

El primer procedimiento de eliminación térmica del ensimaje ha sido la utilización de una fuente láser. Mediante el calentamiento puntual selectivo se pretende calentar el ensimaje por encima de su punto de fusión sin alterar la fibra base. Se ha usado una fuente láser de CO₂ de 10 W de potencia máx., trabajando en emisión continua, sobre el plano focal de una lente de campo plano.

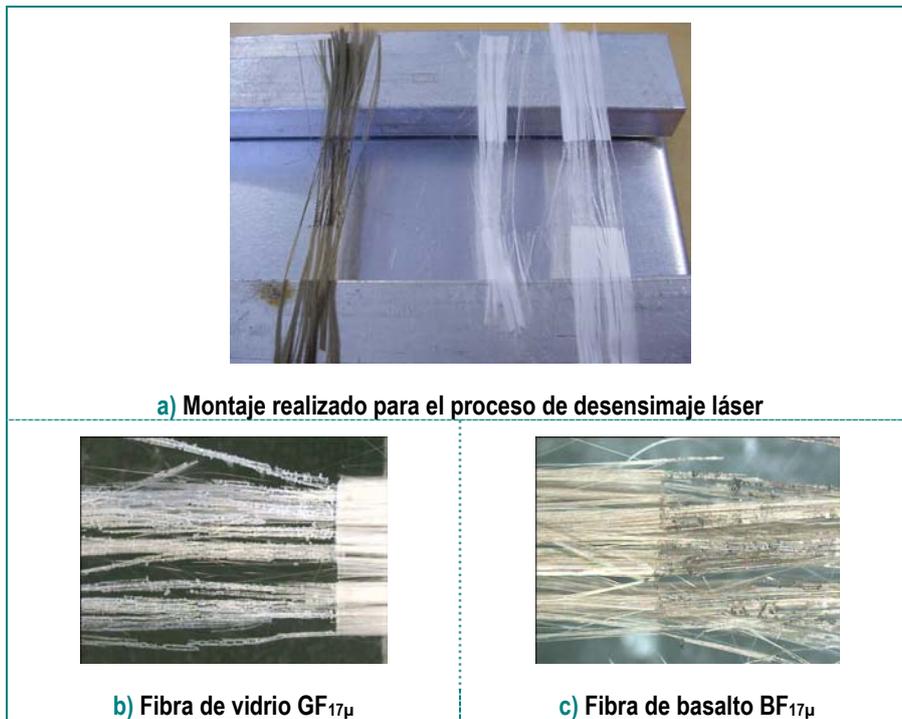


Figura 10.20: Proceso de eliminación del ensimaje utilizando una fuente láser

En la [figura 10.20](#) puede apreciarse el montaje realizado para utilizar el láser sobre distintos tipos de fibra. Aunque la potencia del láser es relativamente baja la rotura de la fibra es significativa y, además, se aprecian restos superficiales de ensimaje. Debido a los resultados obtenidos el procedimiento de desensimaje utilizando una fuente láser ha sido descartado.

10.3. ANEXO III: ESTUDIO MICROGRÁFICO MEDIANTE SEM DE LA ROTURA DE LAS PROBETAS DE LOS ENSAYOS DE DISIPACIÓN DE ENERGÍA

En este apartado se mostrarán las conclusiones extraídas del estudio micrográfico realizado sobre las fracturas de las probetas utilizadas en los ensayos de Izod con entalla.

De todas las probetas ensayadas, se han utilizado las probetas del ensayo de Izod a -20°C , debido a que son las que presentan menor deformación plástica y, suponemos, que son en las que mejor se van a poder observar los distintos mecanismos teóricos de disipación de energía.

El análisis se ha efectuado sobre los materiales compuestos reforzados con fibra de vidrio debido a la mejor visibilidad de este tipo de fibras en la técnica SEM. Debido a que los resultados de las propiedades mecánicas obtenidos con los compuestos de fibra de basalto han sido similares a los obtenidos con los materiales compuestos reforzados con fibra de vidrio, suponemos que los mecanismos de disipación de energía han sido los mismos.

Tal y como se expuso en el **Capítulo II** (apartado 2.7) los fenómenos asociados a la disipación de energía en la rotura de los materiales compuestos reforzados con fibras discretas son extremadamente complejos.

Está comúnmente aceptado que existen cuatro mecanismos distintos de disipación de energía que, además de producirse a la vez, compiten entre ellos. La complejidad de determinar el mecanismo predominante se complica porque no es posible observar la progresión de la rotura y, en la práctica tenemos que interpretar cual ha sido el mecanismo predominante en función del análisis de la zona de rotura después de que ésta se haya producido.

Los cuatro mecanismos de disipación de energía reconocidos son:

I energía disipada por la rotura de la matriz polimérica.

II energía disipada por la rotura de las fibras de refuerzo.

III energía disipada cuando se despega la fibra de la matriz (pull-out)

IV energía disipada por el mecanismo denominado “*breaking-debonded*”. Primero se produce despegue parcial de la intercara fibra-matriz y posteriormente se rompe la fibra.

En la [figura 10.21](#) se muestra un ejemplo tipo de una de las micrografías obtenidas en el estudio realizado. Sobre esta micrografía trataremos de diferenciar y clarificar cada uno de los mecanismos de disipación de energía que suponemos que existen.

En la [zona I](#) se pueden apreciar dos agujeros perfectamente circulares que son el resultado del despegue de las fibras, es decir el mecanismo de “*pull-out*”.

