

PRÁCTICA 1. Fabricación de probetas cerámicas y poliméricas para caracterización mecánica

1.1 Objetivos

- Fabricar ocho probetas de material cerámico y ocho poliméricas para pruebas de flexión a tres puntos para determinar la variación estadística de resistencia de materiales.
- Elaborar cuatro probetas cerámicas a partir de los moldes proporcionados, para ensayos de tenacidad a la fractura (dos para pruebas de flexión a tres puntos y otras dos para ensayos de tracción).
- Elaborar dos probetas poliméricas para ensayo a tracción para tenacidad a la fractura.
- Elaborar cinco probetas de espuma de poliuretano para ensayos a compresión.
- Fabricar tres probetas poliméricas para ensayo en el microscopio de fuerza atómica (AFM).
- Maquinar cinco probetas de madera con dirección paralela al grano y cinco con dirección perpendicular al grano.
- Construir cinco probetas de un material compuesto de fibra de bambú y matriz de resina epóxica.

1.2 Introducción

Para obtener datos específicos de algún material es necesario someter muestras a diferentes pruebas, sin embargo, cada una exige normas y especificaciones para obtener resultados confiables. El principal objetivo de someter las probetas a diferentes condiciones es la obtención de información a partir de la respuesta del material al ser perturbado por una señal, esto ayuda a medir sus propiedades y así valorar su utilidad en diversas aplicaciones. Para la elaboración de este manual de prácticas se siguieron procedimientos normalizados por la American Society for Testing and Materials (ASTM) para obtener resultados confiables.

En esta práctica se fabrican todas las probetas que se van a utilizar a lo largo del curso, con lo que el alumno conocerá algunos de los procesos de fabricación y conformado de materiales cerámicos, poliméricos y compuestos, y aprenderá los cuidados al fabricar probetas para caracterización mecánica.

El motivo por el cual las probetas se fabrican al inicio está asociado con el tiempo de fraguado que presenta el material cerámico y el polimérico, así como, el material compuesto, y también para que en el desarrollo de cada práctica se deje de lado la fabricación de las probetas con el fin de enfocarse en una caracterización mecánica más completa.

1.3 Material y equipo por utilizar

Material (por grupo):

- 720 g de cemento gris
- 1 kg de yeso
- 1/2 kg de arenilla de mármol
- 250 ml de agua
- Placa de acrílico de 1 in de espesor
- Perfil de acrílico de 12 x 12 mm
- Barra de polietileno de 1 in de espesor
- 2 m de bambú hueco, de al menos 2 cm de diámetro
- 200 g de mezcla de resina epóxica con endurecedor (relación 100:23 en peso)
- 5 bloques de madera de 46 x 2.54 x 2.54 cm
- 5 cubos de madera de 5 cm por lado
- 2 placas de vidrio de (al menos) 20 x 7.5 cm
- 5 bolsas de polietileno de (al menos) 15 x 26 cm
- 4 lijas de madera del núm. 180
- Cinta adhesiva
- Bandeja de plástico
- Moldes de madera
- Pala de madera
- 1 kit de espuma de poliuretano para vaciado, por grupo (Presentación mínima en el mercado es de 1 kg)
- 3 hojas de acetato para la fabricación de los moldes (6 moldes)
- Bata
- Guantes de tela
- 3 vasos de unicel
- Agitador
- Lija de agua del núm. 220
- Piezas de los siguientes polímeros mínimo 20 x 20 x 18 mm:
 1. Nylamid
 2. Polietileno de alta densidad (HDPE)
 3. Polietileno de baja densidad (LDPE)

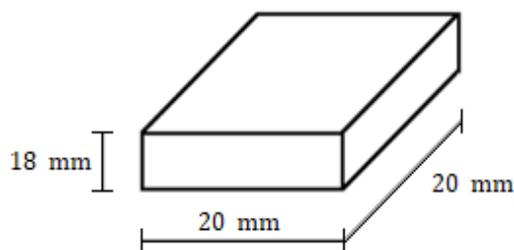


FIGURA 1.1 Dimensiones iniciales de las piezas

- 3 lijas de agua de carburo de silicio (230 x 280 mm) grados 360, 600, 1000, 1500, 2000
- Suspensión de alúmina
- Lubricante
- Paño de uso general
- Atomizador con agua
- Guantes de látex

Equipo:

- Taladro de banco
- Báscula digital
- Broca de 1/2 in
- Lima plana
- Vernier
- Segueta
- Pulidora metalográfica
- Microscopio óptico
- Microscopio de fuerza atómica

1.4 Desarrollo experimental

a) *Especificaciones de las probetas para la obtención del módulo de Weibull*

En la práctica 2 se fabricarán ocho probetas de cemento gris y ocho probetas poliméricas para la medición de la variación estadística en la resistencia de materiales (figura 1.2).



FIGURA1.2 Probetas cerámicas y poliméricas

Se elaborarán probetas rectangulares de acuerdo con las siguientes dimensiones referidas a la norma ASTM D647, para realizar ensayos de flexión a tres puntos (figura 1.3).

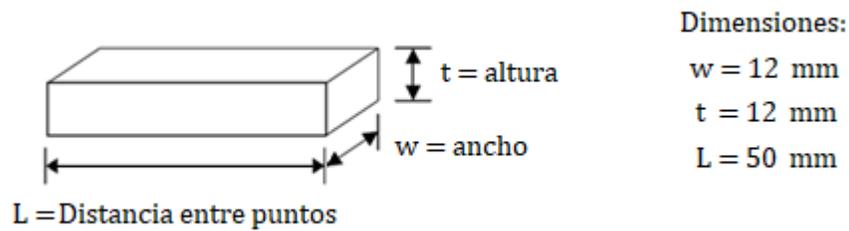


FIGURA 1.3 Dimensiones las probetas para el ensayo de flexión a 3 puntos

b) *Requerimientos de las probetas para tenacidad a la fractura*

En las figuras 1.4 y 1.5 se muestran las dimensiones de los diferentes tipos de probetas que se utilizarán para determinar el índice de tenacidad a la fractura (K_{IC}). Para el caso de la prueba de flexión a tres puntos, se deberán elaborar dos probetas cerámicas (figura 1.4), mientras que para el ensayo de tracción se fabricarán dos probetas cerámicas y dos probetas poliméricas (figura 1.5). Además, en la figura 1.6 se muestran las dimensiones de las muescas para ambas probetas.

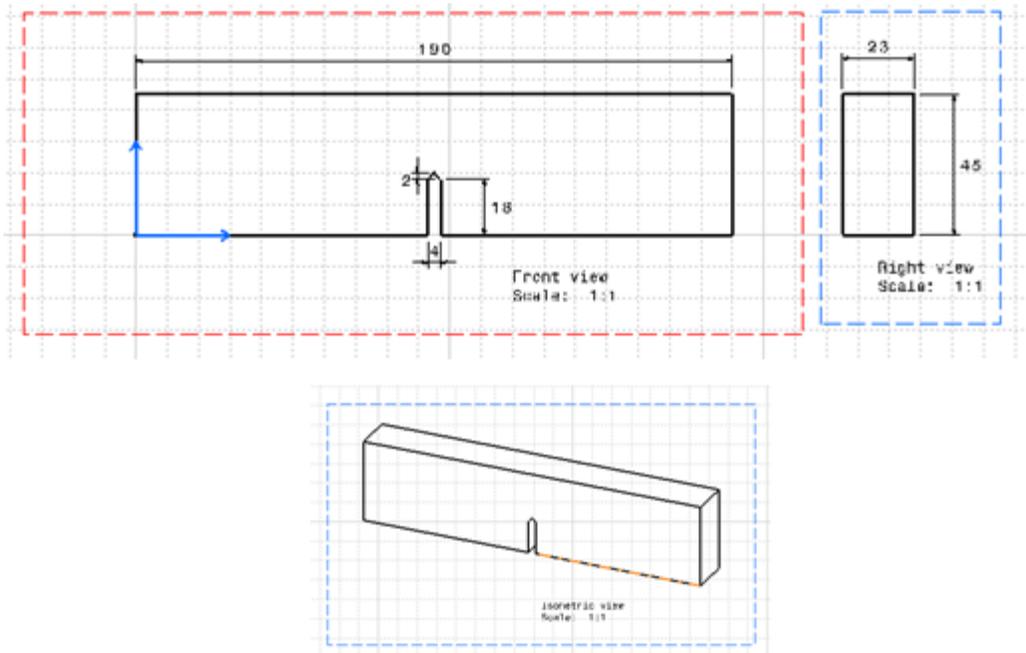


FIGURA 1.4 Dimensiones de la probeta para prueba de flexión a tres puntos

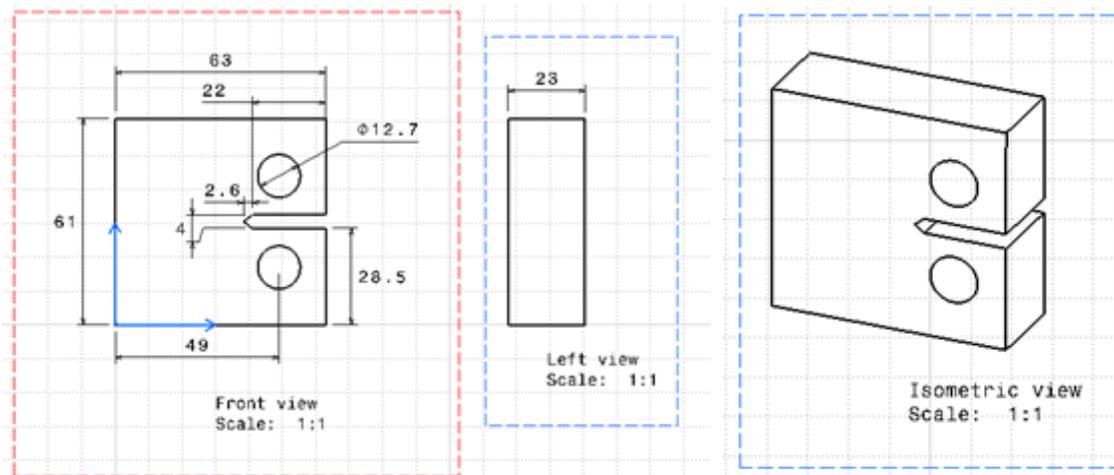


FIGURA 1.5 Dimensiones de la probeta compacta para prueba de tracción (Acot: mm)

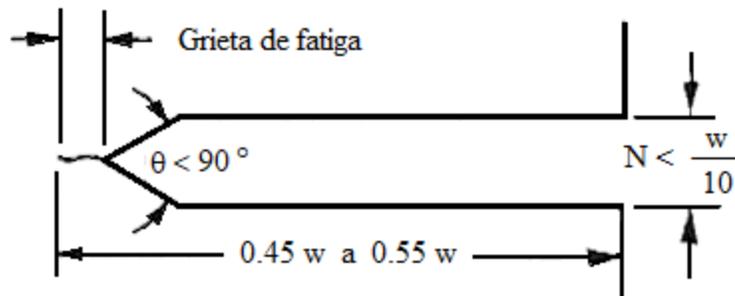


FIGURA 1.6 Dimensiones de la muesca y la grieta para el ensayo de flexión a 3 puntos y el ensayo de tracción (Acot: mm). (ASTM E399, 1997)

Nota: El valor que se propone para el tamaño de la grieta es de 1.125 mm θ

El uso de las probetas mostradas en la figura 1.4 para determinar el índice de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) se debe a la sencilla manufactura de estas respecto a otras existentes en forma de disco y de arco.

Las dimensiones de la probeta compacta fueron tomadas de una probeta patrón la cual fue hecha únicamente para la máquina universal de ensayos. Esta probeta también cumple con la norma ASTM E399 (figura 1.5).

c) *Requerimientos para las probetas de espuma de poliuretano*

En esta sección se muestran las especificaciones requeridas para la elaboración de probetas de materiales celulares que serán utilizadas en la práctica 4.

Para el caso de las probetas de espuma de poliuretano sometidas a pruebas de compresión, existe la norma ASTM D 1621-00 que establece los parámetros estándar para realizar una prueba a compresión de un sólido celular polimérico. Un parámetro importante por cubrir es el tamaño de la muestra del material que será sometido a compresión.

La muestra puede ser cúbica o cilíndrica, con una sección transversal mínima sugerida de 25.8 cm² o máxima de 232 cm². La altura mínima puede ser de 25.4 mm, con una máxima no mayor que el ancho o el diámetro de la muestra. Para el caso de esta práctica, se elaborarán probetas cúbicas de 50 mm por lado.

Se deben realizar cinco pruebas como mínimo para que sea considerado un estudio válido y los resultados sean fiables.

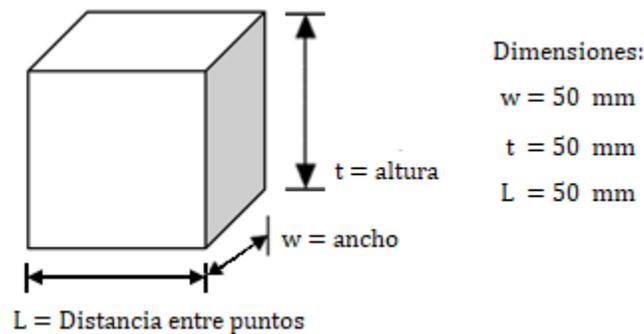


FIGURA 1.7 Dimensiones las probetas de poliuretano para el ensayo de compresión

d) *Requerimientos para las probetas de madera*

A continuación, se muestran las especificaciones que deben tener las probetas de madera sobre las que se realizarán ensayos de tracción en la práctica 10. Dichas probetas son tanto para dirección paralela al grano como para dirección perpendicular al mismo.

La norma que se usará para su fabricación es la ASTM D143-94, la cual contiene toda la información necesaria de dimensiones y métodos para la realización de ensayos mecánicos sobre distintas especies de madera. Para los fines de esta práctica, solo se abarcarán los métodos de ensayo de tracción tanto de manera paralela como perpendicular al grano.

Las cinco probetas para el ensayo de tracción paralela al grano deben tener las dimensiones y forma que se muestra en la figura 1.8, donde la longitud de cada probeta debe ser de aproximadamente 460 mm, a su vez tienen un ancho máximo de 25.4 mm y de igual forma su espesor máximo es de 25.4 mm.

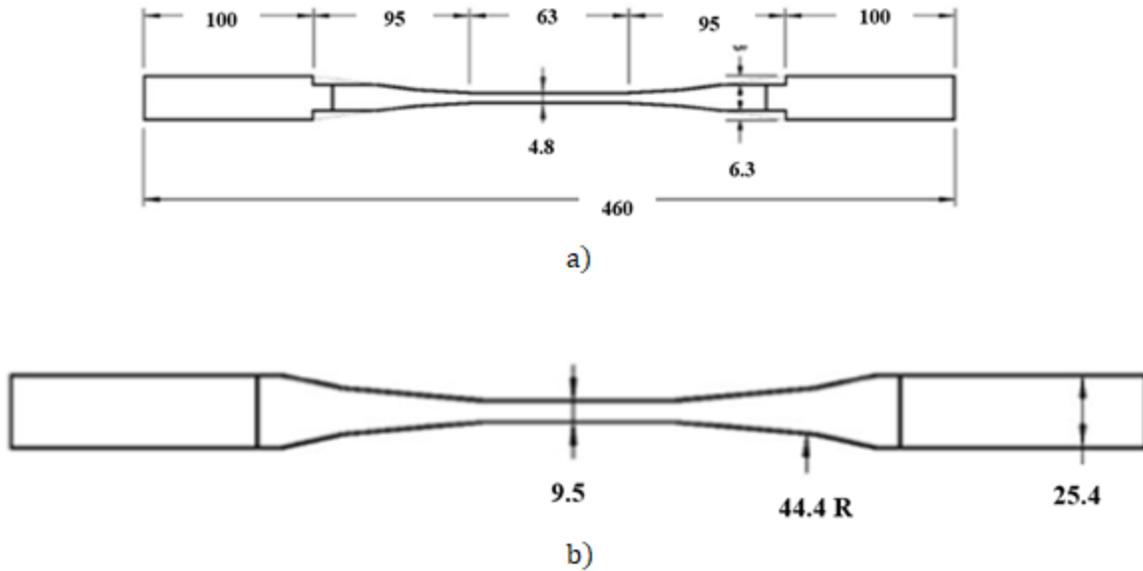


FIGURA 1.8 Dimensiones aproximadas para una probeta para ensayo de tracción paralela al grano, en madera, según la norma ASTM D143-94. a) Vista superior. b) Vista inferior (Acot: mm). (ASTM D143-94, 2000)

Para el caso de las cinco probetas perpendiculares al grano, estas tienen como base un bloque de madera de 50 mm por lado, a su vez tienen dos muescas en forma de semicilindros de 13 mm de diámetro, dichas muescas deben estar en caras del bloque paralelas entre sí. La figura 1.9 muestra las dimensiones para este tipo de probeta.

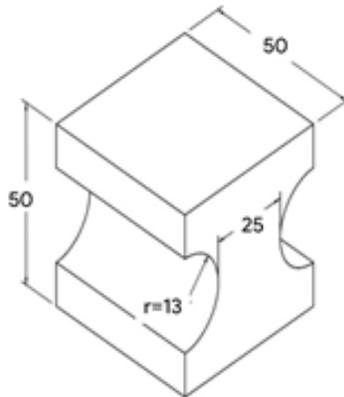


FIGURA 1.9 Dimensiones aproximadas para una probeta para ensayo de tracción perpendicular al grano en madera (Acot: mm). (ASTM D143-94, 2000)

e) *Requerimientos para las probetas del compuesto bambú-resina*

En esta sección se muestran las especificaciones que deben tener las cinco probetas del material compuesto bambú-resina, a las que se les realizará en la práctica 10 un ensayo de tracción.

Para el caso de las probetas de bambú-resina, la norma que establece la metodología de su fabricación es la ASTM D3039, la cual describe el método estándar para realizar las probetas de materiales compuestos de matriz polimérica. De manera general, la norma indica que las probetas deben construirse a partir de tomar muestras de la fibra en forma de placas, por una parte, una placa de longitud igual a la de la probeta, según indique la norma, dicha placa principal debe ser producto a su vez de placas de la fibra unidas por medio de la matriz.

Por otra parte, cuatro refuerzos o lengüetas que se colocarán en los extremos de la placa principal con la finalidad de que de estas se sujeten a la probeta por medio de las mordazas de la máquina universal. Los refuerzos y la placa principal estarán unidos por medio de la matriz polimérica que se utilice.

La placa principal cuenta con una longitud de 200 mm y un ancho de 15 mm; por otra parte, tiene 2 refuerzos pegados a cada extremo de la placa principal, dichos refuerzos tienen una longitud de 50 mm, un espesor de 1.5 mm y un ancho de 15 mm, además de contar cada uno con un bisel de 30° a 45° aproximadamente.

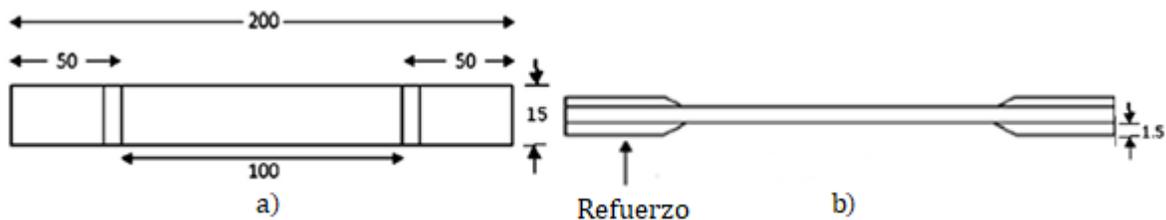


FIGURA 1.10 Dimensiones para una probeta para ensayo de tracción en bambú, según la norma ASTM D3039 a) Vista superior b) Vista lateral (Acot: mm). (Verma et al., 2014)

Cabe señalar que la placa principal de la probeta es la unión de cuatro láminas de bambú por medio de la resina que se va a utilizar, las láminas tienen 1 mm de espesor aproximadamente, y su longitud y ancho tienen las dimensiones dadas para la placa central, en la figura 1.11 se muestra lo anterior.



FIGURA 1.11 Acomodo de las cuatro láminas de la placa central de la probeta de bambú para ensayo de tracción. (Acot: mm). (Verma et al., 2013)

1.4.1 Preparación de las probetas cerámicas

a) *Probetas cerámicas para la práctica 2*

Se comenzará preparando las probetas cerámicas ya que se necesita un mayor tiempo para que fragüen. Para la fabricación de las probetas de la práctica 2, se pesarán 220 gramos de cemento gris en la báscula digital, tomando en cuenta el peso del recipiente donde se realizará la mezcla.

En el recipiente se deposita el cemento gris y se agregan 120 ml de agua, se agita con una pala hasta obtener una mezcla con cierta fluidez. Posteriormente, la mezcla se deposita en el molde proporcionado en el laboratorio.

Una vez depositada la mezcla en el molde se agita horizontalmente y se golpean los laterales del molde para liberar burbujas de aire y, posteriormente, dejarlas fraguar. Hasta que el material fragüe, se desmoldan, (figura 1.12).



FIGURA 1.12 Probetas cerámicas

b) *Probetas cerámicas para la práctica 3*

Se fabricarán cuatro probetas, dos con las dimensiones para la prueba de flexión a tres puntos (figura 1.4) y las otras dos probetas para el ensayo a tracción (figura 1.5).

A continuación, en la tabla 1.1 se muestra la cantidad de yeso, arenilla de mármol, cemento y agua para cada probeta.

TABLA 1.1 Cantidades de cada componente

Probeta	Yeso	Cemento	Arenilla de Mármol	Agua
De flexión (1)	220 g	90 g	60 g	70 ml
De flexión (2)	200 g	90 g	80 g	90 ml
Compacta (1)	115 g	60 g	----	50 ml
Compacta (2)	95 g	60 g	40 g	60 ml

Estos materiales se eligieron debido a que son frecuentemente utilizados en la construcción, por lo que es importante conocer su valor de tenacidad a la fractura. Las dimensiones propuestas de las probetas se presentan en las figuras 1.4 y 1.5.

Para preparar las probetas, se deben mezclar los componentes hasta que sea obtenga una solución homogénea, es decir, que no presenten grumos. Posteriormente, verter las mezclas en los moldes y esperar a que fragüen. Antes de vaciar la mezcla a los moldes, se debe untar aceite de motor con una brocha pequeña para evitar que se pegue la mezcla en los moldes de madera.

Se debe poner mucha atención una vez que se haya vaciado la mezcla, ya que el yeso tiene la característica de fraguar muy rápido y solo da tiempo de manipulación alrededor de 1 minuto antes de que empiece a endurecer.

Se recomienda dejar pasar cuando menos una semana para realizar el ensayo de tracción y de flexión, ya que, si se realiza antes de este tiempo, las probetas se desmoronarían porque aún se encuentran frescas y el cemento no se ha endurecido del todo. Al día siguiente del vaciado, se desmoldarán para que puedan secar de forma correcta, ya que, si se quedan en el molde, solo hay una cara de la probeta en contacto con el ambiente.

Pasada una semana, a las probetas compactas se les harán dos agujeros con la broca de 1/2 in en la posición mencionada en la figura 1.5. Después, a ambas probetas cerámicas se les hará un corte con la segueta para generar la grieta.

En la figura 1.13 se muestran las probetas recién hechas una vez vaciada la mezcla.



FIGURA 1.13 Probetas cerámicas

1.4.2 Preparación de las probetas poliméricas

a) Probetas poliméricas para la práctica 2

Para la realización de las ocho probetas de acrílico, se requerirá del perfil de acrílico para obtener las ocho probetas de 7 cm de longitud, esto con la ayuda de una segueta, (figura 1.14).



FIGURA 1.14 Probetas cerámicas y poliméricas

b) Probetas poliméricas para la práctica 3

Se fabricarán dos probetas poliméricas, una probeta compacta de acrílico y la otra de polietileno.

De la misma forma que los materiales cerámicos, estos materiales poliméricos se eligieron debido a que son frecuentemente utilizados en la construcción y en el diseño de numerosas piezas. Las probetas poliméricas se cortarán y maquinarán con las dimensiones de la figura 1.5.

Para las probetas poliméricas, se cortan las placas de acrílico y polietileno con la segueta de acuerdo con las medidas mostradas en la figura 1.5. Una vez cortadas, se llevarán al taladro de banco para hacer los agujeros usando la broca de 1/2 in. Después, realizar la muesca con la ayuda de la segueta. Finalmente, con la lima plana mejorar el acabado en los cortes hechos con la segueta, (figura 1.15).



FIGURA 1.15 Probetas cerámicas y poliméricas

c) *Probetas poliméricas para la práctica 9*

1. Fabricar probetas

Se cortarán probetas rectangulares a partir de secciones aleatorias de cada material, de tal forma que se consigan las siguientes dimensiones:

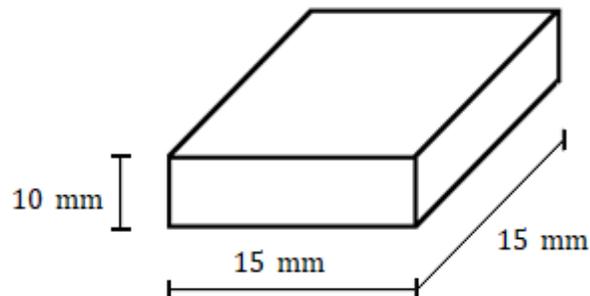


FIGURA 1.16 Dimensiones de las probetas

2. Preparación de lijas

Se recortarán las hojas de agua de tal forma que alcancen a cubrir la mayor superficie del plato rotatorio de la pulidora que se desee utilizar.

3. Lijado

Se debe seleccionar la superficie con mejor acabado superficial de las probetas para llevar a cabo el lijado sobre estas. Las lijas de agua se utilizarán siguiendo un orden de grado y velocidad angular del plato rotatorio de la pulidora. Se pasará al siguiente grado únicamente si las líneas del acabado anterior han desaparecido. Será necesario lubricar con agua las lijas y, de esta forma, el carburo de silicio logrará un mejor acabado sobre la superficie de cada pieza. Se colocará la pieza de tal manera que las líneas de rayado se encuentren paralelas a una de las aristas de la pieza y al cambiar de hoja, la pieza sea rotada 90°, el rayado consecuente, será perpendicular.

Con lo anterior será más sencillo distinguir la eliminación de las líneas anteriores, así como las direcciones en el AFM.

Se utilizará el microscopio óptico para garantizar que la superficie sea nominalmente plana al migrar de grado de lija, es decir, garantizar que la superficie sea rayada homogéneamente y las líneas cuenten con la misma profundidad (Eaton, 2010).

A continuación, se muestran las especificaciones según el material con el cual se esté trabajando:

TABLA 1.2 Especificaciones Nylamid

Orden	Grado	Velocidad angular [rpm]
1	360	150
2	600	135
3	1000	120
4	1500	110
5	2000	100

Para los materiales restantes, será necesario además de los grados de hoja empleados para lijar el *Nylamid*, utilizar lo siguiente:

TABLA 1.3 Especificaciones polietileno de alta y baja densidad

Orden	Grado	Velocidad angular [rpm]
6	1200	90
7	1500	80
8	2500	70

4. Pulido

El desbaste de la superficie después de lijar se llevará a cabo con ayuda del paño, la solución de alúmina y el lubricante. Se colocará la pieza de forma que las líneas de lijado se encuentren perpendiculares a las que marcará el paño.

Al inicio del pulido, se rociará lubricante sobre el paño y sobre él se aplicará una pequeña cantidad de alúmina en la sección del paño sobre el cual se trabajará, agregando alúmina aproximadamente cada dos minutos hasta que se consiga eliminar las líneas del lijado. Será necesario que al aplicar de nuevo la suspensión de alúmina y al sentir que la fricción entre el paño y la pieza aumenta, se aplique lubricante de tal manera que el paño permanezca húmedo. La suspensión de alúmina cristaliza rápidamente por lo que la falta de lubricación o su aplicación en exceso sobre superficies del paño puede modificar la superficie de la pieza, causando daños en la superficie.

A continuación, se muestran las especificaciones para los diferentes materiales:

TABLA 1.4 Especificaciones Nylamid

Suspensión y lubricante	Paño	Velocidad angular [rpm]
Alúmina	estándar	80

TABLA 1.5 Especificaciones polietileno de alta y de baja densidad

Suspensión y lubricante	Paño	Velocidad angular [rpm]
Alúmina	estándar	60

1.4.3 Preparación de las probetas de espuma de poliuretano

Basándose en la norma ASTM D 1621-00, las medidas de la probeta por realizar para la práctica 4, son de 5 cm x 5 cm x 5 cm, es decir, de 125 cm³, por lo cual se debe realizar un molde con dichas medidas.

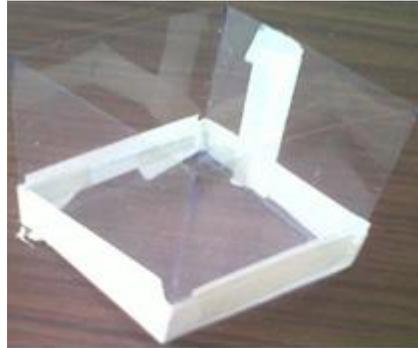


FIGURA 1.17 Molde de acetato

Nota: El molde debe ser preferentemente de un polímero para evitar la adhesión de la espuma con él, esto facilitará su desmolde.

Una vez realizados los moldes, con la ayuda de dos vasos de unicel y de la báscula, se verterán 5 gramos del componente A y 5 gramos del componente B en los vasos, respectivamente. Después, se vaciará el contenido de los vasos en el vaso restante, con ayuda del agitador se deben mezclar vigorosamente los componentes entre 10 y 20 segundos, hasta que alcancen un color beige con una consistencia cremosa. Alcanzado este punto, verter la mezcla en el molde para que comience a espumar, lo cual tarda entre 1 y 2 minutos (este molde será de prueba, para ver si se llenó completamente).



FIGURA 1.18 Reacción espumante de los componentes A y B

Nota: Si el molde no se llenó adecuadamente, es posible que se requiera añadir 2 o 4 gramos más de cada componente, ya que entre cada vaciado existen pérdidas, las cuales afectan al producto final.

Desmoldar las muestras con cuidado (puede ser que debido a la reacción del espumante y al material del molde, las probetas tengan un acabado irregular, para ello con ayuda de una lija de agua se corregirán las imperfecciones).

Nota: Se deberán aplicar los pasos anteriores para fabricar cinco probetas.



FIGURA 1.19 Probetas terminadas, listas para ser sometidas a compresión

1.4.4 Preparación de las probetas de madera

Como muestran las figuras 1.10 y 1.11, las probetas de madera poseen una geometría compleja de realizar por medio de métodos manuales, por lo que se sugiere fabricarlas por medio de métodos de maquinado de control numérico (CNC).

La fabricación de las probetas paralelas al grano debe realizarse cuidando que tengan las fibras de la madera paralelas a su eje principal, lo cual puede corroborarse ubicando los anillos de crecimiento anual en el trozo de madera en que se maquina cada probeta. Cabe señalar que la norma señala que deben de evaluarse por lo menos cinco probetas en el ensayo. En caso de ser necesario, se puede utilizar la lija para quitar protuberancias antes realizarlo. La figura 1.20 muestra la orientación de las fibras de la madera en una probeta para este tipo de ensayo, comparándola con un trozo de madera que muestra algunos anillos de crecimiento.

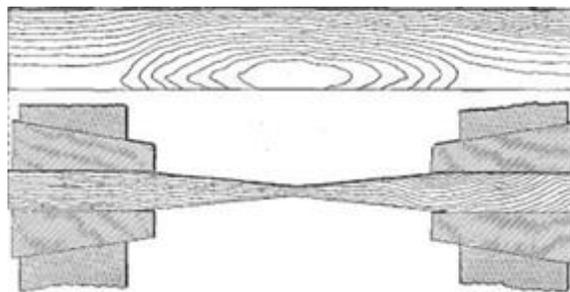


FIGURA 1.20 Distribución de las fibras de la madera en la probeta para ensayo de tracción y su comparación con los anillos de crecimiento de un trozo de madera, (Record, 2004)

Al contrario de las probetas anteriores, en las probetas perpendiculares al grano, se debe procurar que las fibras de la madera estén de manera perpendicular a la dirección en la que se aplicará la carga, es decir, las fibras deben ser paralelas a los ejes de las muescas semicilíndricas de la probeta.

1.4.5 Preparación de las probetas de bambú-resina

Para las probetas de bambú-resina, es necesario cortar las láminas que conformarán la placa principal utilizando una segueta, dicho corte se realizará en dirección paralela a las fibras, donde se tomará la sección más favorable del área circular del bambú, de tal forma que sea posible obtener las láminas con el ancho requerido, según la norma, por lo que la especie de bambú a utilizar debe tener por lo menos un diámetro de 2 cm, aproximadamente, para manejar un margen de tolerancia aceptable.

Si la especie de bambú tiene un espesor mayor a 1 cm en su sección transversal, se recomienda utilizar la zona intermedia de dicha especie, de tal manera que sea posible obtener el ancho deseado en las probetas. La figura 1.21 muestra las posibles zonas donde se pueden obtener las láminas para la placa principal dentro de una porción de la sección transversal, donde la zona intermedia es la ideal.

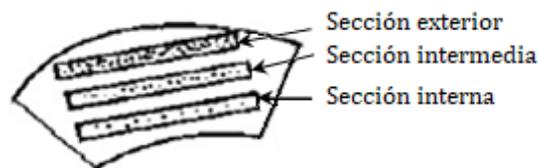


FIGURA 1.21 Zonas para la obtención de las láminas de la probeta de dentro de la sección transversal del bambú. (Verma et al., 2013)

Las láminas que se hayan obtenido se afinarán con la ayuda de una lija de madera del 180, de tal forma que tengan el espesor deseado de 1 mm aproximadamente, de igual forma el resto de las dimensiones dadas, esto mismo debe realizarse en los refuerzos, con las dimensiones antes establecidas, y para realizar el bisel que les corresponde. Posteriormente, usando resina epóxica con endurecedor, se genera la mezcla donde ambas estarán en una relación de 100:23 en peso. Una vez hecha la solución, aplicarla entre las láminas y los refuerzos hechos, con ayuda de una brocha para generar la probeta deseada. Se debe dejar fraguar la probeta por lo menos 24 horas.

El número mínimo de probetas que se recomienda fabricar es de cinco, esto con la finalidad de tener un margen de tolerancia aceptable entre los resultados a obtener. Al generarse este número de probetas se usarán las placas de vidrio colocando las probetas entre ellas, acomodándolas de manera subsecuente a lo largo de las placas; posteriormente, se sellarán con la cinta adhesiva con la finalidad de dejar que fragüen el tiempo antes indicado. Se debe cubrir cada probeta fabricada con bolsas de polietileno para evitar que se unan entre sí debido al adhesivo.

La figura 1.22 a) muestra una fotografía de la unión de las láminas de bambú junto con la mezcla polimérica. La figura 1.22 b) muestra la colocación de las probetas realizadas en las placas de vidrio.



FIGURA 1.22 a) Unión de las láminas de bambú con la resina epóxica en la probeta para ensayo de tracción. b) Colocación subsecuente de las probetas en las placas de vidrio. (Verma et al., 2013)

1.5 Actividades para el alumno

1. De acuerdo para el porcentaje de aglutinante de las probetas cerámicas, indique qué tipo de mezcla se obtuvo en cada probeta.
2. Al someter las probetas a los ensayos de flexión ¿qué sucede si la mezcla tiene poco aglutinante?
3. ¿Qué pasa si tiene mucho aglutinante?
4. ¿El maquinado de las probetas influye en los resultados de pruebas de flexión y tracción?
5. Cuando vaya a realizar el ensayo de tracción en las probetas de madera, ¿explique cómo la dirección de las fibras afectará en los resultados?
6. Para las probetas del material compuesto bambú-resina, explique cómo la matriz (resina epóxica) afecta las propiedades mecánicas del bambú.
7. Para las probetas de espuma de poliuretano, explique qué tipo de reacciones se llevan a cabo para su generación.
8. ¿Qué pasaría si se agregará una mayor cantidad de alguno de los componentes A o B?
9. ¿Cómo cree que la porosidad afecte las propiedades del material?

10. ¿Por qué debe obtenerse una superficie nominalmente plana para las probetas que se ensayan en el microscopio de fuerza atómica?
11. ¿Por qué se utiliza lubricante al pulir con alúmina las probetas empleadas para obtener el coeficiente de fricción?

1.6 Bibliografía

- [1] Eaton, Peter y West, Paul. *Atomic Force Microscopy*. Oxford University Press. EUA, 2010.
- [2] González Benito, Javier. *Introducción a las técnicas de caracterización*. Universidad Carlos III de Madrid, 2008.
- [3] Record, Samuel J. "The mechanical properties of wood". *Identification of the economic woods of the United States*, 2004.
- [4] Verma C.S. y Chariar V.M. *Stiffness and strength analysis of four layered laminate bamboo composite at macroscopic scale*. Composites: Part B 45. Elsevier. India. 2013.
- [5] Norma ASTM C293, *Standard Test Method for Flexural Strength of Concrete*, 2002.
- [6] Norma ASTM D647, *Practice for Design of Molds for Test Specimens of Plastic Molding Materials*, 1994.
- [7] Norma ASTM E399, *Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Fragile Materials*, 1997.
- [8] Norma ASTM D143-94, *Standard test methods for small clear specimens of timber*, 2000.
- [9] Norma ASTM D3039, *Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials*, 2000.