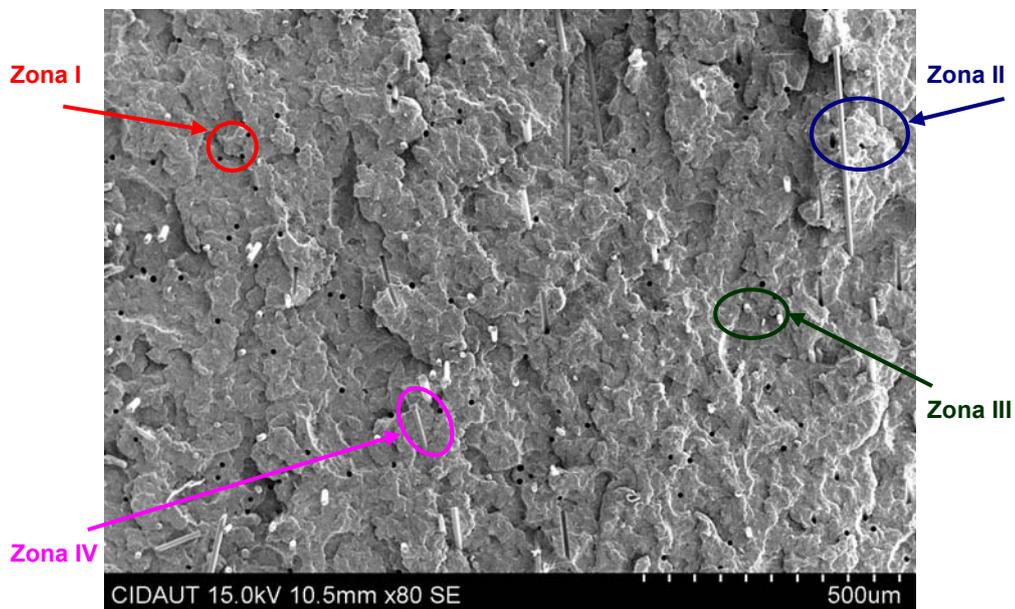


Figura 10.21: Ejemplo de micrografía de rotura con distintos mecanismos de disipación de energía

En la [zona II](#) puede apreciarse las consecuencias de otro fenómeno de “*pull-out*” en fibras que se encuentran en la dirección longitudinal a la dirección de la fractura. Puede apreciarse como la matriz se ha despegado completamente y la fibra de refuerzo ha quedado al descubierto.

En la zona III pueden apreciarse fibras rotas prácticamente a la altura de la fractura del material. Este tipo de fibras indican que el mecanismo que disipación de energía para estas fibras ha sido el mecanismo II (rotura de fibras).

En la zona IV pueden apreciarse segmentos relativamente largos de fibras estas fibras pueden ser el resultado de un fenómeno de “pull-out” (el orificio que ha dejado la fibra estaría en el otro lado de la fractura) o también puede ser un fenómeno de despegue parcial y posterior rotura (“breaking-debonded”).

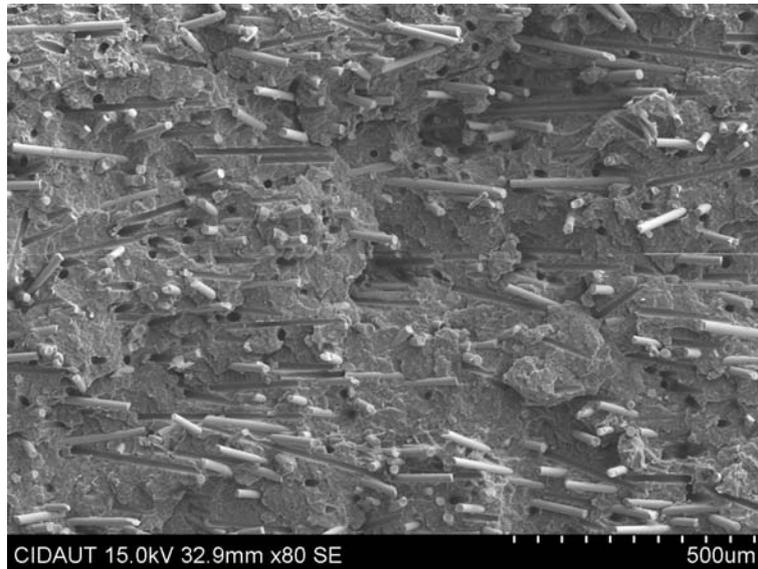
Siguiendo el mismo criterio expuesto anteriormente se han analizado las roturas de los 16 materiales compuestos elaborados en el diseño de experimentos.

En particular, se han analizado exhaustivamente las roturas de las muestras en las cuales se ha conseguido el máximo y el mínimo de energía disipada en el ensayo Izod a baja temperatura (muestras 4 y 12 con 1.8 y 11.7 KJ/m² respectivamente).

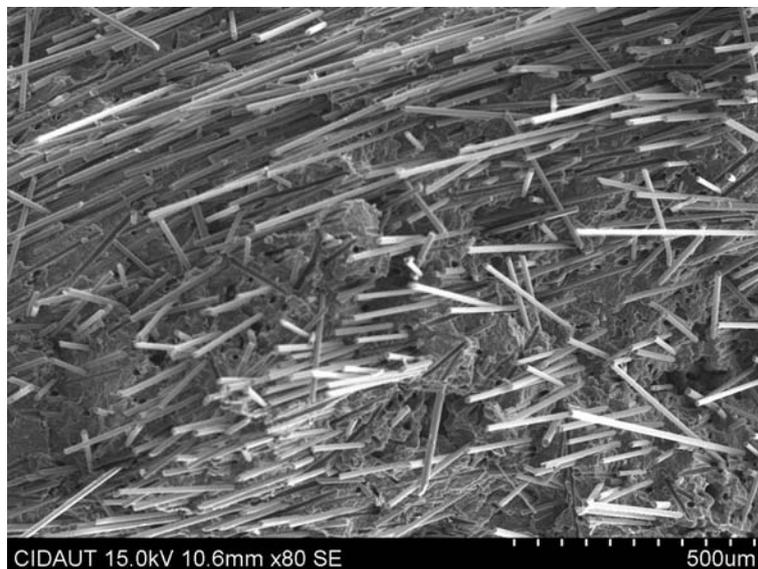
En la figura 10.22 se muestran las roturas correspondientes a los dos casos extremos. Ambos materiales compuestos están reforzados con el 30% de fibra de vidrio.

En la parte superior se presenta la rotura correspondiente al experimento 4. En este caso la energía disipada en el ensayo Izod con entalla a baja temperatura ha sido de 1.8 KJ/m². Este valor es particularmente bajo. Puede apreciarse que el principal modo de fallo que se deduce de la micrografía presentada está asociado al mecanismo de “pull-out”.

En la parte inferior se presenta la rotura correspondiente al experimento 12. En este caso la energía disipada en el ensayo Izod con entalla a baja temperatura ha sido de 11.7 KJ/m². Este valor es particularmente alto. Puede apreciarse que prácticamente no aparece el mecanismo de “pull-out”. La gran mayoría de las roturas de las fibras parecen asociadas a los mecanismo II (rotura de fibras) y IV (“breaking-debonded”).



a) Rotura correspondiente al experimento 4 (1,8 KJ/m²)



b) Rotura correspondiente al experimento 12 (11,7 KJ/m²)

Figura 10.22: Micrografías de las roturas de dos casos extremos. Ambos materiales compuestos tienen la misma concentración de fibra de vidrio (30%)

Analizando con microscopía SEM todas las roturas de los materiales compuestos desarrollados se ha llegado a las siguientes conclusiones:

- Los experimentos que han presentado valores bajos de energía disipada presentan básicamente mecanismos de disipación de energía tipo “*pull-out*”.
- Los experimentos que han presentado valores medios de energía disipada presentan mecanismos combinados de “*pull-out*” y rotura de fibras al nivel de la fractura del material compuesto.
- En los experimentos que han presentado los mayores valores de energía disipada no se observan fenómenos acusado de “*pull-out*” (no se observan orificios en la rotura). La mayoría de las fibras o se han roto a nivel de la rotura o presentan un extremo libre de longitud variable que pudiera estar asociado a un fenómeno de despegue y posterior rotura (“*breaking-debonded*”).

10.4. ANEXO IV: EXPERIMENTOS CONFIRMATORIOS DE LOS ESTUDIOS REALIZADOS UTILIZANDO EL MÉTODO TAGUCHI

En el **Capítulo V** del presente trabajo de investigación se ha analizado la influencia que cada variable de diseño del material tiene en las propiedades mecánicas del material compuesto.

Para generar las tablas completas (los 64 valores correspondientes al desarrollo factorial de las variables vitales) se ha utilizado el procedimiento de cálculo del método Taguchi. Este procedimiento, como ya se ha explicado, consiste en considerar la media de todos los experimentos y, sobre esta media, ir sumando o restando la contribución de cada variable en función del factor considerado.

Las tablas de datos generadas con este procedimiento han sido:

Tabla 5.V (Módulo Elástico a T^a_{ambiente}).

Tabla 5.VI (Módulo Elástico a 80°C).

Tabla 5.VII (Tensión de rotura a tracción).

Tabla 5.VIII (HDT), 5.IX-X (Izod a T^a_{ambiente}).

Tablas 5.IX-X (Izod a T^a_{ambiente}).

Tablas 5.XI-XII (Izod a -20°C).

Tablas 5.XIII-XIV (Puncture Test).

Los datos generados en las tablas anteriormente mencionadas han sido los utilizados para calcular los modelos (lineales y de orden 3) que parametrizan el comportamiento de cada propiedad mecánica en función de las variables vitales consideradas.

Para poder utilizar con garantías los datos obtenidos mediante el procedimiento de Taguchi es necesario realizar una serie de experimentos confirmatorios. Con estos experimentos confirmatorios podremos evaluar la magnitud del error del experimento respecto a la predicción de Taguchi.

En la [tabla 10.1](#) pueden observarse los cuatro experimentos confirmatorios planteados. Se han realizado dos experimentos

confirmatorios para los compuestos de fibra de vidrio y otros dos para los compuestos de fibra de basalto. En los experimentos confirmatorios se han mantenido fijos (por motivos pragmáticos a la hora de realizar los materiales compuestos) los valores de las variables no vitales (diámetro de la fibra, tipo de funcionalizante de la matriz polimérica y procedimiento de activación ácida de la fibra después del proceso de eliminación del ensimaje).

Experimento	Material Polimérico	Tipo Fibra	Longitud Fibra	% Fibra	% Func.
Conf_1	BC245MO	FV	0.3	20	9
Conf_2	BH345MO	FV	6	10	0
Conf_3	BC245MO	FB	0.3	20	9
Conf_4	BH345MO	FB	6	10	0

Tabla 10.I: Definición de los experimentos confirmatorios para la predicción de Taguchi

En las tablas 10.II y 10.III se presentan, para cada una de las propiedades mecánicas analizadas, los resultados obtenidos en los experimentos confirmatorios.

Experimento	$E_{T^{\circ}\text{ambiente}}$		$E_{80^{\circ}\text{C}}$		σ_{rotura}		HDT	
	Real	Predicc.	Real	Predicc.	Real	Predicc.	Real	Predicc.
Conf_1	2172	2284	1105	1192	31.1	32.8	82.1	87.8
Conf_2	2551	2477	1252	1189	45	43.3	121	119
Conf_3	2253	2180	905	842	37	35.7	79	75.9
Conf_4	2504	2617	1463	1557	38.4	40.7	126.2	133

Tabla 10.II: Comparación entre los resultados reales y las predicciones de Taguchi (I)

Junto al valor real (promedio) obtenido en los ensayos realizados se presenta el valor obtenido por la predicción lineal utilizando el método Taguchi.

Experimento	Izod $T^{\circ}\text{ambiente}$		Izod-20°C		Puncture Test	
	Real	Predicc.	Real	Predicc.	Real	Predicc.
Conf_1	4.1	3.9	3.4	3.3	11.3	10.5
Conf_2	5.7	5.5	6.4	6.7	6.3	5.9
Conf_3	4.5	4.2	3.4	3.6	12.9	12.2
Conf_4	5	4.7	5.5	5.9	6.8	7.3

Tabla 10.III: Comparación entre los resultados reales y las predicciones de Taguchi (II)

En la [tabla 10.IV](#) presentan las diferencias porcentuales, para cada propiedad mecánica analizada, entre los valores reales obtenidos de los ensayos y los valores simulados obtenidos por la predicción del método Taguchi.

Experimento	E	E _{80°C}	σ_{rotura}	HDT	Izod	Izod.-20°C	Puncture
Conf_1	-5,2%	-7,9%	-5,5%	-6,9%	4,9%	2,9%	7,1%
Conf_2	2,9%	5,0%	3,8%	1,7%	3,5%	-4,7%	6,3%
Conf_3	3,2%	7,0%	3,5%	3,9%	6,7%	-5,9%	5,4%
Conf_4	-4,5%	-6,4%	-6,0%	-5,4%	6,0%	-7,3%	-7,4%
Promedio	4%	6,6%	4,7%	4,5%	5,3%	5,2%	6,6%

Tabla 10.IV: Variación porcentual entre las propiedades reales y las estimadas

Como puede apreciarse en la [tabla 10.IV](#), las diferencias entre los valores reales y los estimados están, de forma global, en el intervalo **-7.9%** y **+7.1%**.