PRÁCTICA 2. Medición de la variación estadística en la resistencia de materiales

2.1 Objetivos

- Realizar pruebas de flexión en las probetas elaboradas en la práctica 1.
- Obtener la medición de la variación estadística en la resistencia de materiales cerámicos y poliméricos mediante el modelo de Weibull.
- Comparación de la variación estadística entre el material cerámico y polimérico.

2.2 Introducción

Los materiales cerámicos presentan defectos, los cuales reducen la resistencia a tracción del material. Dichos defectos se generan durante su fabricación y se presentan en diferentes tamaños, por esta razón, la resistencia a la fractura de los cerámicos tiene valores dispersos, es decir, piezas que se fabrican con el mismo material pueden fallar a distintas magnitudes de fuerza aplicada.

Sin importar la temperatura a la que se encuentren los cerámicos (cristalinos y no cristalinos) siempre se fracturan antes de que ocurra alguna deformación plástica en respuesta a cualquier carga de tracción.

La fractura se origina debido a la formación y propagación de fisuras en dirección perpendicular a la carga aplicada en un área definida. El crecimiento de grietas ocurre a través de los granos y de los planos cristalográficos. La resistencia a la fractura de los cerámicos está en función de la presencia de defectos en el material, ya que estos fungen como concentradores de esfuerzos, siendo fisuras muy pequeñas superficiales o internas.

2.3 Material y equipo por utilizar

Material (por grupo):

- Probetas cerámicas y poliméricas para pruebas de flexión a tres puntos (medición de la variación estadística en la resistencia de materiales), elaboradas en la práctica uno.

Equipo:

- Máquina de pruebas universal y aditamentos necesarios para realizar las pruebas.

2.4 Desarrollo experimental

- *Especificaciones de probetas*

Se utilizarán probetas rectangulares de acuerdo con las siguientes dimensiones referidas a la norma ASTM D647.

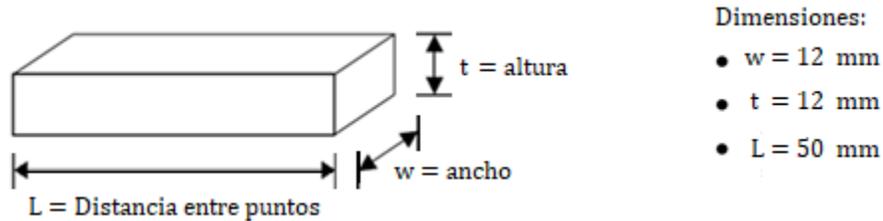


FIGURA 2.1 Dimensiones de las probetas

- *Pruebas mecánicas*

Las pruebas de flexión se realizarán en una máquina universal. Con los accesorios instalados en la máquina se coloca la probeta manteniendo la distancia entre puntos, L = 50 mm.



FIGURA 2.2 Las probetas deben colocarse con una distancia entre puntos de 50 mm y hacer ajuste con la perilla de la máquina universal para evitar la aplicación de precargas a) probeta de cemento gris. b) probeta de acrílico

- *Obtención de datos para distribución de Weibull*

El modelo matemático que describe la fractura de materiales cerámicos utilizando la distribución de Weibull es:

$$F = 1 - \exp \left[-V_E \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right]$$

Donde:

F – Probabilidad de fractura del material ($F = 0$ No hay fractura, $F = 1$ sí hay fractura).

V_E – Volumen efectivo. Es el volumen equivalente al que debería someterse el material en una prueba de tensión para que falle de manera similar en el ensayo a flexión. Para materiales cerámicos de alta densidad el volumen efectivo es 1.

σ – Esfuerzo producto de la carga sobre el material.

σ_0 – Esfuerzo característico. Es una propiedad sin significado del material, determina que tan elevados o bajos son los valores de la distribución de esfuerzos. Se define como el esfuerzo uniforme para el cual la probabilidad de falla es 0.6321.

m – Módulo de Weibull. Define qué tan dispersa es la distribución de esfuerzos. A mayor valor de m , menor es el intervalo de esfuerzos para los cuales existe probabilidad de fractura.

Ahora, se ajustan los esfuerzos de fractura de modo que cumplan con la ecuación de Weibull, es decir, se obtienen los valores de V_E , σ_0 y m .

El ajuste se realiza de la siguiente manera:

$$F = 1 - \exp \left[-V_E \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right]$$

Linealizando se obtiene la ecuación:

$$\ln V_E + m \ln \sigma - m \ln \sigma_0 = \ln \left(\ln \left[\frac{1}{1-F} \right] \right)$$

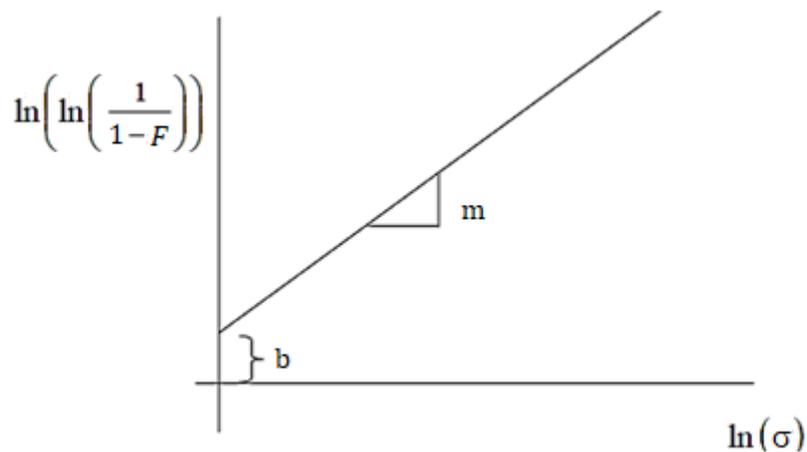
Si se separa

$$x = \ln \sigma \quad (1)$$

$$y = \ln \left(\ln \left[\frac{1}{1-F} \right] \right) \quad (2)$$

$$b = \ln V_E - m \ln \sigma_0 \quad (3)$$

Por lo tanto, el modelo lineal se expresa como la ecuación de una línea recta.



2.5 Actividades para el alumno

1. Anotar en la siguiente tabla los valores obtenidos de los ensayos realizados utilizando la siguiente ecuación.

$$\sigma = \frac{3PL}{2wt^2}$$

Donde

P = Fuerza de fractura (N)

L = Distancia entre puntos (m)

w = Ancho de probeta (m)

t = Altura de probeta (m)

TABLA 2.1 Resultados obtenidos durante el ensayo

Ensayo	Fuerza de fractura (N)	w (mm)	t (mm)	L (mm)	σ (MPa)
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

2. Obtener el valor de probabilidad a la fractura teórica con la siguiente fórmula y llenar la tabla 2.2.

Se ordenan los esfuerzos de menor a mayor y se asigna un número i a cada muestra. Si algún esfuerzo está repetido, el valor se descarta.

$$F = \frac{i - 0.5}{N}$$

Donde N es el número total de valores de esfuerzos.

TABLA 2.2 Cálculo de F teórica

σ (MPa)	i	F
	1	
	2	
	3	
	4	
	5	
	6	
	7	
	8	

3. Con las ecuaciones (1), (2) y (3), se completa la tabla 2.3:

TABLA 2.3 Cálculo de x , y de la gráfica

σ (MPa)	F	$x = \ln \sigma$	$y = \ln \left[\ln \left[\frac{1}{1 - F} \right] \right]$

4. Haciendo una regresión lineal, se obtienen los valores de la pendiente y la ordenada al origen:

$$y = mx + b$$

Donde m = Módulo de Weibull

5. Obtener el esfuerzo característico σ_0 . Considerando que $\sigma = \sigma_0$

$$F = 0.6321$$

6. Obtener el volumen efectivo V_E .

7. Anotar en la tabla 2.4 los valores obtenidos utilizando la siguiente ecuación:

$$F = 1 - \exp \left[-V_E \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right]$$

TABLA 2.4 Resultados de F teórica y F experimental

σ (MPa)	F (Experimental)	F (Teórica)

8. Construir la curva probabilidad de fractura F vs. σ tanto experimental como teórica para el polímero y cerámico, respectivamente.
9. ¿Cuáles son los factores que ocasionan la diferencia entre los resultados experimental y teórico?
10. ¿A partir de los resultados experimentales, qué material presenta menor dispersión de la distribución de esfuerzos? ¿El resultado es lógico?
11. Describa el comportamiento de ambas gráficas y qué significa.

2.6 Bibliografía

- [1] Smith, William F. *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de los materiales*, 3ª edición, Mc Graw Hill, 1999.
- [2] Askeland, Donald R. *Ciencia e ingeniería de los materiales*, 4ª edición, Thompson, 1998.
- [3] Norma ASTM C293. *Standard Test Method for Flexural Strength of Concrete*, 2002.
- [4] Norma ASTM D647. *Practice for Design of Molds for Test Specimens of Plastic Molding Materials*, 1994.

PRÁCTICA 3. Tenacidad de fractura K_{IC}

3.1 Objetivos

- Determinar el índice de tenacidad a la fractura (K_{IC}) de cada material.
- Conocer la importancia de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) en diferentes materiales.

3.2 Introducción

La *tenacidad* es una medida de la cantidad de energía que un material puede absorber antes de que se fracture. Esta propiedad es de importancia en ingeniería cuando se considera la habilidad del material para soportar un impacto sin fracturarse. Uno de los métodos más simples de medida de la tenacidad es mediante un aparato de pruebas de impacto. En la figura 3.1 se muestra un diagrama esquemático de una máquina de impacto.

La forma más común de uso de este aparato es situar una muestra con entalla en V Charpy (mostrado en la parte superior de la figura 3.1) a través de las mordazas paralelas de la máquina. En la prueba de impacto se lanza un pesado péndulo desde una altura conocida, que golpea la muestra en su trayectoria descendente, fracturándolo. Mediante el conocimiento de la masa del péndulo y de la diferencia entre su altura inicial y final, se mide la energía absorbida por la fractura. La figura 3.2 muestra el efecto relativo de la temperatura en la energía de impacto de algunos tipos de materiales.

Este ensayo de impacto se utiliza para determinar el intervalo de temperaturas para la transición de un comportamiento dúctil a frágil de los metales y aleaciones.

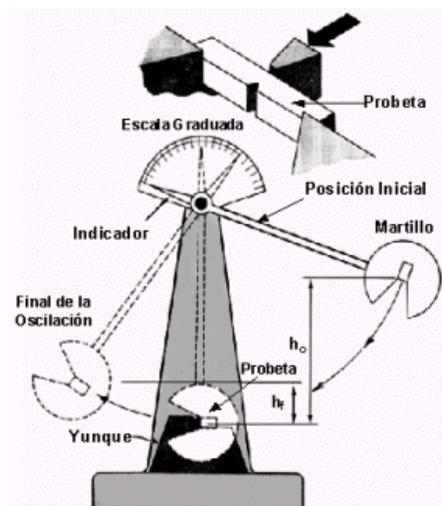


FIGURA 3.1 Dibujo esquemático de un aparato de ensayos estándar de impactos. (Hayden et al., 1965)

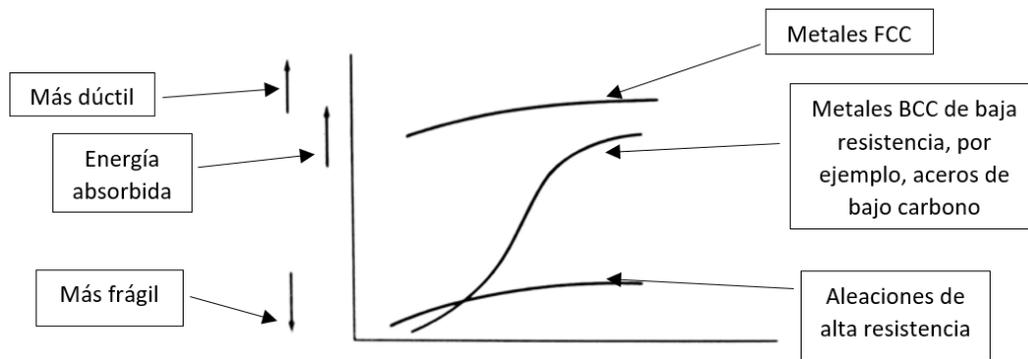


FIGURA 3.2 Efecto de la temperatura sobre la energía absorbida del impacto por diferentes tipos de materiales. (Smith, 1999)

Índice de tenacidad de fractura

En años recientes, se ha invertido un gran esfuerzo en la medición de la naturaleza de los fallos de los materiales. El término mecánica de fractura ha provocado el análisis general del fallo de materiales estructurales con defectos preexistentes. Este estudio se concentrará en una propiedad del material que es el parámetro de la mecánica de fractura más ampliamente utilizado. La tenacidad a la fractura se representa por el símbolo K_{IC} y es el valor crítico del factor de intensidad de esfuerzos en el frente de una grieta necesario para producir el fallo catastrófico bajo una carga uniaxial. El subíndice “I” hace referencia a una carga modo I (uniaxial) y “C” hace referencia a crítico. En general, el valor de la tenacidad de fractura viene dado por

$$K_{IC} = Y \sigma_f \sqrt{\pi a} \quad (3.1)$$

Donde Y es un factor geométrico adimensional de orden de la unidad, σ_f es la tensión total aplicada en el momento de la fractura y a es la longitud de una grieta superficial. La tenacidad de fractura K_{IC} tiene unidades de $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. La tabla 3.1 proporciona los valores correspondientes a diversos materiales. Debe tenerse en cuenta que K_{IC} está asociado a condiciones de deformación plana, en las que el ancho de la probeta es relativamente grande en comparación con las dimensiones de la probeta en general. En el caso de probetas delgadas (condiciones de esfuerzo plano), la tenacidad de fractura se denomina K_C y es función del espesor de la probeta. Cuando el espesor es $> 2.5 (K_{IC}/\sigma_y)^2$, generalmente prevalecen las condiciones de deformación plana.

El concepto microscópico de tenacidad indicado por K_{IC} es coherente con el que ponen de manifiesto las medidas macroscópicas de los ensayos de tracción e impacto. Los materiales muy frágiles, con poca o ninguna capacidad de deformación plástica en las vecindades del frente de una grieta, tienen valores bajos de K_{IC} y presentan fallos catastróficos. Por el contrario, las aleaciones de elevada ductilidad experimentan una deformación plástica importante previa a la fractura tanto a escala microscópica como a la macroscópica.

TABLA 3.1 Valores típicos de tenacidad (K_{IC}) para distintos materiales. Shackelford, 1999)

MATERIAL	K_{IC} (MPa \sqrt{m})
Metal o aleación	
Hierro dulce	140
Acero con contenido medio de carbono	51
Aceros para rotor (A533; Disealloy)	204-214
Aceros para depósitos a presión (HY130)	170
Aceros de alta resistencia (HSS)	50-154
Fundición	6-20
Metales puros dúctiles (Cu, Ni, Ag, Al)	100-350
Be (metal hep frágil)	4
Aleaciones de Titanio (Ti-6Al-4V)	55-115
Aleaciones de Aluminio (alta resistencia-baja resistencia)	23-45
Cerámico o Vidrio	
Circona parcialmente estabilizada	9
Porcelana eléctrica	1
Alúmina	3-5
Magnesia	3
Cemento/hormigón, sin reforzar	0.2
Carburo de Silicio	3
Nitruro de Silicio	4-5
Vidrio Sódico	0.7-0.8
Polímeros	
Polietileno	
Alta densidad	2
Baja densidad	1
Polipropileno	3
Poliamidas (nylon 66)	3
ABS	4
Policarbonatos	1-2.6
Epoxy	0.3-0.5

Tenacidad en materiales poliméricos

Como en el caso de los metales, la fractura de los materiales poliméricos puede considerarse como frágil o dúctil, o intermedia entre los dos extremos. En general, se da

que en los plásticos termoestables la fractura es principalmente de forma frágil. En los termoplásticos, por otra parte, la fractura puede darse en una forma frágil o dúctil.

Si la fractura de un termoplástico tiene lugar por debajo de su temperatura de transición vítrea, entonces su forma de fractura será principalmente frágil, mientras que si la fractura tiene lugar por encima de su temperatura de transición vítrea entonces el modo será dúctil. Por ello, la temperatura afectará el modo de fractura de los termoplásticos. Los plásticos termoestables calentados por encima de la temperatura ambiente se vuelven más débiles y la fractura se da a un nivel de carga menor, pero sigue fracturándose de forma frágil, dado que la red de enlaces covalentes se mantiene a una temperatura elevada. La velocidad de deformación es también un parámetro importante en el modo de fractura de los termoplásticos; con velocidades de deformación pequeñas se favorece la falla dúctil porque una velocidad de deformación pequeña permite un realineamiento de la cadena molecular.

Tenacidad en materiales cerámicos

Los materiales cerámicos, debido a su combinación de enlaces iónico-covalentes, poseen baja tenacidad, característica inherente a su condición. Usando procesos tales como la compresión en caliente de cerámicos con aditivos y reacciones de aglutinación, se han conseguido cerámicos con mayor tenacidad (tabla 3.2).

TABLA 3.2 Propiedades mecánicas de materiales cerámicos para ingeniería (Smith, 1999)

Material	Densidad	Resistencia a la compresión		Resistencia a la tensión		Resistencia a la flexión		Tenacidad a la fractura	
	(g/cm^3)	MPa	ksi	MPa	ksi	MPa	ksi	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	$\text{ksi}\sqrt{\text{m}}$
Al_2O_3 (99%)	3.85	2585	375	207	30	345	50	4	3.63
Si_3N_4 (en caliente)	3.19	3450	500	690	100	6.6	5.99
Si_3N_4 (reacción de aglomeración)	2.8	770	112	255	37	3.6	3.27
SiC (sinterizado)	3.1	3860	560	170	25	550	80	4	3.63
ZrO_2 , 9% MgO	5.5	1860	270	690	100	8+	7.26+

Es posible la realización de ensayos de tenacidad a la fractura con probetas de materiales cerámicos para determinar valores de K_{IC} de modo similar al ensayo de tenacidad a la fractura en metales. Los valores de K_{IC} para materiales cerámicos se obtienen generalmente utilizando el ensayo de flexión en cuatro puntos con una probeta de corte sencillo o dentada en forma de U (figura 3.3).