Calculando el promedio global de todas las desviaciones se obtiene un valor de **5,2%**.

Las diferencias obtenidas entre los valores reales y los simulados se considera suficientemente pequeña como para considerar como adecuado el procedimiento utilizado para obtener dichos valores y, posteriormente, para su posterior utilización en la obtención de los modelos matemáticos presentados.

10.5. ANEXO V: ANÁLISIS DE ROBUSTEZ DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS ESTUDIADAS MEDIANTE LA RELACIÓN SEÑAL/RUIDO

En este apartado se presentan los estudios realizados sobre la robustez (repetitividad) que cada una de las variables de diseño de los materiales compuestos aporta a cada una de las propiedades mecánicas analizadas.

Hasta ahora, en el presente trabajo de investigación, todos los resultados obtenidos estaban basados en la utilización de la media aritmética de los resultados obtenidos en los distintos ensayos de caracterización. En cada uno de estos ensayos, según norma, se realiza un número determinado de repeticiones.

De la misma manera que se ha estudiado la influencia que cada una de las variables de diseño del material tiene en las propiedades mecánicas seleccionadas, es posible estudiar la influencia que cada variable tiene en la repetitividad de las propiedades mecánicas. Es decir, mediante el estudio de la dispersión de los resultados obtenidos en la repetición de los ensayos, es posible determinar la combinación óptima de parámetros que maximiza la robustez de los resultados obtenidos.

Lógicamente habrá que llegar a un compromiso entre los valores de las variables que maximizan cada propiedad mecánica (lo que en terminología del Dr. Taguchi se denomina “*Señal*”) y los valores de las variables que maximizan la robustez de cada propiedad mecánica.

Siguiendo la Metodología desarrollado por el Dr. Taguchi, el estudio de la robustez se realiza mediante el análisis de la relación **Señal/Ruido**.

La relación Señal/Ruido es el índice de Robustez que mide la calidad de la transformación de la energía en un sistema. Se define como el cociente entre la Energía que entra en el sistema y la parte de la energía que no se utiliza en el fin para el cual el sistema ha sido concebido.

La relación Señal/Ruido se ha calculado con la siguiente expresión:

$$S/R = 10 \cdot \log \left[\frac{1/n \cdot (S_m - V_e)}{V_e} \right]$$

Siendo: Para n datos: y_1, y_2, \dots, y_n

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n y_i \quad S_m = \frac{1}{n} \cdot \left[\sum_{i=1}^n y_i \right]^2$$

$$V_e = \sigma^2 = \frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2$$

Utilizando la relación Señal/Ruido puede estimarse la robustez del sistema expresada en decibelios (**dB**). Cuanto mayor sea la relación Señal/Ruido mayor será la robustez del sistema y, por lo tanto, más estable.

A continuación se muestran los resultados obtenidos de aplicar el procedimiento anteriormente descrito a cada una de las propiedades mecánicas analizadas. Cabe destacar que, aunque el número de repeticiones realizadas es muy pequeño y el estudio de robustez no es muy significativo, se han obtenido ciertas pautas de actuación que maximizan la robustez sin penalizar la señal de forma significativa.

En la [figura 10.23](#) se presenta la relación Señal/Ruido para el caso del módulo elástico a temperatura ambiente en compuestos de fibra de vidrio. La línea base está en 22.5 dB. Esta línea base nos da una idea global de la robustez de la propiedad analizada.

Para cada variable y nivel analizado, podemos ver si el valor de Robustez está por encima de la línea base (quiere decir que esa combinación de variable/nivel proporciona robustez) o está por debajo

de la línea base (quiere decir que esa combinación de variable/nivel disminuye la robustez).

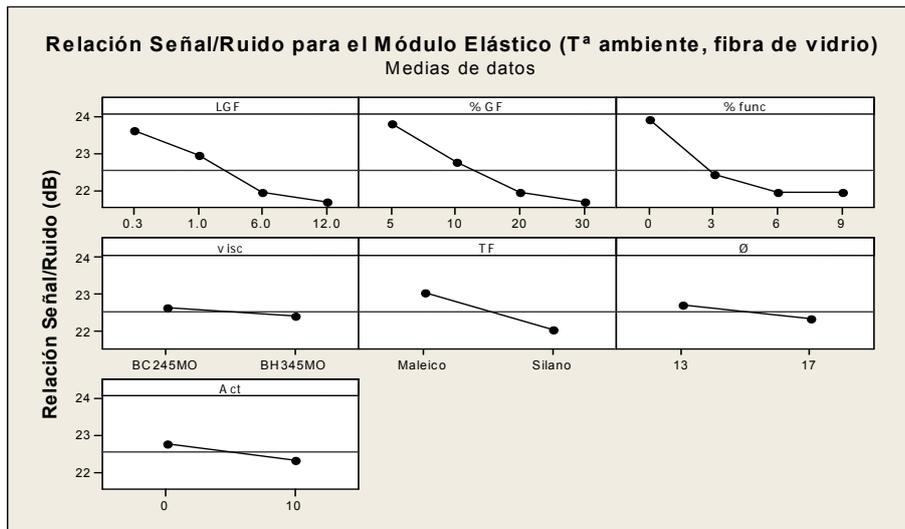


Figura 10.23: Estudio de la Señal/Ruido para el módulo elástico a temperatura ambiente en compuestos de fibra de vidrio

Analizando, a modo de ejemplo, el comportamiento de la variable longitud de fibra de vidrio podemos ver que cuando la variable tiene el nivel 1 (0.3 mm) proporciona un delta a la relación Señal/Ruido de $(23.6 - 22.5) = 1.1 \text{ dB}$.

Cuando la variable tiene el nivel 2 (1 mm) proporciona un delta a la relación Señal/Ruido de $(22.9 - 22.5) = 0.4 \text{ dB}$.

De la misma manera, cuando la variable tiene el nivel 3 (6 mm) proporciona un delta a la relación Señal/Ruido de $(21.9 - 22.5) = -0.6 \text{ dB}$.