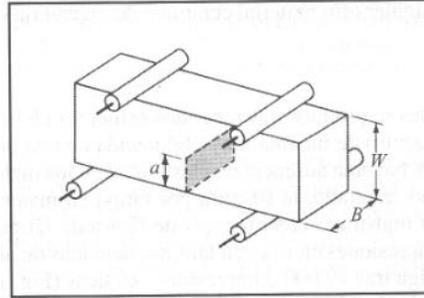


FIGURA 3.3 Preparación de un ensayo de tenacidad a la fractura mediante un ensayo de flexión en cuatro puntos de la probeta. (Smith, 1999)

En la figura 3.4 se muestra un diagrama de diversos materiales, en el cual se aprecia el valor de tenacidad a la fractura (K_{IC}) para cada material.

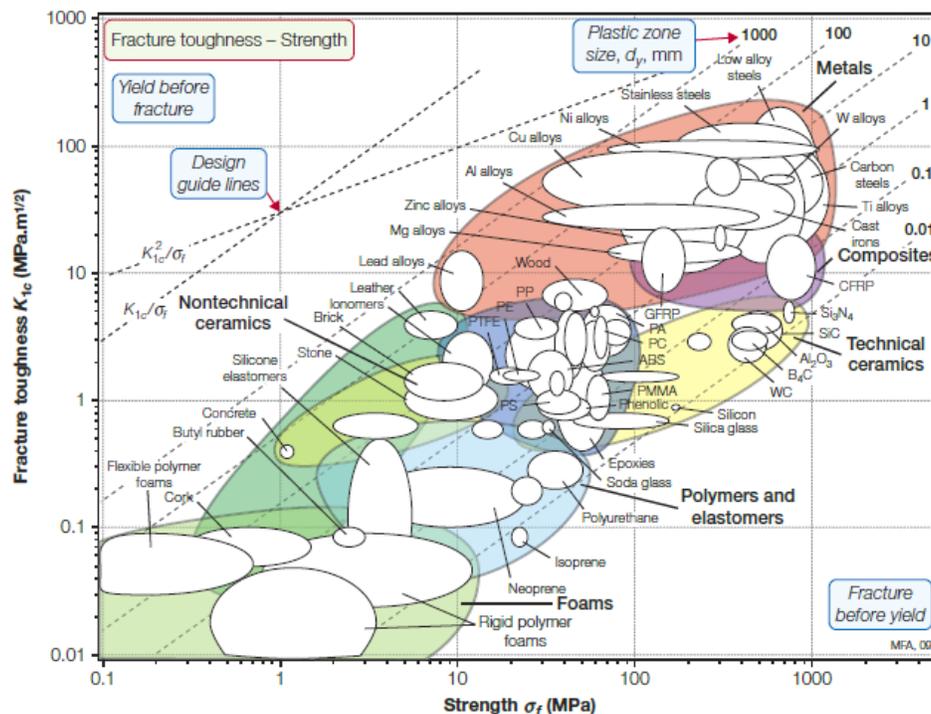


FIGURA 3.4 Tenacidad a la fractura vs Esfuerzo de cedencia. (Ashby, 2011)

Norma ASTM E 399

La propiedad K_{IC} determinada bajo la Norma ASTM E399, caracteriza la tenacidad del material a la fractura en un medio normal o en presencia de una grieta.

A continuación, en la figura 3.5 se muestran los diferentes tipos de probetas para determinar el índice de tenacidad a la fractura.



FIGURA 3.5 Diferentes tipos de probetas de la Norma ASTM E399. a) Probeta en forma de arco. b) Probeta a flexión. c) Probeta en forma de disco. d) Probeta compacta. (ASTM E399, 1997)

3.3 Material y equipo por utilizar

Material (por grupo):

- Probetas cerámicas para pruebas de flexión a tres puntos (tenacidad de fractura), elaboradas en la práctica uno.
- Probetas compactas de acrílico y polietileno para ensayo de tracción (tenacidad de fractura), elaboradas en la práctica uno.

Equipo:

- Máquina de pruebas universal y aditamentos necesarios para realizar las pruebas.

3.4 Desarrollo experimental

- *Especificaciones de las probetas*

A continuación, se presentan en las figuras 3.6 y 3.7 las dimensiones de los diferentes tipos de probetas que se utilizarán para determinar el índice de tenacidad a la fractura (K_{IC}), además, se muestran en la figura 3.8 las dimensiones de las muescas para ambas probetas.

Requerimientos para el ensayo de flexión a 3 puntos:

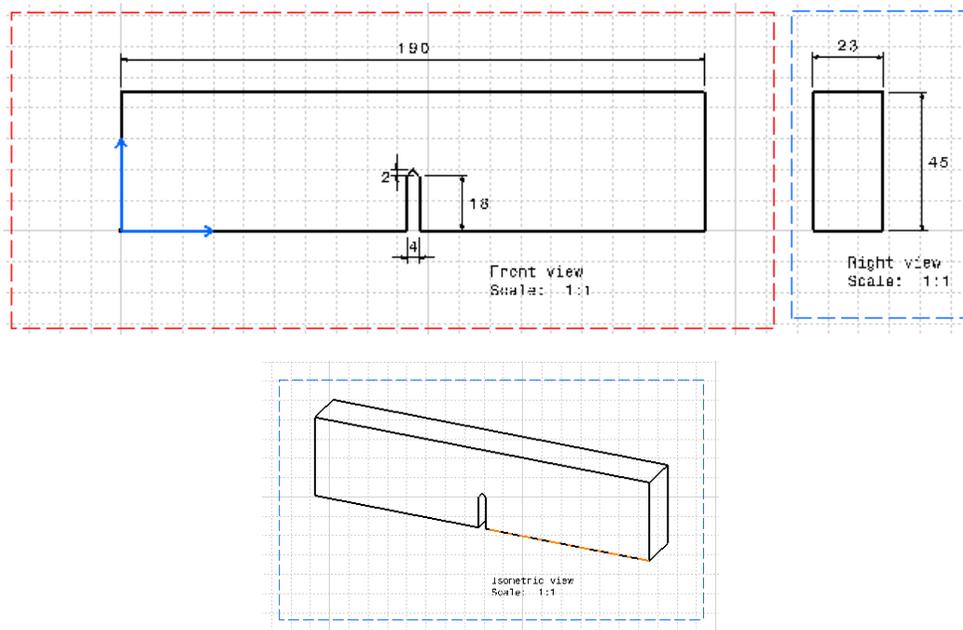


FIGURA 3.6 Dimensiones de la probeta a flexión

Requerimientos para el ensayo de flexión a tracción:

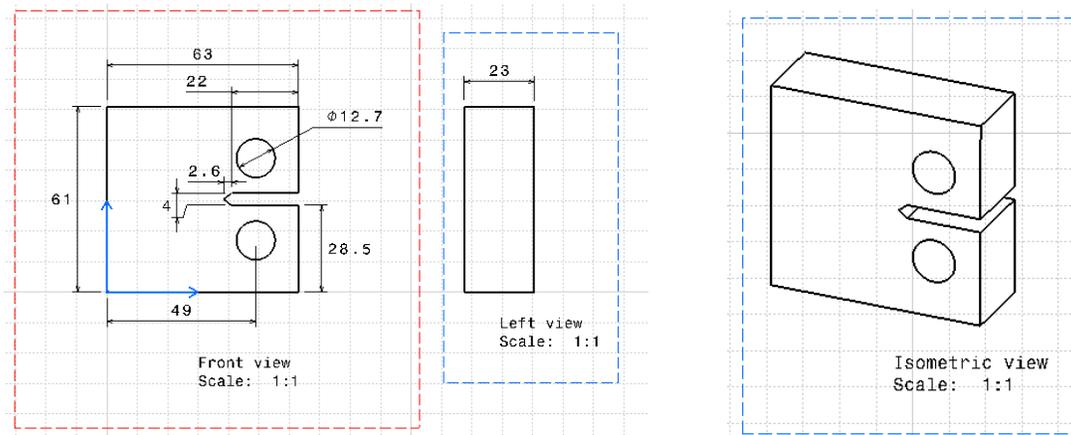


FIGURA 3.7 Dimensiones para el ensayo a tracción de la probeta compacta

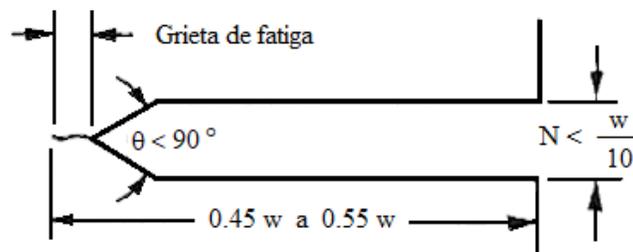


FIGURA 3.8 Dimensiones de la muesca y la grieta de fatiga para el ensayo de flexión a 3 puntos y el ensayo de tracción (ASTM E399, 1997)

Nota: Todas las unidades de los planos están en milímetros.

- *Pruebas mecánicas*

1. Una vez listas las probetas, se llevan al laboratorio de pruebas mecánicas para realizar los ensayos correspondientes.
2. Preparar la máquina universal de ensayos colocando los soportes correspondientes para cada prueba. Con el valor propuesto de $W=45\text{ mm}$ (para la probeta a flexión), se obtiene el valor de S que indica la separación de las cargas. Una vez hecho esto, realizar los ensayos.

$$S = 8a \quad (3.1)$$

3. Con la ayuda del equipo de cómputo, obtener las curvas carga vs desplazamiento.
4. Para comprobar el valor de tenacidad a la fractura K_{IC} , se necesita hacer un ensayo de tracción para las probetas poliméricas (el cual se realizó en prácticas anteriores). En el caso de los cerámicos, es necesario un ensayo a compresión el cual también fue hecho en prácticas previas.

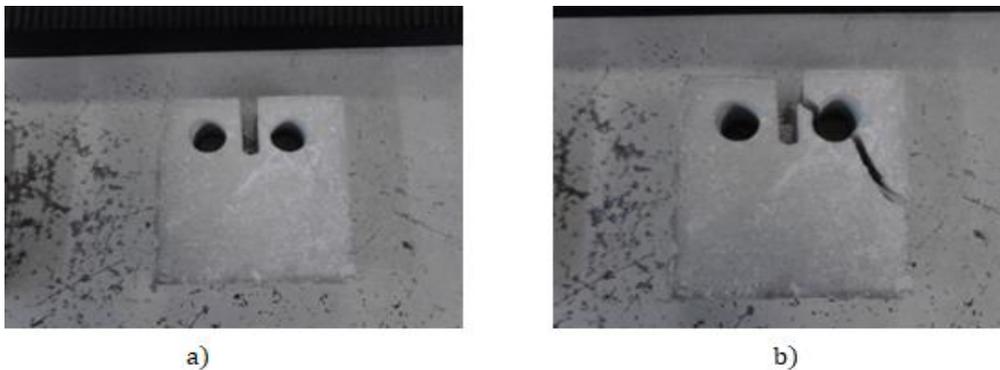


FIGURA 3.9 Probeta cerámica con muesca mal direccionada. a) Antes del ensayo. b) Después del ensayo



FIGURA 3.10 Probeta polimérica con muesca mal direccionada. a) Antes del ensayo. b) Después del ensayo

3.5 Actividades para el alumno

1. Anotar en la tabla 3.3 los valores obtenidos de los ensayos realizados utilizando las ecuaciones 3.3 (flexión) y 3.4 (tracción).

$$K_Q = \frac{P_Q S}{BW^{\frac{3}{2}}} \left[2.9 \left(\frac{a}{w} \right)^{\frac{1}{2}} - 4.6 \left(\frac{a}{w} \right)^{\frac{3}{2}} + 21.8 \left(\frac{a}{w} \right)^{\frac{5}{2}} - 37.6 \left(\frac{a}{w} \right)^{\frac{7}{2}} + 38.7 \left(\frac{a}{w} \right)^{\frac{9}{2}} \right] \quad (3.3)$$

$$K_Q = \frac{P_Q}{BW^{\frac{1}{2}}} \left[\frac{\left(2 + \frac{a}{w} \right) \left(0.886 + 4.64 \frac{a}{w} - 13.32 \frac{a^2}{w^2} + 14.72 \frac{a^3}{w^3} - 5.6 \frac{a^4}{w^4} \right)}{\left(1 - \frac{a}{w} \right)^{\frac{3}{2}}} \right] \quad (3.4)$$

Donde:

P_Q – Valor más alto de carga

S – Separación de las cargas de los soportes en el ensayo a flexión

B – Ancho de las probetas

$W = 45 \text{ mm}$, Valor propuesto para el ensayo de flexión

a – Longitud de la muesca

TABLA 3.3 Valores obtenidos de K_{IC}

Ensayo	Material	K_{IC} (MPa m ^{1/2}) (Experimental)	K_{IC} (MPa m ^{1/2}) (Teórico)
Flexión a 3 puntos (1)	Yeso, cemento y arenilla de mármol		0.35-0.45
Flexión a 3 puntos (2)	Yeso, cemento y arenilla de mármol		0.35-0.45
Tracción	Acrílico		0.7-1.6
Tracción	Polietileno		2-5
Tracción (1)	Yeso, cemento y arenilla de mármol		0.35-0.45
Tracción (2)	Yeso, cemento y arenilla de mármol		0.35-0.45

2. Construir la curva Esfuerzo vs. Deformación del ensayo a tracción y del ensayo a compresión para los polímeros y cerámicos respectivamente.

3. Comprobar que el valor de K_{IC} sea válido con la siguiente ecuación:

$$B > 2.5 \left(\frac{K_Q}{\sigma_0} \right)^2 \quad \sigma_0 = \sigma_y \quad \text{Esfuerzo de cedencia del material} \quad (3.5)$$

Si el valor de la ecuación (3.5) es menor que el espesor de la grieta, $K_Q = K_{IC}$ la prueba es válida. Esta ecuación es válida para ambos ensayos (ensayos de tenacidad a la fractura).

4. ¿Cuáles son los factores que ocasionan la diferencia entre los resultados experimental y teórico?
5. A partir de los resultados experimentales, ¿cuál es el cerámico y polímero que absorbe una mayor cantidad de energía antes de fracturarse?
6. ¿Qué ocurriría si se le agrega más cemento a cualquiera de las dos mezclas de cerámico?

3.6 Bibliografía

- [1] Smith, William F., *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de los materiales*, 3ª ed. México, Mc Graw Hill, 1999.
- [2] Shackelford, James F., *Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros*, 3ª ed. Macmillan Publishing Company, 1992.
- [3] Askeland, Donald R. *Ciencia e ingeniería de los materiales*, 4ª ed. Thompson, 1998.
- [4] Ashby, Michael F. & Jones David, R. H., "Engineering Materials 2, An Introduction to Microstructures", *Processing and Design*, Pergamon, 1986.
- [5] Ashby, Michael F. *Materials Selection in Mechanical Design*, 4ª ed., Butterworth-Heinemann, 2001.
- [6] Norma ASTM E399, Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Fragile Materials, 1997.

PRÁCTICA 4. Fabricación de sólidos celulares para ensayos de compresión

4.1 Objetivos

- Determinar la densidad relativa y la porosidad de las probetas de espuma de poliuretano.
- Determinar las propiedades mecánicas de cada probeta mediante pruebas a compresión.

4.2 Introducción

Un sólido celular es un material que claramente se distingue de un material sólido poroso, por su densidad relativa (figura 4.1). Estos materiales están constituidos por un grupo de pequeños compartimentos o espacios cerrados poliédricos o poligonales, llamados celdas, las cuales a su vez están constituidas por una red interconectada de estructuras sólidas o placas, que forman los bordes y caras de las celdas, ya sean bidimensionales o tridimensionales.

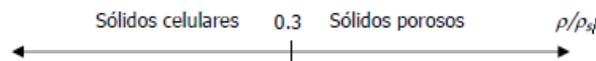


FIGURA 4.1 Diferencia de densidades relativas entre un sólido celular y un material sólido poroso (Irausquín, 2012)

En la naturaleza se observan este tipo de estructuras en la madera, corcho, esponjas, paneles de abeja y corales, solo por mencionar algunos. De forma artificial se encuentran materiales como espumas de poliuretano o polietileno, etc.

Existen tres estructuras típicas de sólidos celulares, la más simple de ellas consta de un arreglo de polígonos en dos dimensiones, los cuales se agrupan de tal manera que llenan una superficie, como lo es el caso de las células hexagonales vistas en los panales de abeja (figura 4.2). Por esta razón, muchos de los materiales celulares en dos dimensiones son llamados panales de abeja.



FIGURA 4.2 Panal de abejas en dos dimensiones (Gibson et al., 1997)

La representación más común de un material celular está dada, por celdas con forma poliédrica, es decir, que ocupan un espacio tridimensional. Este tipo de estructuras se conocen como espumas (figura 4.3).



FIGURA 4.3 Espuma de poros abiertos (Gibson et al., 1997)

Existen tres formas típicas de espumas, si el contenido está solamente en los bordes, se dice que es una espuma de poros abiertos, un ejemplo es la esponja de baño. Si las caras de las celdas también son sólidas, es decir, que cada una de ellas es aislada de las células vecinas, se dice que es de poros cerrados (figura 4.4). También existe una combinación de ambas, llamadas mixtas.



FIGURA 4.4 Espuma de poros cerrados (Gibson et al., 1997)

Los materiales más comunes en la fabricación de espumas son los polímeros, pero los metales, cerámicos y vidrios e incluso compuestos, pueden ser fabricados con esta clase de estructuras. Las aplicaciones más comunes para estos materiales son como aislantes térmicos, empaquetado, estructural y flotabilidad, también en el sector aeronáutico y automotriz.

Una de las características más importantes de un sólido celular es la densidad relativa $\left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)$, donde ρ^* , es la densidad del material celular, la cual se divide por la densidad del sólido ρ_s , del cual estén elaboradas las paredes de la celda. Otra característica importante es la porosidad $\left(1 - \frac{\rho^*}{\rho_s}\right)$.

Las celdas unitarias en dos dimensiones se representan por medio de formas geométricas existentes, tanto para celdas isotrópicas como anisotrópicas. Cuando se acomodan dos o

más celdas unitarias en diferente dirección, ya sea sobre una arista o vértice, se obtiene una malla compleja de celdas sobre un plano, tal como se muestra en la figura 4.5a.

Si se cuenta con un arreglo de más de dos celdas poliédricas (celdas que se representan en tres dimensiones), en un plano tridimensional, se generan las estructuras mostradas en la figura 4.5b.