Analizando los valores particulares de cada variable/nivel podemos calcular la relación Señal/Ruido que se puede conseguir sumando (o restando) los deltas particulares a la línea base.

Lógicamente los valores óptimos de las variables que maximizan la robustez no tienen porque coincidir con los valores óptimos que maximizan cada una de las propiedades mecánicas (es decir la Señal).

Habrà variables que no afectan a la Señal y si afectan a la robustez. La elección del nivel óptimo de estas variables es muy sencillo, se tomará el nivel que mejora la Robustez.

Habr  obras variables que afectan positivamente tanto a la Se al como a la robustez, en este caso la elecci n tambi n es evidente: se elegir  el nivel de la variable que maximiza tanto la Se al como la Robustez.

Desgraciadamente habr  muchas variables (la mayor a) que afectan positivamente a la Robustez y negativamente a la Se al. En este caso habr  que llegar a un equilibrio y elegir lo niveles que m s aumenten la Se al sin provocar grandes disminuciones de Robustez.

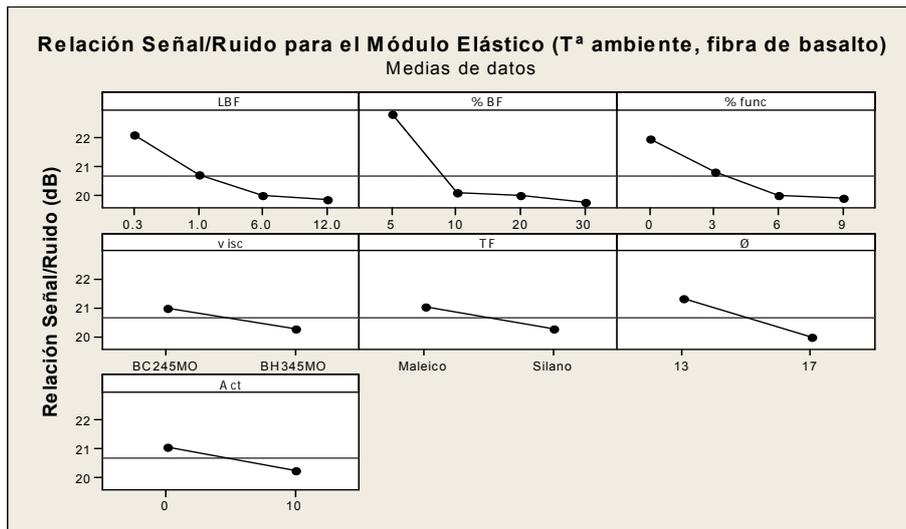


Figura 10.24: Estudio de la Se al/Ruido para el m dulo el stico a temperatura ambiente en compuestos de fibra de basalto

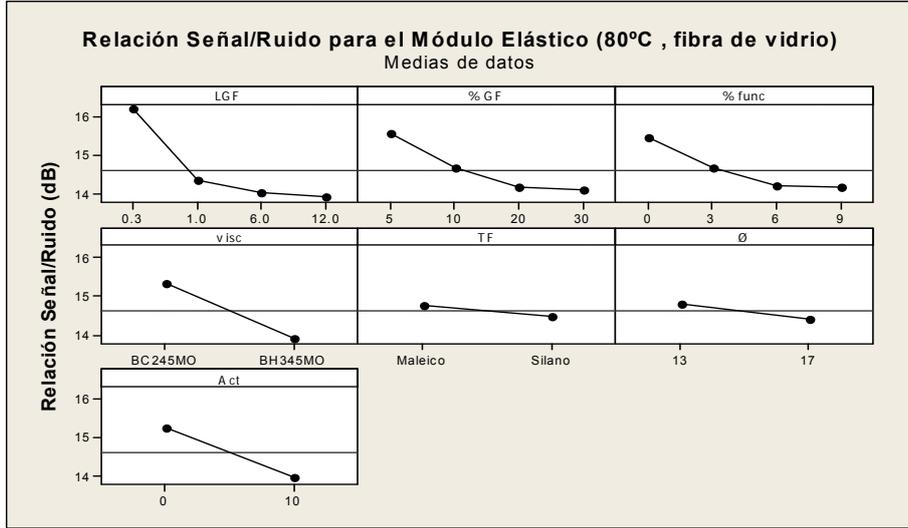


Figura 10.25: Estudio de la Señal/Ruido para el módulo elástico a 80°C en compuestos de fibra de vidrio

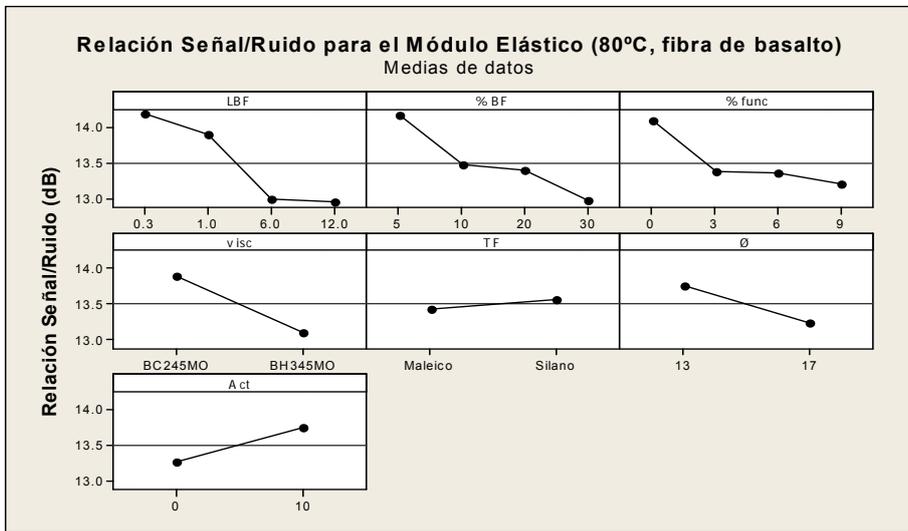


Figura 10.26: Estudio de la Señal/Ruido para el módulo elástico a 80°C en compuestos de fibra de basalto

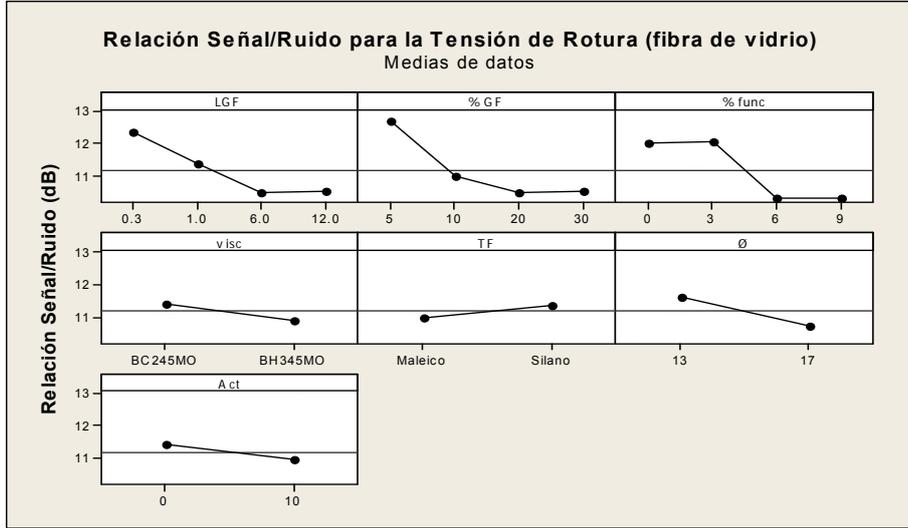


Figura 10.27: Estudio de la Señal/Ruido para la Tensión de Rotura en compuestos de fibra de vidrio

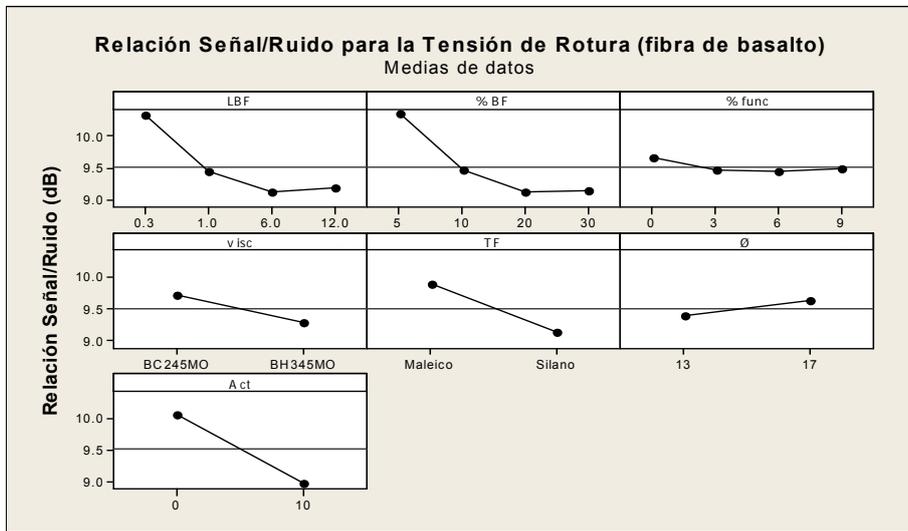


Figura 10.28: Estudio de la Señal/Ruido para la Tensión de Rotura en compuestos de fibra de basalto

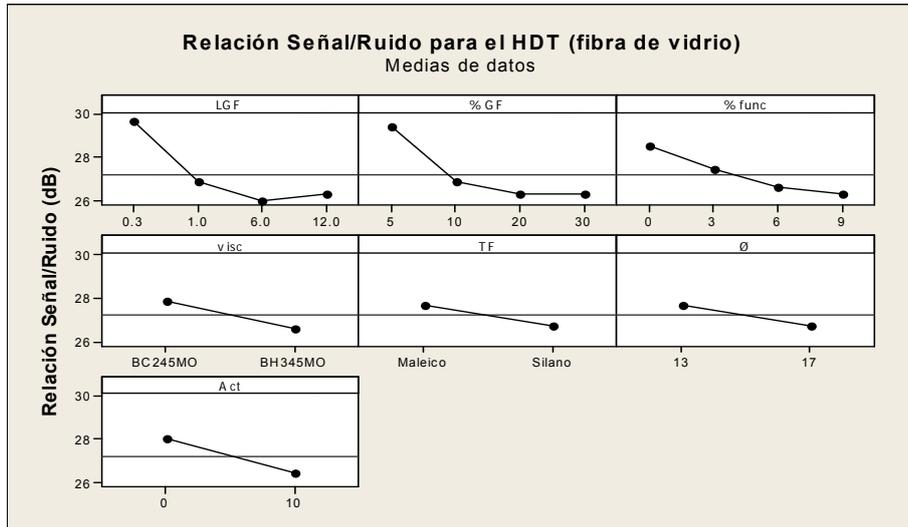


Figura 10.29: Estudio de la Señal/Ruido para el HDT en compuestos de fibra de vidrio

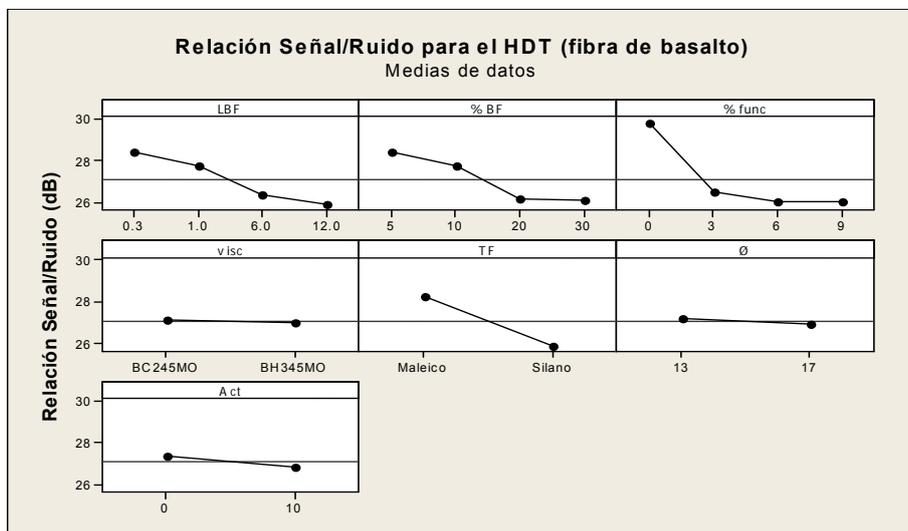


Figura 10.30: Estudio de la Señal/Ruido para el HDT en compuestos de fibra de basalto