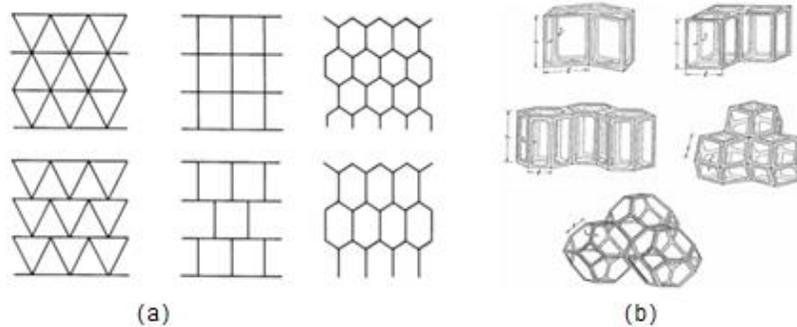


FIGURA 4.5 (a) Arreglo de celdas en dos dimensiones y (b) Arreglo en tres dimensiones (Gibson et al., 1997)

- *Caracterización de espumas poliméricas a compresión*

Para caracterizar las propiedades a compresión de la espuma de poliuretano, se utilizará el modelo de Gibson (Avalle et al., 2006). Es un modelo micro-mecánico, el cual toma en cuenta el efecto que tiene la densidad sobre los parámetros que se requieren determinar. Su formulación está definida al dividir la curva esfuerzo-deformación característica en tres regiones (figura 4.6).

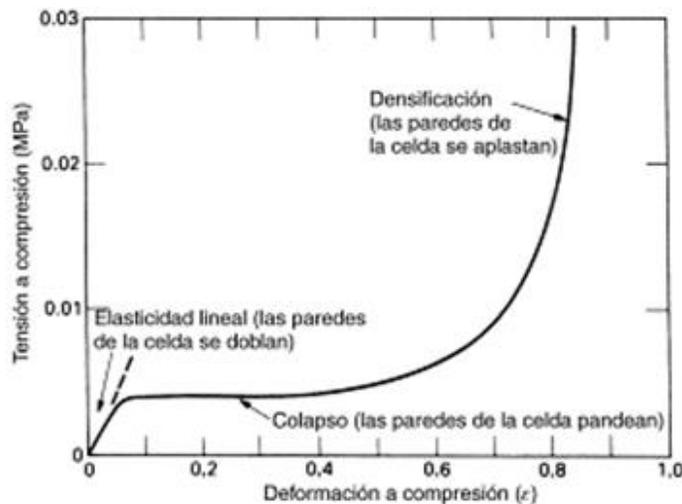


FIGURA 4.6 Curva esfuerzo-deformación característica de un sólido celular (https://books.google.com.mx/books?id=lu6KyUIhSUKC&dq=solidos+celulares&source=gbs_navlinks_s)

- Región elástica lineal:

$$\sigma = E \varepsilon \quad \text{si} \quad \sigma \leq \sigma_{\text{yield}} \quad (4.1)$$

- Región Plateau:

$$\sigma = \sigma_{\text{yield}} \quad \text{si} \quad \varepsilon_{\text{yield}} \leq \varepsilon \leq \varepsilon_D \left(1 - D^{-\frac{1}{m}} \right) \quad (4.2)$$

- Región de densificación:

$$\sigma = \sigma_{\text{yield}} \frac{1}{D} \left(\frac{\varepsilon_D}{\varepsilon_D - \varepsilon} \right)^m \quad \text{si} \quad \varepsilon > \varepsilon_D \left(1 - D^{-\frac{1}{m}} \right) \quad (4.3)$$

Donde:

σ y ε = Esfuerzo y deformación respectivamente (considerados positivos en compresión).

E = Módulo de elasticidad (pendiente de la curva de la región elástica).

σ_{yield} = Esfuerzo de cedencia

ε_D = Valor característico de deformación de la fase de densificación.

D y m = Parámetros característicos de la fase de densificación.

Dado que la espuma de poliuretano es de celdas cerradas, sus propiedades se determinan como aparece a continuación:

Módulo de elasticidad. El comportamiento lineal de una espuma se caracteriza por medio del módulo de elasticidad, el cual también se asocia con el valor de la pendiente de la región elástica lineal.

$$\frac{E^*}{E_s} = \phi^2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 + (1 - \phi) \frac{\rho^*}{\rho_s}$$

Densificación. Cuando se alcanza una deformación plástica significativa, la curva esfuerzo-deformación incrementa abruptamente a una deformación límite ε_D .

$$\varepsilon_D = 1 - 1.4 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)$$

Donde:

$\phi = 0.8$ es el valor típico para espumas de poliuretano y representa la fracción del sólido contenida en los bordes de la celda (Gibson et al., 1997).

4.3 Material y equipo por utilizar

Material (por grupo):

- Probetas de espuma de poliuretano realizadas en la práctica uno.

Equipo:

- Máquina de pruebas universal y aditamentos necesarios para realizar las pruebas.
- Microscopio óptico

4.4 Desarrollo experimental

- *Especificaciones de las probetas*

Se utilizarán probetas cúbicas de acuerdo con las siguientes dimensiones referidas a la norma ASTM D 1621-00.

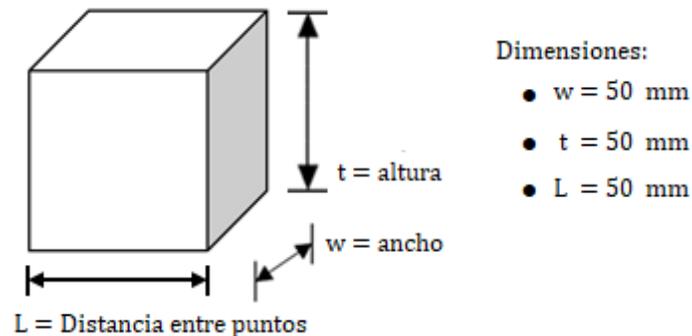


FIGURA 4.7 Dimensiones de las probetas de poliuretano para el ensayo de compresión

Las probetas se realizaron en la práctica 1.

- *Probetas de espuma de poliuretano sometidas a compresión*

Para las pruebas de compresión, se utilizó la máquina universal, así como los elementos necesarios para realizar la prueba sobre las probetas. Programando la máquina con los siguientes valores: velocidad 60 mm/min, con un avance del cabezal de aproximadamente 95% de la altura de la probeta (Avalle et al., 2006).

Colocar las probetas de forma que queden en el centro de los platos de compresión y repetir el procedimiento para el resto de las probetas. Una vez terminado el ensayo, registrar los datos, gráficas y archivos obtenidos.

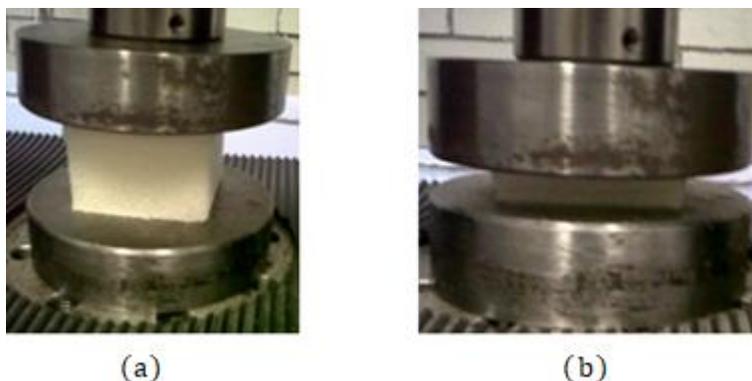


FIGURA 4.8 (a) Colocación y (b) prueba a compresión de las probetas en la máquina de pruebas universal

4.5 Actividades para el alumno

1. Para analizar las características principales de una espuma, así como los modelos que mejor se acoplen a ellas, se deberá establecer el tipo de poro del cual esté constituido el material. Con base en lo anterior, haciendo uso de un microscopio óptico, determinar si las probetas fabricadas son de poros cerrados o de poros abiertos.
2. Determinar la densidad de cada una de las probetas elaboradas, utilizando la expresión $\rho^* \frac{m}{v}$. Registrar los datos obtenidos en la siguiente tabla:

TABLA 4.1 Propiedades de las probetas de poliuretano

Probeta	Masa (kg)	Vol. (m ³)	ρ^* (kg / m ³)
1			
2			
3			
4			
5			
Val. Prom.			
Des. Est.			

3. Determinar la densidad relativa de las probetas, así como la porosidad, con ayuda de las expresiones $\frac{\rho^*}{\rho_s}$ y $1 - \frac{\rho^*}{\rho_s}$. Registrar los datos obtenidos en la siguiente tabla:

TABLA 4.2 Densidades relativas de las probetas de poliuretano

Probeta	ρ^* probeta (kg /m ³)	ρ_s poliuretano (kg/m ³) (Gibson et al., 1997)	ρ relativa	Porosidad
1		1200		
2		1200		
3		1200		
4		1200		
5		1200		
Val. Prom.		1200		
Des. Est.		—		

4. Con la ecuación mostrada a continuación, determinar el módulo de elasticidad teórico de cada probeta. Los resultados obtenidos deberán anotarse en la tabla 4.3.

$$E^* = E_s * \left[\phi^2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 + (1 - \phi) \frac{\rho^*}{\rho_s} \right]$$

5. El esfuerzo de cedencia o colapso plástico teórico a considerar será $\sigma_{pl}^* = 0.1373(\text{MPa})$ (Plásticas, 2015). El cual se comparará con el esfuerzo registrado experimentalmente, mediante la obtención del error relativo entre ambos resultados.
6. Con ayuda de la ecuación mostrada a continuación, determinar la región de densificación teórica de cada probeta. Registrar los datos en la tabla 4.3.

$$\epsilon_D = 1 - 1.4 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)$$

TABLA 4.3 Datos teóricos de la espuma de poliuretano a compresión

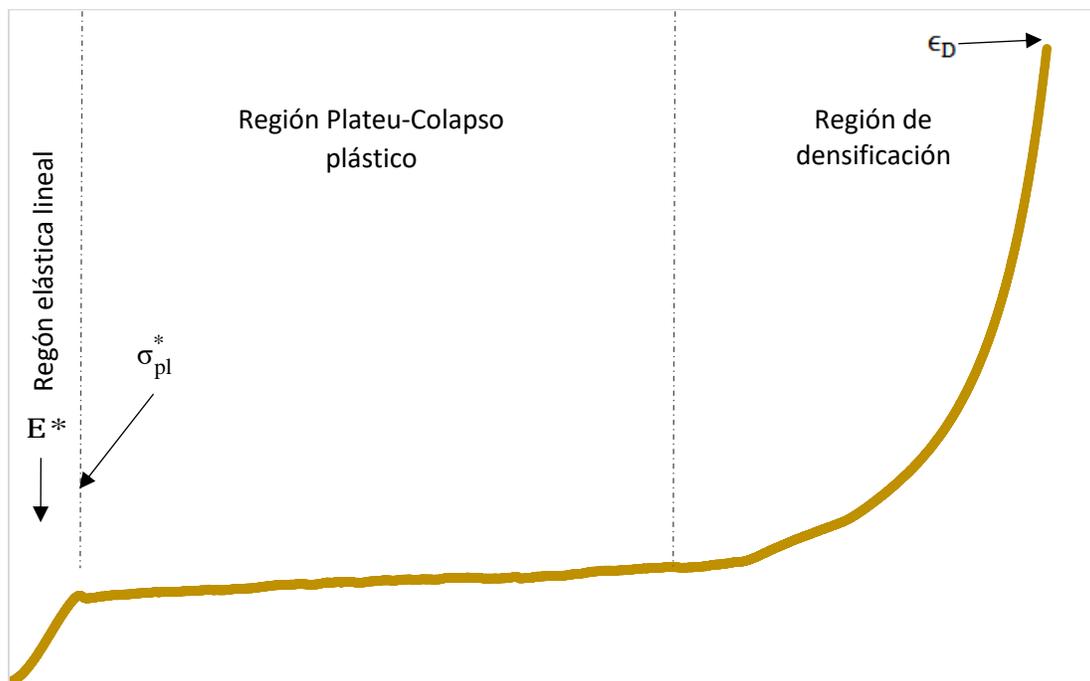
Probeta	E^* (MPa)	σ_{pl}^* (MPa)	ϵ_D (1)
1T		0.1373	
2T		0.1373	
3T		0.1373	
4T		0.1373	
5T		0.1373	
Val. Prom		0.1373	
Desv. Est.		—	

7. Con base en los datos obtenidos de la prueba a compresión y con ayuda de las ecuaciones mostradas a continuación, trazar la gráfica esfuerzo-deformación ingenieril de cada una de las probetas.

$$S = \frac{F}{A_0} \text{ (Pa)}$$

$$\epsilon = \frac{d}{l_0} \left(\frac{\text{mm}}{\text{mm}} \right)$$

8. Con ayuda de la gráfica elaborada en el punto anterior y con la gráfica 4.1, determinar de forma experimental el módulo de elasticidad de cada una de las probetas. Registrar los datos obtenidos, como se muestra en la tabla 4.4.
9. Haciendo uso de la gráfica elaborada y de la gráfica 4.1, identificar el punto de colapso plástico. Registrar los datos obtenidos, como se muestra en la tabla 4.4.
10. Identificar la zona de densificación de cada probeta. Registrar los datos obtenidos, como se muestra en la tabla 4.4.



GRÁFICA 4.1 Identificación de parámetros en curva esfuerzo-deformación PUR

TABLA 4.4 Datos experimentales de la espuma de poliuretano a compresión

Probeta	E^* (MPa)	σ_{pl}^* (MPa)	ϵ_D (1)
1E			
2E			
3E			
4E			
5E			
Val. Prom.			
Desv. Est.			

11. Una vez obtenidas todas las propiedades de las probetas, tanto experimental como teóricamente, se deberán comparar dichos métodos, determinando el error relativo entre el módulo de elasticidad, el colapso plástico y la zona de densificación, como se muestra en la tabla 4.5.

TABLA 4.5 Comparación entre resultados experimentales y teóricos

Probetas	% err E^*	% err σ_{pl}^*	% err ϵ_D
1			
2			
3			
4			
5			
Val. Prom.			
Desv. Est.			

12. Al final, registrar todos los datos obtenidos, generar las conclusiones pertinentes respecto a los datos que se obtuvieron y comparar con datos establecidos en fuentes de información serias.
13. ¿Qué se puede concluir de la diferencia obtenida entre los resultados teóricos y los resultados experimentales?
14. ¿Cómo sería el comportamiento de la gráfica si la densidad relativa obtenida fuera mayor?
15. Describa el significado físico de lo que ocurre en la zona elástica lineal, en la zona de colapso plástico y en la zona de densificación.

4.6 Bibliografía

- [1] Avalor, M., Belingardi, G., & Ibba, A., "Mechanical models of cellular solids: Parameters identification from experimental tests". *International Journal of Impact Engineering*, 25. 2006.
- [2] eFunda. "eFunda Polymer Material Properties". Consultado el 13 de febrero de 2015, en http://www.efunda.com/materials/polymers/properties/polymer_datasheet.cfm?MajorID=pu&MinorID=1
- [3] Gibson, L., & Ashby, M. *Cellular solids*, UK, Cambridge University Press, 1997.
- [4] Irausquín Castro, I. A. *Caracterización mecánica de espumas metálicas y su aplicación en sistemas de absorción de energía*. Tesis. Leganés: Universidad Carlos III de Madrid, 2012.
- [5] NORMA ASTM D1621-00. "Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Cellular Plastics". West Conshohocken, PA.: ASTM International, 2000.
- [6] Plásticas, S.A. P. "Poliformas plásticas". Consultado el 13 de Febrero de 2015 en <http://www.poliformasplasticas.com.mx>.

PRÁCTICA 5. Desarrollo de técnicas para polimerización

5.1 Objetivos

- Conocer de manera práctica la polimerización de la baquelita mediante distintos catalizadores.

5.2 Introducción

- *Polimerización*

El polímero es un material que está compuesto por bloques de monómeros comúnmente repetidos miles de veces en una estructura de cadena y son el resultado de la modificación de productos naturales o bien de reacciones de síntesis de materias primas. Se caracterizan por que sus propiedades dependen de la estructura de las moléculas poliméricas individuales, en lo que se refiere a su forma, tamaño y organización.

Las moléculas de los polímeros se caracterizan por su gran tamaño formando cadenas largas por medio de la polimerización; esto es, por el enlace de diferentes monómeros. La mayoría de los polímeros son materiales orgánicos en los cuales los átomos de carbono están unidos por enlaces covalentes compartiendo electrones con otros átomos como el hidrógeno, oxígeno, nitrógeno y flúor, véase figura 5.1.

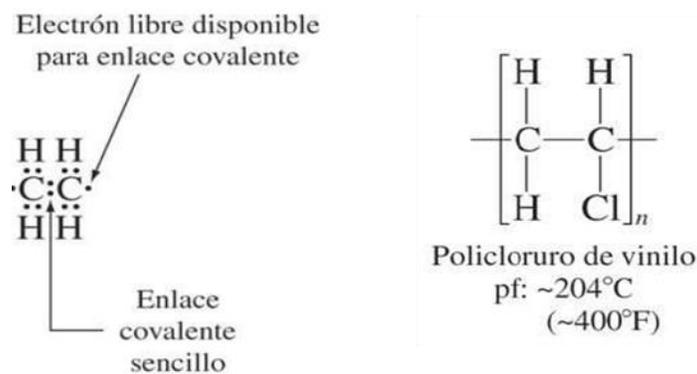


FIGURA 5.1 a) Monómero b) Polímero (Smith, 1999)

La polimerización es una reacción química en la cual se forman moléculas de alto peso molecular a partir de monómeros, la cual se caracteriza por ser una reacción exotérmica, por lo que tiene asociado, la generación de calor, el cual debe ser disipado. Existen una gran variedad de métodos de polimerización los cuales serán descritos brevemente a continuación.

- *Polimerización por adición*

La polimerización por adición se caracteriza porque el esqueleto del polímero está formado solamente por átomos de carbono, también es conocido como polimerización vinílica.

En este proceso se tienen tres etapas, la primera de ellas, la iniciación, que se basa en la formación de radicales libres, formados por peróxidos o hidroperóxidos; la segunda etapa, llamada propagación, donde se genera el crecimiento de cadenas, el radical libre formado en el paso anterior se adiciona a otras moléculas de monómero en una sucesión rápida y, por último, se encuentra la etapa de terminación donde el crecimiento de las largas cadenas se desactiva completamente.

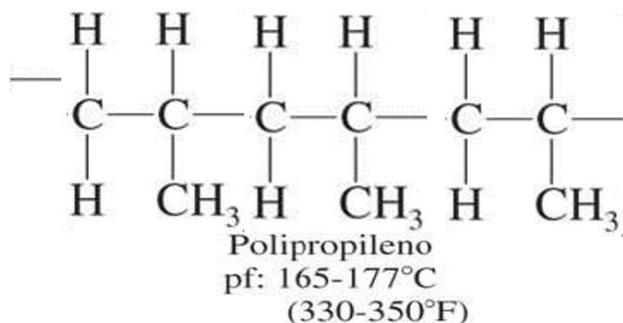


FIGURA 5.2 Resultado de polimerización por adición (Smith, 2004)

- *Polimerización por condensación*

Se caracteriza porque en el esqueleto se encuentran átomos diferentes al carbono, como lo son el oxígeno o el nitrógeno. En este tipo de polimerización, la reacción se realiza por pasos entre pares de grupos funcionales asociados con dos diferentes moléculas o compuestos, se produce entonces una secuencia de reacciones de acoplamiento formando la cadena polimérica, en algunos casos también se forman subproductos como lo es el agua o el alcohol.

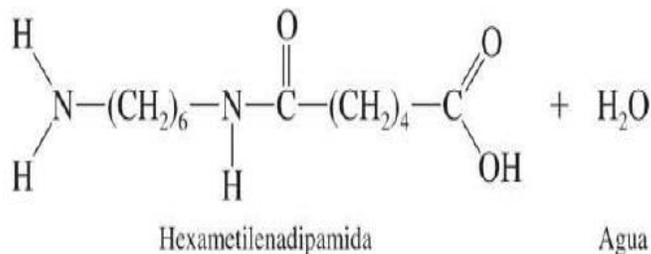


FIGURA 5.3 Resultado de polimerización por condensación (Smith, 2004)

Existen otros métodos de polimerización que se desprenden de los antes mencionados y que son utilizados principalmente en la industria; a diferencia de los anteriores, estos se caracterizan por el uso de materias primas como el gas natural, petróleo, en términos generales, hidrocarburos para la producción de sustancias químicas que serán utilizadas para la polimerización. Estos métodos generan materiales plásticos en forma de gránulos, grageas, polvos o líquidos.

- *Polimerización en masa*

El monómero líquido se polimeriza por acción de calor en presencia de un iniciador, pero en ausencia de un disolvente. El medio de reacción se hace cada vez más viscoso y llega a solidificarse. Este procedimiento proporciona polímeros muy puros.

- *Polimerización en solución*

Este proceso proporciona un polímero más regular, puede ser soluble en el disolvente o precipitar a partir de cierto grado de polimerización. Este método exige una gran cantidad de disolvente para limitar la viscosidad del medio. La polimerización en solución entrega polímeros con buena homogeneidad desde el punto de vista de los grados de polimerización y es empleado cuando el polímero final va a aplicarse en forma disuelta como es el caso de los adhesivos y barnices.

- *Polimerización en suspensión*

En esta técnica, el monómero es dispersado en un medio acuoso en forma de pequeñas gotitas, de 0.1 a 1.0 mm de diámetro por medio de una agitación vigorosa (Enciclopedia del plástico, 2000). Se agrega un iniciador soluble en el monómero y la polimerización se inicia en cada gota. Generalmente, se adiciona un material que funciona como recubrimiento protector de las gotas, por ejemplo, el alcohol polivinílico para prevenir que estas se aglomeren durante la etapa intermedia de reacción, en la cual están compuestas por una mezcla pegajosa de polímero y monómero. La fase acuosa facilita la remoción del calor que se produce en la reacción. De este método se obtienen pequeñas esferas las cuales son fácilmente recolectadas y secadas, el polímero se encuentra sin contaminantes y no existen consideraciones relacionadas con la recuperación del solvente.

- *Polimerización por emulsión*

A diferencia del caso anterior, este proceso se lleva a cabo en el medio acuoso y no en la superficie de las gotas de monómero, además de tener una gran ventaja de sustituir por agua los costosos disolventes utilizados como medio de dispersión. Los monómeros al ser insolubles en agua se emulsionan con agentes como son los jabones alcalinos, aceites o alcoholes alcalinos. En este caso, se requieren unas gotas con un tamaño entre 1 y 2 micrómetros de diámetro, micelas de 50 a 100 moléculas de surfactantes adheridos al monómero, con un diámetro de 0.01 micras aproximadamente y un iniciador. El

crecimiento de las cadenas tiene lugar, probablemente, en el interior de las gotitas de monómero, incluso, las reacciones de terminación se efectúan en ellas. El producto que se obtiene por resultado de este proceso es un elastómero.

5.3 Material y equipo por utilizar

- Guantes
- Gafas de seguridad
- Cubre bocas
- Resorcinol
- Formaldehido
- Ácido clorhídrico
- Vaso de precipitados 20 ml
- Espátula
- Hidróxido de sodio
- Soporte universal
- Mechero de Bunsen
- Termómetro
- Tubos de ensayo
- Alambre de cobre

5.4 Desarrollo experimental

- *Fabricación de la baquelita*

Antes de iniciar debe aclararse que todo esto será realizado debajo de la campana de extracción, además de siempre contar con las gafas, cubrebocas y guantes de seguridad. Una vez tomadas las medidas de seguridad anteriores, es importante seguir cada uno de los pasos mostrados a continuación.

- *Fabricación de baquelita caso 1*

Se coloca 1 g de resorcinol en el tubo de ensayo, con la pipeta se agrega la cantidad suficiente de formaldehido para cubrir por completo el resorcinol, agitando el tubo hasta disolverlo, posteriormente, se agregan dos gotas de ácido clorhídrico, agitando rápidamente la sustancia (es necesario dejar el vaso en la mesa y alejarse un poco debido a que puede explotar el contenido).

Finalmente, se inserta un alambre para facilitar la extracción de la pieza, después se deja que la reacción se enfríe y solidifique para después obtener su peso y volumen, mediante el principio de Arquímedes.

- *Fabricación de baquelita caso 2*

Para el segundo caso, se colocarán 2 g de resorcinol en un tubo de ensayo, con ayuda de la pipeta se le agregan 0.4 ml de hidróxido de sodio y 2 ml de formaldehído realizando la mezcla.

Una vez que se tenga la mezcla se le aplicará un baño termostático a una temperatura de 50 °C (figura 5.4) agitando dicha sustancia hasta que los cristales estén disueltos, finalmente, se eleva la temperatura 5 grados y se mantendrá durante 10 minutos. Se deja enfriar dentro del baño termostático el tubo de ensayo para que este no se fracture, además, se recomienda insertar un alambre de cobre con una gasa a un extremo cuando la mezcla todavía se encuentre líquida para sacar de manera sencilla dicho polímero cuando este solidifique para ser pesado y, finalmente, obtener su volumen por medio del principio de Arquímedes.



FIGURA 5.4 Baño termostático para la fabricación de baquelita

5.5 Actividades para el alumno

1. Describir y comparar las propiedades físicas de los materiales obtenidos.
2. Describir los métodos de polimerización ocupados en la práctica, así como la función que tiene cada uno de sus componentes e investigue la estructura de la baquelita.
3. Obtener la densidad de los polímeros a partir del principio de Arquímedes.

5.6 **Bibliografía**

- [1] Ávila., M., Cid., A., Elorza., M., Fernández., L., González., M., Hernández., L., Luna., M., *Manual de laboratorio de estructura de los materiales, Grupos de investigación en la enseñanza química*, UAM, México, 2006.
- [2] *Enciclopedia del plástico 2000, Tomo 1*, Instituto Mexicano del Plástico Industrial, México, 2000.
- [3] Kalpakjian., S. Schmid., S., *Manufactura, ingeniería y tecnología*, 4ª ed., México, Pearson Educación, 2002.
- [4] Smith, F. *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de los materiales*, 3ª ed., México, Mc Graw Hill, 1999.
- [5] http://www.tecnoquim.com.mx/productos/baquelita_Micarta/Baquelita.pdf, Consultado el 10 de enero de 2017.

PRÁCTICA 6. Pruebas de tracción y relajación de esfuerzos en polímeros

6.1 Objetivos

- Determinar las propiedades mecánicas de un polímero mediante pruebas de tracción y relajación de esfuerzos.
- Elaborar las curvas esfuerzo-deformación para un polímero mediante pruebas de tracción.
- Elaborar las curvas esfuerzo-tiempo para un polímero mediante pruebas de relajación de esfuerzos.
- Realizar el ajuste matemático con el modelo de relajación de esfuerzos KWW.

6.2 Introducción

Existen muchas propiedades que deben ser consideradas cuando se pretende utilizar un material para ciertas aplicaciones, con el fin de cumplir con los requerimientos bajo los cuales va a estar sometido. La implementación de los materiales poliméricos como sustitutos de los materiales metálicos en diversas áreas se debe principalmente a su gran resistencia a la corrosión, baja conductividad eléctrica y térmica, elevada resistencia con relación a su peso, facilidad de conformado y maquinado, por lo cual es importante determinar dichas propiedades mediante diferentes tipos de pruebas (Rivera, 2010). Para el caso de esta práctica se determinarán las propiedades mecánicas de un polímero mediante pruebas de tracción y de relajación de esfuerzos.

- *Prueba de tracción*

El ensayo de tracción es una de las pruebas mecánicas más comunes para determinar las propiedades de la mayoría de los materiales. En esta, una probeta con forma similar a las utilizadas para metales en el caso de productos planos, la cual en inglés se denomina “dogbone”, es maquinada con base en las especificaciones de la norma ASTM D638. La probeta es sometida a una velocidad de deformación constante hasta que llegue a la fractura. La carga y el desplazamiento de la probeta son medidos y convertidos a una curva esfuerzo-deformación (figura 6.1), a partir de la cual se determina el módulo de Young o módulo de elasticidad (E), el esfuerzo de cedencia (σ_y), el esfuerzo último de tracción (σ_{UTS}) y la deformación máxima (Hernández, 2015).

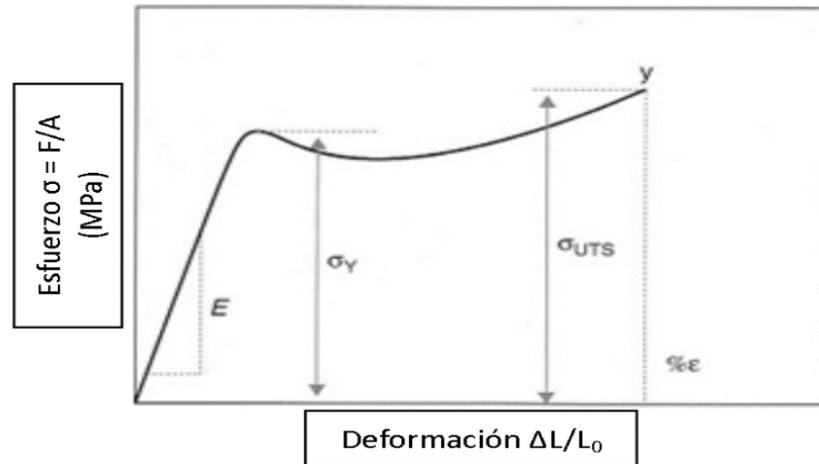


FIGURA 6.1 Curva esfuerzo-deformación típica en una prueba de tracción (Hernández, 2015)

- *Prueba de relajación de esfuerzos*

La prueba de relajación de esfuerzos es utilizada para estudiar la viscoelasticidad material, mediante la aplicación de una precarga inicial σ_0 uniaxial en la probeta a ensayar. Una vez alcanzado dicho valor, la prueba debe continuar a una deformación constante, monitoreando la variación del esfuerzo a lo largo del tiempo.

En la siguiente figura se muestra la curva típica obtenida por este tipo de prueba.

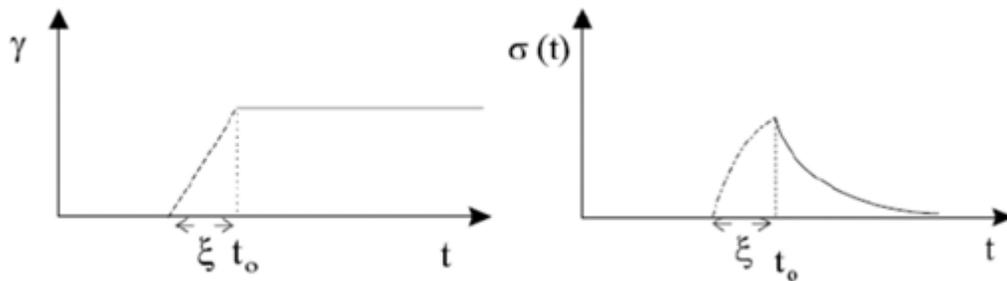


FIGURA 6.2 Curva típica de una prueba de relajación de esfuerzos (Hernández, 2015)

En la norma ASTM E328 se describe el procedimiento para la realizar la prueba. La norma cuenta con 4 métodos diferentes para generar una gráfica de relajación de esfuerzos. Estos métodos son por tracción, compresión, flexión y torsión. La elección de uno u otro depende de las condiciones a las que está sometida alguna pieza y también con la geometría de la muestra a analizar. Para el caso de esta práctica, se ocupará el método para prueba de relajación de esfuerzos bajo tracción.

6.3 Material y equipo por utilizar

Material (por grupo):

- 10 probetas de polietileno de baja densidad (LDPE)

Equipo:

- Máquina de pruebas universal y aditamentos necesarios para realizar la prueba.

6.4 Desarrollo experimental

- *Especificaciones de las probetas*

Para la prueba de tracción, se fabricarán cuatro probetas de polietileno de baja densidad de acuerdo con las dimensiones referidas en la norma ASTM D638.

Por otro lado, la norma ASTM E328 especifica que las probetas utilizadas en la prueba de relajación de esfuerzos deben ser con la geometría de las de la prueba de tracción tipo I o II de la norma ASTM D638 o de la ASTM E8. Por facilidad, en esta prueba se utilizarán seis probetas tipo I (ASTM D638) de LDPE.

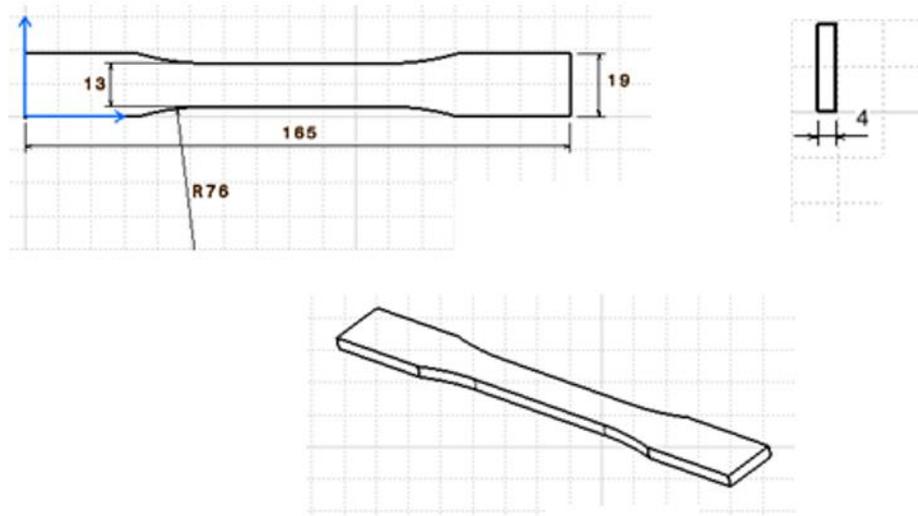


FIGURA 6.3 Dimensiones de la probeta de tracción tipo I (Hernández, 2015)

- *Procedimiento de la prueba de tracción*

Antes de realizar la prueba, se miden las probetas para ingresar sus dimensiones exactas a la base de datos de la computadora, al colocarlas en las mordazas de la máquina universal, cada mordaza debe sujetar 2.5 cm de cada probeta, de acuerdo con la norma ASTM D638. El extensómetro se colocará en la región estrecha de la probeta, en donde se mide la deformación elástica (figura 6.4). La velocidad de desplazamiento será de 5 mm/min o 0.0005 s^{-1} .



FIGURA 6.4 Extensómetro colocado en la región estrecha de la probeta (Hernández, 2015)

- *Procedimiento de la prueba de relajación de esfuerzos*

La norma ASTM E328 indica que, en pruebas de relajación de esfuerzos realizadas a una sola temperatura de prueba, se necesitan 2 probetas para cada valor de carga con la finalidad de tener resultados comparativos. Por lo cual se utilizarán seis probetas de LDPE.

Los niveles de carga que se ocuparán se obtendrán con base en el valor máximo de carga durante las pruebas a tracción y dentro del rango elástico (aproximadamente al 60, 70 y 80% de la carga máxima). Las probetas se colocarán de la misma forma que las de la prueba de tracción.

El sistema de adquisición de datos de la máquina universal de ensayos obtiene el tiempo y la carga durante la prueba. Una vez colocada la probeta, se aplicará la carga seleccionada a una velocidad de deformación de 5 mm/min o 0.0005 s^{-1} correspondiente a la norma ASTM E328. Cada probeta de LDPE se someterá a un tiempo de 600 s (Weed et al., 2011) por cada valor de carga.

6.5 Actividades para el alumno

1. Construir la curva esfuerzo vs deformación con los datos obtenidos del ensayo a tracción y realizar un análisis del comportamiento obtenido.
2. Registrar los datos del ensayo de tracción en la siguiente tabla.

TABLA 6.1 Resultados del ensayo de tracción de las probetas

Probeta	$P_{\text{máx}}$ (N)	σ_y (MPa)	σ_{UTS} (MPa)	E (MPa)	$\epsilon_{\text{máx}}$ (%)
1					
2					
3					
4					

3. Calcular la media aritmética y desviación estándar de las propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de tracción.

TABLA 6.2 Media aritmética y desviación estándar de las propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de tracción

Propiedad	Media	Desviación estándar
Esfuerzo de cedencia (σ_y)		
Esfuerzo máximo (σ_{UTS})		
Módulo de elasticidad (E)		

4. Construir la curva esfuerzo vs tiempo para las probetas en la prueba de relajación de esfuerzos.
5. Reportar los datos de la prueba de relajación de esfuerzos.

TABLA 6.3 Resultados de la prueba de relajación de esfuerzos (σ_{RELAX})

Probeta	Precarga (N)	Esfuerzo de precarga teórico (MPa)	Esfuerzo de precarga experimental σ_0 (MPa)	% error	σ_{RELAX} (MPa)
LDPE					
1					
2					
1					
2					
1					
2					

6. Obtener la media aritmética, desviación estándar y el porcentaje del esfuerzo aplicado para cada precarga. Reportar los resultados en la tabla 6.4.

TABLA 6.4 Porcentaje de reducción del valor medio de σ_{RELAX} con respecto al valor de σ_0 experimental para cada carga aplicada (Hernández, 2015)

Carga (N)	σ_0 teórica (MPa)	Media del σ_0 experimental (MPa)	Media del σ_{RELAX} (MPa)	Porcentaje de reducción (%)	Desviación estándar

7. Construir la curva relativa de variación del esfuerzo aplicado (σ) dividido entre (σ_0) en función del tiempo para las probetas.
8. Realizar el ajuste matemático con el modelo de relajación KWW (ecuación 6.1) y reportar los valores obtenidos en la tabla 6.5.

$$\frac{\sigma(t)}{\sigma_0} = A_1 \exp \left[- \left(\frac{t}{\tau_1} \right)^\beta \right] + (1 - A_1) \exp \left[- \left(\frac{t}{\tau_2} \right)^\gamma \right], \quad [0 < A_1, \beta, \gamma < 1] \quad (6.1)$$

TABLA 6.5 Valores obtenidos para el ajuste matemático de ecuación 6.2 (Hernández, 2015)

Tipo de probeta	A_1	β	γ	τ_1 (s)	$\tau_2 \times 10^5$ (s)
Probetas obtenidas					

9. ¿Qué se puede concluir del porcentaje de reducción obtenido para cada nivel de carga?
10. ¿Qué se puede concluir de los resultados para el LDPE?