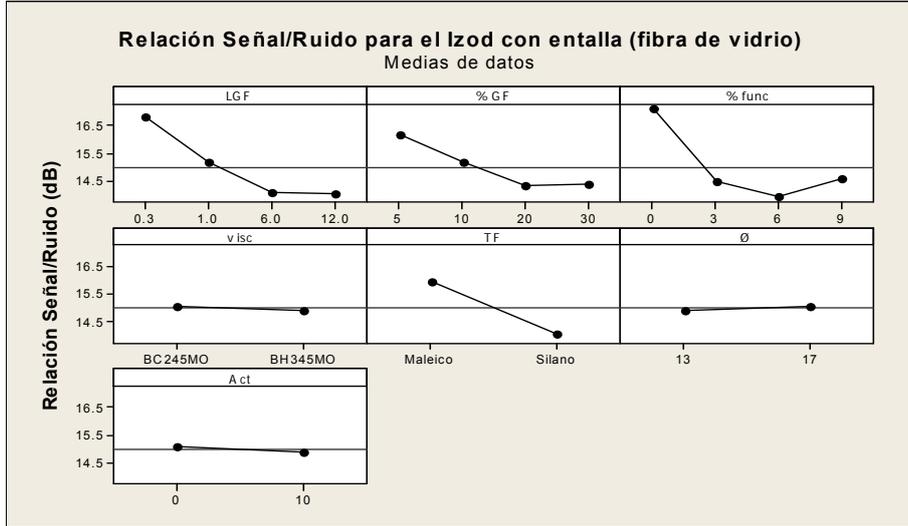


Figura 10.31: Estudio de la Señal/Ruido para el Izod con entalla en compuestos de fibra de vidrio

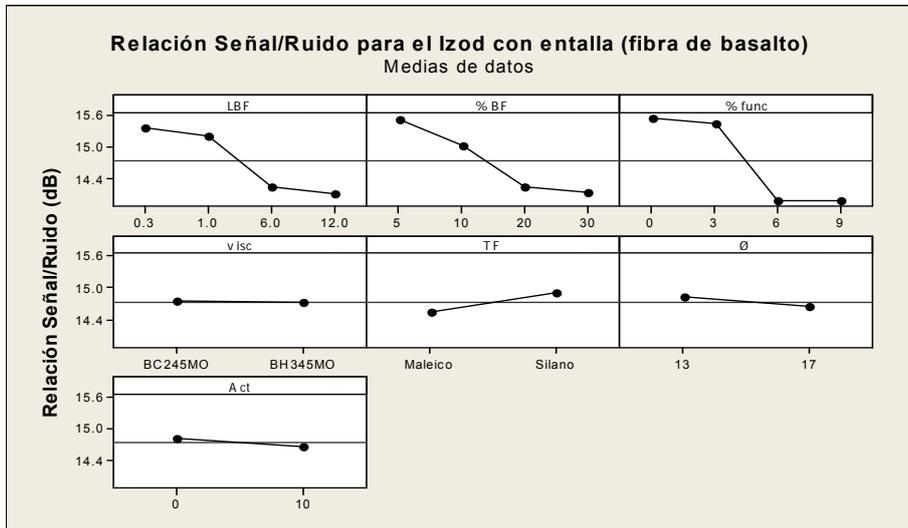


Figura 10.32: Estudio de la Señal/Ruido para el Izod con entalla en compuestos de fibra de basalto

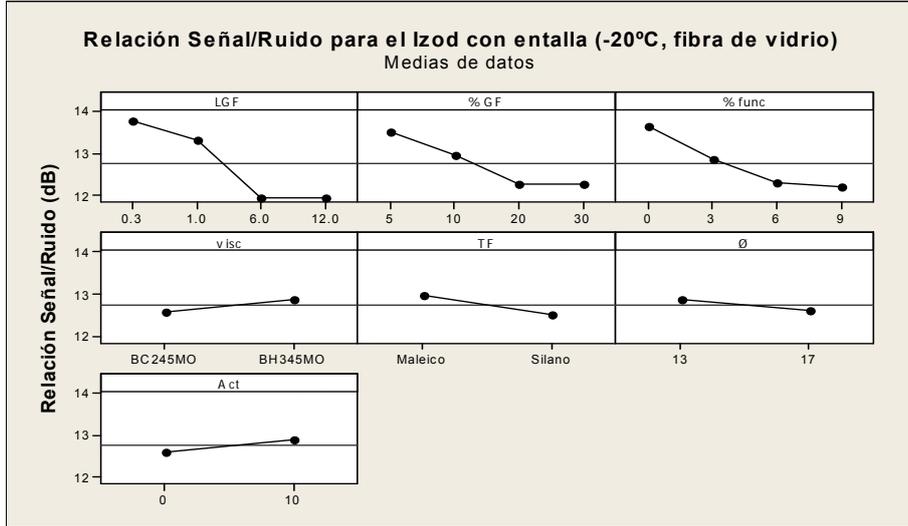


Figura 10.33: Estudio de la Señal/Ruido para el Izod en frío con entalla en compuestos de fibra de vidrio

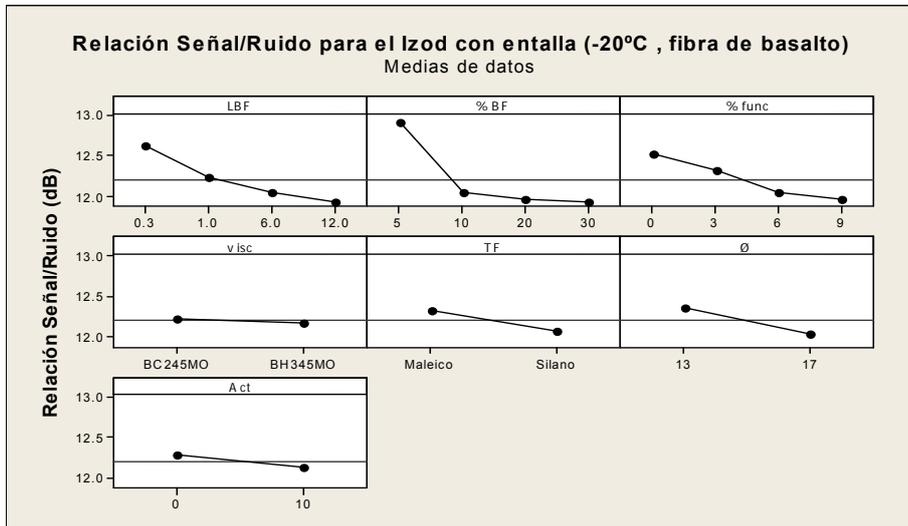


Figura 10.34: Estudio de la Señal/Ruido para el Izod en frío con entalla en compuestos de fibra de basalto