6.6 Bibliografía

- [1] Ayoub, Z., *Modeling Large Deformation Behaviour under Loading-unloading of Semicrystalline Polymers: Application to a High Density Polyethylene*. International Journal of Plasticity, 18. 2009.
- [2] Hernández, O., *Caracterización mediante pruebas de tracción, relajación de esfuerzos y tenacidad del UHMWPE*. México, UNAM, 2015.
- [3] Iyo, T., Maki, Y., Sasaki, N., Nakata, M., *Mathematical Description of Stress Relaxation of Bovine Femoral Cortical Bone*, Biorheology. 2003.
- [4] Khan, F., Yeakle, C., Gomaa, S., "Characterization of the Mechanical Properties of a New Grade of Ultra-high Molecular Weight Polyethylene and Modelling with Viscoplasticity Based on Overstress", *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2011.
- [5] Kurtz, S., Villarraga, M., Herr, M., Bergstrom, J., *Thermomechanical Behavior of Virgin and Highly Crosslinked Ultra-high Molecular Weight Polyethylene Used in Total Joint Replacements*, Elsevier, 2002.
- [6] Mancha, U., en <https://www.uclm.es/profesorado/porrasysoriano/elementos/Tema01.pdf>. Consultado el 3 de mayo de 2005.
- [7] Norma ASTM D638. "Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics". West Conshohocken, ASTM International, 2014.
- [8] Norma ASTM E328. "Standard Test Methods for Stress Relaxation Tests for Materials and Structures". West Conshohocken, ASTM International, 2013.
- [9] Rivera, J. Instituto Tecnológico Superior de Teziutlán.
http://www.itsteziutlan.edu.mx/site2010/index.php?option=com_content&view=article&id=594:polimeros-materiales-de-ingenieria&catid=27:articulos&Itemid=288. Consultado el 30 de noviembre de 2015.
- [10] Weed, J., Lewis, B., "Characterization of Low-Density polyethylene". Final Project of ME5396, 13. 2011.

PRÁCTICA 7. Procesos de manufactura de polímeros

7.1 Objetivos

- El alumno llevará a cabo diversos procesos de manufactura de polímeros: extrusión, soplado e inyección.
- Determinará el efecto del proceso de manufactura en las propiedades mecánicas del PS (láminas y extruidos).
- Observará el efecto que tiene la dirección de inyección en las propiedades mecánicas del producto, mediante ensayos de tracción.



FIGURA 7.1 Inyectora manual (Groover, 2007)

7.2 Introducción

- *Extrusión*

La extrusión es un proceso de compresión en el que se fuerza al material a fluir a través de un orificio a fin de obtener un producto largo y continuo, cuya sección transversal adquiere la forma determinada por el dado. En este proceso se alimenta el material en forma de pellets dentro de un barril de extrusión, el cual tiene un diámetro interno de entre 25 y 150 mm (Groover, 2007).

Este barril es largo con relación a su diámetro (L/D de 10 a 30). Para el conformado de termoplásticos se prefieren altas relaciones L/D , contrariamente se prefieren más bajas al extruir elastómeros.

En los extremos del barril se encuentran la tolva y el troquel; la tolva contiene el material que se alimenta por gravedad al barril. Después de ser alimentado en el barril hay calentadores eléctricos que junto con el trabajo mecánico que ejerce el tornillo en el material elevan la temperatura del polímero. El tornillo gira a aproximadamente 60 rev/min y se divide en tres secciones (Zakaria y Omar, 2014): alimentación, compresión, y medición (homogenización del material fundido). Estas tres secciones generan la presión suficiente para bombear el material a través de la apertura del troquel.

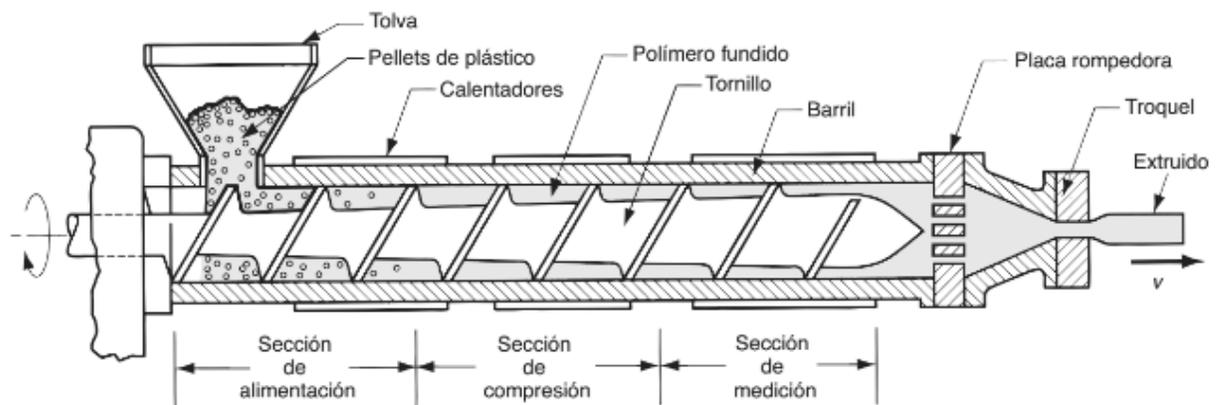


FIGURA 7.2 Extrusora de polímeros de un tornillo (Fried, 2014)

Es de gran utilidad conocer el flujo fundido en el extrusor, el modelo más común para su estudio es aquel que se asemeja al flujo entre una placa estacionaria y una móvil:

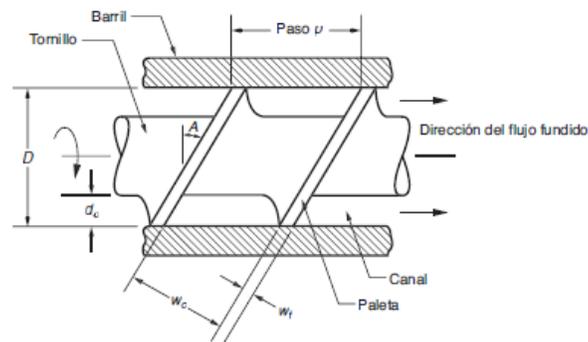


FIGURA 7.3 Detalles de un tornillo extrusor dentro del barril (Groover, 2007)

$$Q_b = \frac{p \pi D d_c^3 \sen^2 A}{12 \eta L}$$

Donde η = viscosidad, p = presión piezométrica del barril, d_c es la distancia que separa las dos placas, Q_b es el gasto volumétrico por arrastre y L es la longitud del barril.

Este modelo sirve para cuantificar el material que se está utilizando y programar tiempos de entrega y de reabastecimiento de pellets.

- *Soplado*

El soplado utiliza gas para expandir una preforma hasta adoptar la geometría de una cavidad para producir objetos huecos. Existen dos tipos de moldeo por soplado: inyección-soplado y extrusión-soplado. La cantidad exacta de percusor se inyecta sobre una barra central y todavía fundido se transfiere a la estación de soplado, donde se expande hasta su forma final y se enfría en un molde.

Extrusión-soplado es un proceso que tiene seis pasos: fundir el material, obtener el percusor, introducir el percusor hueco en el molde de soplado, insuflar aire dentro del percusor que se encuentra en el molde, enfriar la pieza moldeada y retirar la pieza del molde. El primer paso es común para la mayoría de los procesos de conformado de termoplásticos y consiste en elevar la temperatura de los pellets hasta lograr su cambio de fase sólida a líquida. El segundo paso es la obtención del percusor, en él se extruye una preforma de polímero la cual tiene la característica de tener un diámetro interno, cuyas medidas dependen de la geometría final. Es importante que las resinas empleadas en este proceso tengan una alta viscosidad en estado fundido y además una resistencia elevada (para reducir los cambios que sufrirá al sacarlo del molde). El polímero más utilizado en el soplado actualmente es el PET y esto es gracias a sus propiedades (viscosidad= 1.07ps y resistencia a la compresión 120 MPa), las cuales cumplen con los criterios mencionados anteriormente (Fried, 2014).

Posteriormente, el percusor se introduce al molde de soplado, el cual se fabrica comúnmente con aluminio, acero o aleaciones de cobre-berilio. Se seleccionan estos materiales ya que las presiones no son muy altas y se prefiere buscar materiales con alta conductividad térmica, que se enfríe de manera rápida la preforma y mantenga la forma del molde, adicionalmente, puede que se añadan canales de refrigeración (de agua o aire) para incrementar aún más la velocidad de enfriado.

El siguiente paso es la entrada del perno de soplado en el molde y la eventual introducción del aire frío (menor a la temperatura ambiente). Después de haberse soplado, se deja enfriar dentro del molde para que conserve su forma, el tiempo de enfriamiento depende del calor latente del polímero, el material y forma del molde, así como el espesor de pared que se tenga. El paso final es el desmoldeo, en el cual se desmonta la pieza terminada y se deja enfriar.

El proceso de extrusión-soplado tiene la ventaja de que en él se pueden moldear geometrías más complejas y grandes (ej., cisternas industriales), sin embargo, su inversión inicial es mayor que el de inyección-soplado, y no se tiene un buen control en el espesor de pared y el uso de material es menos eficiente.

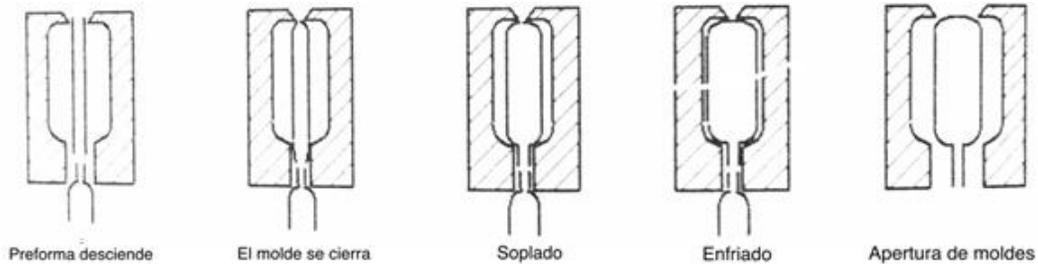


FIGURA 7.4 Pasos en el proceso de moldeo por soplado (Fried, 2014)

- *Inyección de plásticos*

La inyección de plásticos es uno de los métodos más comunes para el conformado de polímeros. Este es un proceso con el que se calienta un polímero hasta que alcanza un estado muy plástico y se fuerza a que fluya a alta presión hacia la cavidad un molde. Aquí el polímero se solidificará, para posteriormente ser retirado de la cavidad la pieza final. Es posible obtener formas complejas e intrincadas con este método, haciendo que la dificultad principal es la fabricación del molde, ya que este molde determinará la forma y tamaño de la pieza, el cual puede ser tan pequeño como 50g o hasta 25 kg (Groover, 2007). Los parámetros del proceso deben ser precisos para evitar defectos en el moldeo, como disparos cortos (moldeo que se solidifica antes de que se llene la cavidad), rebabas, marcas de hundimiento o líneas de soldaduras.

Algunos de estos defectos son menores y se corrigen cuando la pieza se solidifica. En esta práctica se utilizarán inyectoras manuales, pero en la industria existen máquinas más complejas. Una manera industrial de inyectado usa tornillos recíprocos para derretir un volumen determinado, para posteriormente verter el fluido en moldes; a su vez, otro tipo de máquinas utiliza calentadores para fundir el polímero.



FIGURA 7.5 Molde de inyección para pruebas a tensión (Yu, 2009)

7.3 Material y equipo por utilizar

Material (por grupo):

- Pellets de poliestireno

Equipo:

- Inyectora manual
- Moldes para inyección en forma de probetas
- Extrusora
- Máquina para soplado de botellas
- Máquina Instron para pruebas a tensión

7.4 Desarrollo experimental

La primera parte de esta práctica se basa en la observación de los procesos para conocer sus usos más comunes. En la primera sesión, el alumno observará ejemplos de los procesos en el laboratorio, observará la inyección de una botella en una máquina de soplado semi-automática, la extrusión de una barra cilíndrica y, finalmente, se inyectarán manualmente las probetas para ensayos a tracción.

Deberá generar probetas de tracción a partir de lo fabricado en clase, así como de materiales comerciales obtenidos por distintos procesos de manufactura. Ambas deben de cumplir con la norma ASTM D 638 (Illinois Tool Works Inc., 2016) cuyos parámetros están estipulados en la práctica 1. Las propiedades de estas probetas se determinarán en la segunda sesión, el objetivo es medir las propiedades a tensión de los polímeros.

La máquina universal entrega los datos de carga (F) y desplazamiento ($L - L_0$), pero las curvas que se obtendrán por construir son esfuerzo contra deformación. Para obtener estos valores, se utilizan las siguientes ecuaciones:

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

$$\varepsilon = \frac{L - L_0}{L_0}$$

7.5 Actividades para el alumno

El alumno observará las características de los procesos desarrolladas y las reportará en la tabla 7.1. Además, deberá investigar que productos industriales y de uso común son fabricados por estos procesos.

TABLA 7.1 Características de los procesos de moldeo de polímeros

Proceso	Material	Producto final	Características visuales	Ejemplos
Inyección				
Extrusión				
Soplado				

- *Generación de probetas*

El alumno generará las probetas de polímero por inyección en moldes en la forma tradicional de probetas de tensión. Estas dimensiones son de acuerdo con la norma ASTM D 638 (Illinois Tool Works Inc., 2016), cada muestra se le deben corroborar las dimensiones (evitando que haya defectos como impurezas, burbujas de aire, etc.).

Se eligió poliestireno como material de las probetas gracias a que su temperatura de fusión es baja (240 °C), su densidad también es baja (1.04 g/cm³), y al bajo costo de sus pellets 1 USD/kg (Zakaria y Omar, 2014). De ellas se determina el efecto de la dirección preferencial de la inyección en las propiedades mecánicas del producto final. Al menos seis probetas deben ser generadas, obteniendo conjuntos de tres probetas por cada dirección.

Adicionalmente, deberá generar probetas de polímeros conformados por extrusión y soplado, y obtendrá al menos tres probetas para cada proceso. Se fabricarán las probetas de placas o barras comerciales.

- *Pruebas de tracción a velocidad de deformación constante*

Para los ensayos de tracción, se coloca cada una de las probetas (las que no fueron fabricadas por inyección) en la máquina universal. El ensayo se lleva a cabo a una velocidad de desplazamiento de 1mm/min (ASTM D142-94). El alumno observará las curvas carga vs. desplazamiento que arroja la máquina, consecuentemente, estas se utilizarán para generar las gráficas de esfuerzo- deformación ingenieril (Zakaria y Omar, 2014).

El alumno reportará los resultados obtenidos de estos ensayos en la siguiente tabla:

TABLA 7.2 Resultados de ensayos a tracción

Resultados tracción en polímeros								
Número de probeta	Material de la probeta	Método de obtención de la probeta	Módulo de Young exp. (E_{exp}) [MPa]	Módulo de Young teórico (E_{teo})	Error relativo porcentual para el Módulo de Young	Resistencia a la tracción exp. (σ_{exp}) [MPa]	Resistencia a la tracción teórica (σ_{teo}) [MPa]	Error relativo porcentual para la resistencia a la tracción
1								
2								
3								
4								
5								

Después comparará el valor del módulo de Young para cada material con aquel de la literatura y explicará a qué se deben las discrepancias. Enseguida deberá analizar los tipos de fracturas para cada muestra (fractura dúctil, fractura frágil, o fractura intermedia).

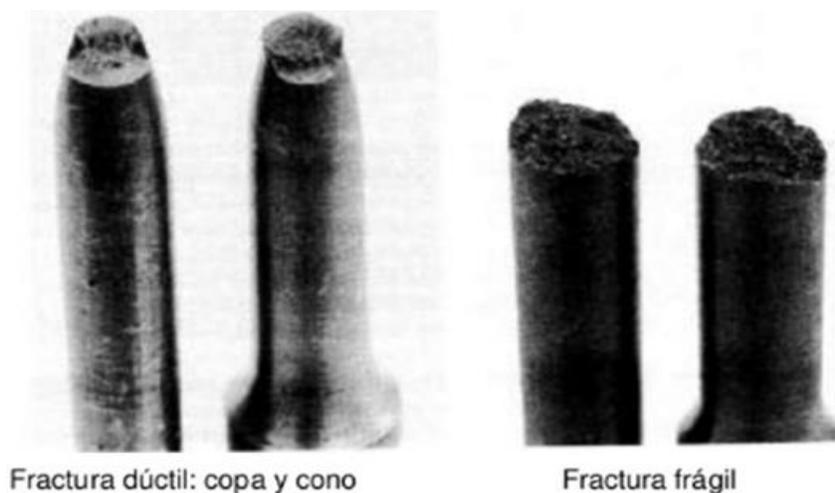


FIGURA 7.6 Fractura dúctil y frágil (Illinois Tool Works Inc., 2016)

- *Pruebas en probetas fabricadas con inyectoros manuales*

Se realizan los ensayos para las probetas de poliestireno, fabricadas con los inyectoros manuales. Con los resultados de estas pruebas deberá observar si existe alguna relación con las propiedades mecánicas y la dirección de inyección en los polímeros. Además, reportará si existen defectos de inyección (mencionados en la introducción) y se determinará si existe una relación entre la frecuencia de los defectos y la dirección de inyección.

TABLA 7.3 Ensayos a tracción para probetas con diversas direcciones de inyección

Probeta	Dirección de inyección	Resistencia a la tracción [MPa]	Defectos de inyección
1			
2			
3			
4			
5			
6			

7.6 Bibliografía

- [1] Illinois Tool Works Inc.. ASTM D638 *Ensayos de tracción de plásticos y coeficiente de Poisson*, <http://www.instron.es/es-es/testing-solutions/by-material/plastics/tension/astm-d638-10---possions-ratio>, 2016.
- [2] Fried, J. R., *Polymer Science & Technology*. Westford, MA: Prentice Hall, 2014.
- [3] Groover, M. P., *Fundamentos de manufactura*. Distrito Federal: McGraw Hill Interamericana, 2007.
- [4] Zakaria, M., & Omar, M. F., *Laboratory Manual for Polymer Properties*. Perlis: Universiti Malaysia Perlis, 2014.
- [5] Bruce, A. (s.f.). Ductile vs. Brittle polymers. Obtenido de Polymer Processing and Testing: <https://sites.google.com/site/mse553g6lab7/lab-2-1/results-discussion/ductile-brittle>
- [6] Yu, X., *Structure and Property of Injection-Molded*. Polymer Engineering & Science, 2009.
- [7] Shangqin Yuan, *Extrusion-based additive manufacturing of PEEK for biomedical applications*. Virtual and Physical Prototyping, 2015.