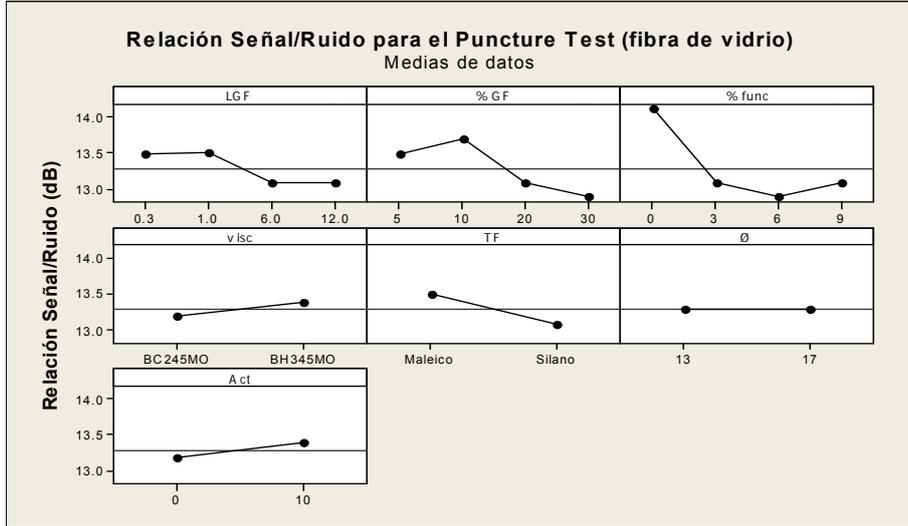


Figura 10.35: Estudio de la Señal/Ruido para el Puncture Test en compuestos de fibra de vidrio

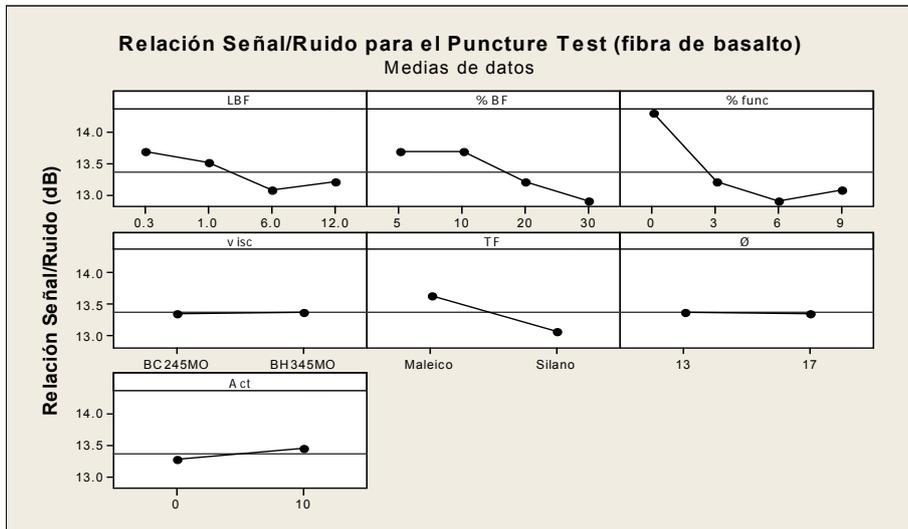


Figura 10.36: Estudio de la Señal/Ruido para el Puncture Test en compuestos de fibra de basalto

Conclusiones generales del estudio de la Relación Señal/Ruido

En la [tabla 10.V](#) se han recogido los valores de las líneas bases de todas las propiedades mecánicas estudiadas, tanto para compuestos de fibra de vidrio como para compuestos de fibra de basalto.

	E	E _{80°C}	σ_{rotura}	HDT	Izod	Izod-20°C	Puncture
GF	22.5	20.4	11.2	27.2	15	12.7	13.3
BF	20.7	13.5	9.5	27.1	14.7	12.2	13.4

Tabla 10.V: Resumen de promedio de Relación Señal/Ruido (dB)

Del estudio realizado sobre la Relación Señal/Ruido de todas las propiedades mecánicas analizadas se pueden extraer las siguientes conclusiones

- No se observan grandes diferencias (excepto en el caso del módulo elástico a temperatura ambiente) entre los valores obtenidos para el caso de fibra de vidrio y fibra de basalto.
- Los menores valores de robustez se obtienen para la tensión de rotura y para las propiedades de impacto.
- Comparando el valor de robustez de las propiedades a temperatura ambiente con la misma propiedad a otra temperatura (mayor o menor) puede apreciarse pérdida de robustez. Es decir cuanto más extrema es la condición del ensayo menor es la repetitividad que se consigue.
- En general, se repite que la mejor combinación para conseguir mayor Robustez es: longitud de fibra muy corta, porcentaje de fibra bajo y no funcionalizar la matriz polimérica. Los resultados obtenidos tienen su lógica:
 - Longitud de fibra corta: cuanto menor sea la longitud de la fibra menor será la probabilidad de que se rompa durante la transformación. Además, el material de partida es más homogéneo debido al proceso de obtención (para 0.3 mm)
 - Porcentaje de fibra bajo: la matriz polimérica es más homogénea sin fibra que con fibra, cuanto menor sea la cantidad de fibra mayor será la homogeneidad del material compuesto
 - No funcionalizar la matriz polimérica: La matriz polimérica sin funcionalizar es más homogénea que la matriz polimérica obtenida después del proceso de funcionalización.