PRÁCTICA 8. Fabricación de sólidos celulares mediante manufactura aditiva y caracterización a compresión

8.1 Objetivos

- Diseñar una probeta de celda abierta y una de celda cerrada con ayuda de un software de diseño asistido por computadora.
- Fabricar mediante manufactura aditiva (impresión 3D) las probetas dibujadas.
- Determinar la densidad relativa y la porosidad de las probetas.
- Determinar las propiedades mecánicas de las probetas con un ensayo de compresión.

8.2 Introducción

- *Manufactura aditiva*

Manufactura aditiva es el nombre oficial usado en la industria de manufactura, cuya descripción está registrada en la norma ASTM F2792 para todas las aplicaciones de tecnologías de prototipos rápidos.

Se define como el proceso de agregar o unir materiales, mediante la adición de capa tras capa de material (polímeros, metales, concreto, etc.) para construir objetos a partir de modelos de computo CAD 3D (Diseño Asistido por Computadora 3D). Su opuesto es la manufactura sustractiva, donde se corta el material (CNC).

Las aplicaciones principales de la manufactura aditiva son para la creación de prototipos rápidos, usando diseño y modelado, para fabricación directa de partes, revisión de ajustes de formas en ensambles y verificación de prototipos funcionales.

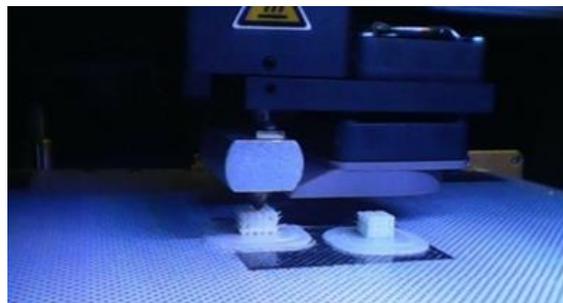


FIGURA 8.1 Manufactura aditiva

Si bien la tecnología se introdujo por primera vez en la década de 1980, sus primeros usos se centraron en la creación de prototipos y la previsualización de los modelos de producción masiva, antes de un modelo final. Desde entonces, la manufactura aditiva ha evolucionado y se está utilizando para crear productos de uso final en todas las industrias.

Una vez que el CAD está hecho, el equipo de manufactura aditiva lee la información del archivo y comienza a depositar capas de material líquido para fabricar el objeto.

8.3 Material y equipo por utilizar

Material (por grupo):

- Carrete de polímero Z-ABS o Z-PS
- Calibrador con Vernier
- Balanza
- Probeta graduada

Equipo:

- Equipo de cómputo con un software de diseño
- Impresora 3D Zortrax M200

8.4 Desarrollo experimental

- *Especificaciones de las probetas*

Para el caso de las probetas hechas por manufactura aditiva que serán sometidas a pruebas de compresión, se tiene una limitante en cuanto a su tamaño, ya que están relacionadas al tiempo de fabricación, por lo que se sugiere una forma cúbica con un tamaño aproximado de 15 mm por lado. (No hay limitantes en la norma ASTM D695).

- *Tamaño de celda*

Según la norma ASTM 3576, se tiene la siguiente expresión para obtener el tamaño de celda en una muestra de un sólido celular:

$$d = t (1.623)$$

Donde:

- d : tamaño de la celda
- t : espesor promedio de la cuerda celular

De tal forma se tiene considerado que las probetas sean cúbicas y tengan a lo largo de una dimensión 5 celdas, por lo que el tamaño de celda sería de 3 mm. Considerando lo anterior, se tiene que el espesor de la cuerda celular sea hasta 1.84 mm.

Por otro lado, el espesor del extrusor de la impresora tiene una dimensión mínima de 0.9 mm, por lo que cumple con las especificaciones para manufacturar las probetas con esta tecnología.

- *Metodología de la manufactura*

1. Identificar el tipo de probeta que se quiere realizar para dibujar la celda unitaria en un software de diseño.
2. Una vez dibujada, realizar las operaciones de “patrón” para obtener una figura tridimensional cúbica que cumpla con los requisitos de cuerda celular y tamaño de probeta descritas anteriormente.
3. Una vez terminado el modelo, exportarlo en un archivo con extensión .stl y guardarlo en una memoria.
4. A continuación, necesitaremos de la impresora Zortrax M200 conectada y encendida, así como una computadora con el software de la impresora para poder manipular los parámetros de impresión.

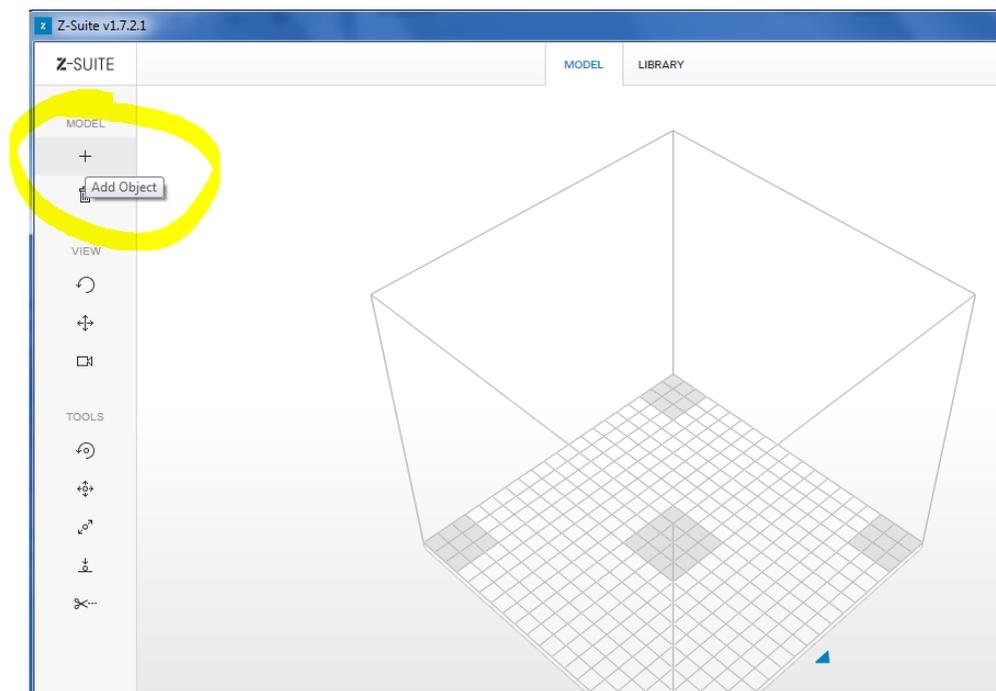


FIGURA 8.2 Botón para agregar un objeto al área de trabajo

5. La impresora cuenta con una memoria SD que se deberá extraer y conectar a la computadora, así como la memoria donde se encuentra el archivo de la probeta previamente dibujada.
6. Una vez abierto el software de la impresora, se importará el archivo desde el programa para poder visualizarlo en el área de trabajo. Se recomienda leer el manual de la impresora Zortrax M200.
7. Una vez visualizado el objeto, se revisarán los siguientes puntos: verificar que la dimensión de la impresión sea la adecuada (el dato se ubica en la parte inferior de la ventana), revisar que la estructura sea la prevista y se encuentre orientada correctamente.

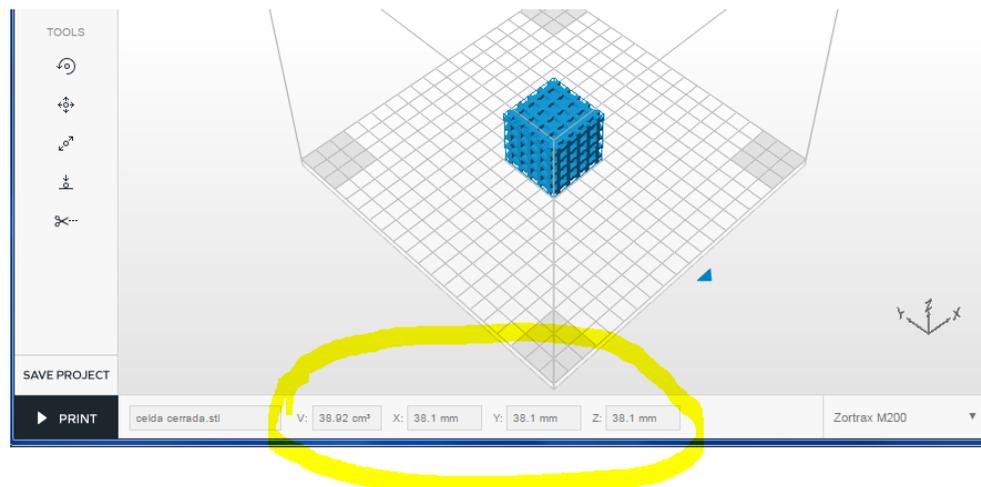


FIGURA 8.3 Ubicación de las dimensiones de impresión

8. Si el modelo quedó en una orientación que no es la deseada, se podrá corregir con la herramienta de “Rotar objeto”; si la figura tiene un tamaño distinto al que se requiere, se tiene la herramienta de “Redimensionar objeto” para corregirlo; y si la probeta se encuentra fuera del área de trabajo, se tiene la herramienta de “Mover objeto”. Cuando se solucionen los puntos anteriores, con la opción de “Añadir objeto”, se colocarán cuatro probetas más dentro del área de trabajo. Se pueden colocar las probetas donde se quiera, siempre cuidando que la ubicación de estas no exceda el espacio y que no se superpongan; en dado caso que esto ocurra, se puede solucionar con la herramienta de “Mover modelo”. Se recomienda ubicarlas en el centro a la misma distancia una de la otra.

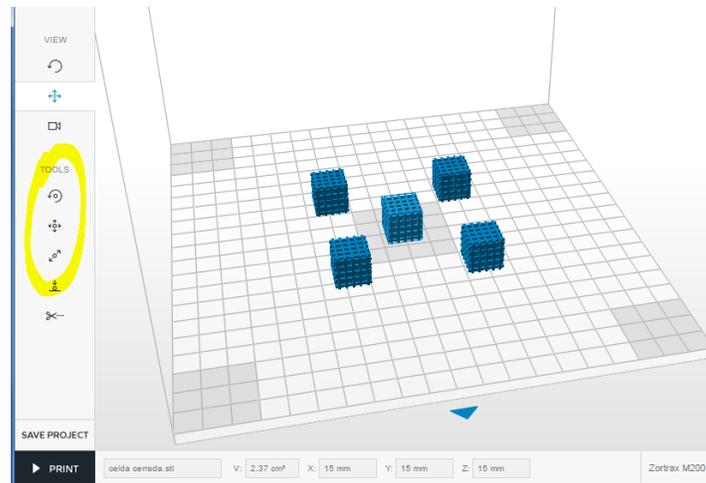


FIGURA 8.4 Ubicación de las herramientas para mover, redimensionar y rotar objeto para manipular las probetas, así como la ubicación en que se recomienda colocar las cinco probetas

9. El siguiente paso es dar clic en el botón de “Imprimir” que se encuentra en la parte inferior derecha de la ventana.

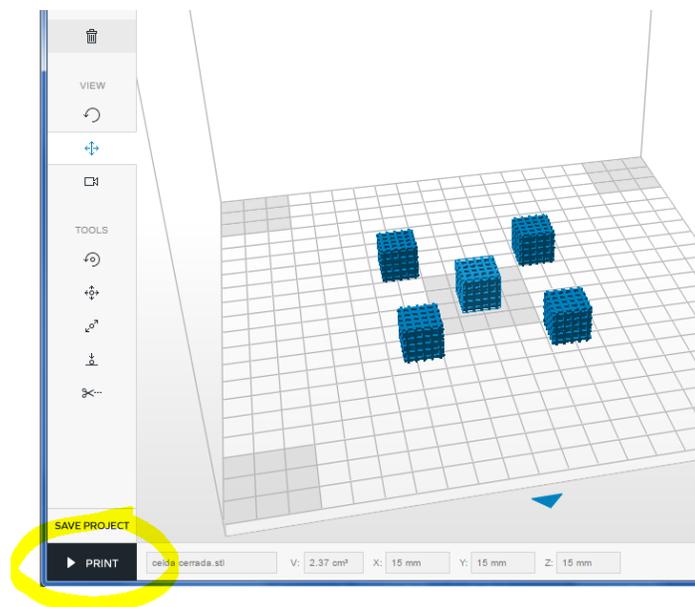


FIGURA 8.5 Ubicación del botón Imprimir

10. Se desplegará un menú con opciones de impresión, se recomienda utilizar los siguientes parámetros:

- ✓ Profile (Perfil): Z-ABS, ya que es el tipo de material que se empleará en la impresión.
- ✓ Layer Thickness (espesor de capa): 0.09 mm, se recomienda utilizar el espesor más bajo ya que las geometrías que se manufacturarán serán pequeñas y contienen estructuras que requieren una gran resolución.
- ✓ Quality (calidad): HIGH, por la misma razón requerimos una calidad alta para obtener geometrías más parecidas al dibujo.
- ✓ Infill (relleno): MAXIMUM, se recomienda utilizar un relleno máximo para llenar completamente de material las partes sólidas.
- ✓ Support (soporte): 0°, debido a que se trata de geometrías pequeñas, no se requiere de un soporte durante la manufactura.
- ✓ Fan Speed (velocidad del ventilador): AUTO, se recomienda dejar la opción habilitada para que el ventilador funcione de forma automática durante la manufactura.

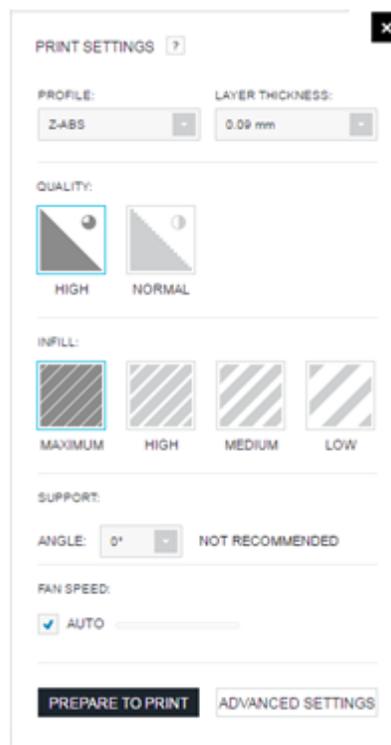


FIGURA 8.6 Parámetros de impresión

11. Cuando se hayan ajustado los parámetros, dar clic en el botón de “Prepararse para imprimir”. Inmediatamente, el software comenzará a cargar los datos e instrucciones necesarias para crear un archivo.
12. Al finalizar de cargar, se presentarán en la parte inferior de la pantalla los parámetros de impresión, así como el tiempo y la cantidad de material que se empleará para la manufactura.

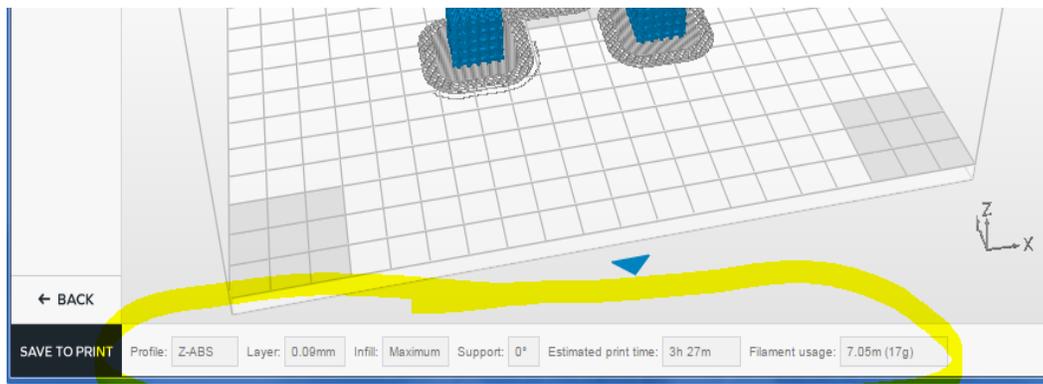


FIGURA 8.7 Parámetros finales de impresión

13. Si los parámetros resultan adecuados para la complejidad y el tamaño de las probetas, se guardará el archivo con el botón “Guardar para imprimir”, en caso contrario, se ajustarán los parámetros de impresión, según sea el caso.
14. El archivo deberá ser guardado en la memoria SD de la impresora, preferentemente con un nombre clave, según la probeta, para poder identificarlo fácilmente.
15. Posteriormente, la memoria SD deberá colocarse en la impresora dentro de la ranura correspondiente. Con ayuda de la perilla de la impresora, se buscará el archivo en la siguiente ubicación: Models > Nombre del archivo. Se presionará con la perilla y aparecerán los parámetros del archivo para su manufactura.
16. Una vez seleccionado con la perilla el nombre del archivo se presionará en la opción de “Print” e inmediatamente comenzará a trabajar la impresora, calentando el extrusor, la placa y se realiza una calibración en cuanto a la distancia entre el extrusor y la placa.
17. Cuando la impresora termine de manufacturar las probetas, estas se retirarán con precaución, ya que la placa se encontrará un poco caliente y cualquier movimiento brusco puede dañar la impresora o las probetas. Es indispensable utilizar los guantes y lentes de seguridad, así como la espátula que se encuentran dentro del kit de accesorios de la impresora.
18. Después de retirar las probetas de la placa, también se deberán retirar las correspondientes bases.
19. Al finalizar se deberá limpiar y dejar todo en orden, apagar y desconectar la impresora y dejarla en el lugar que le corresponda.

Notas importantes:

- ❖ Verificar que la impresora cuente con el material suficiente para la manufactura.
- ❖ Asegurarse de que el filamento de material no se encuentre atorado durante el proceso de manufactura de las probetas.
- ❖ Evitar soplar o dejar abierta la cubierta cuando la impresora esté trabajando, ya que puede ocasionar que se cancele la operación.
- ❖ Si en algún momento se requiere cancelar o pausar la operación, basta con dejar presionada la perilla de la impresora durante 10 segundos. No desconectar.
- ❖ En ningún momento mover o interferir con la trayectoria del extrusor, puede causar daños en la impresora.
- ❖ Cualquier aspecto relacionado con la impresora podrá revisarse detalladamente en el manual.

Después de la manufactura mediante la impresora Zortrax M200 se obtuvieron las siguientes probetas listas para el ensayo de compresión:

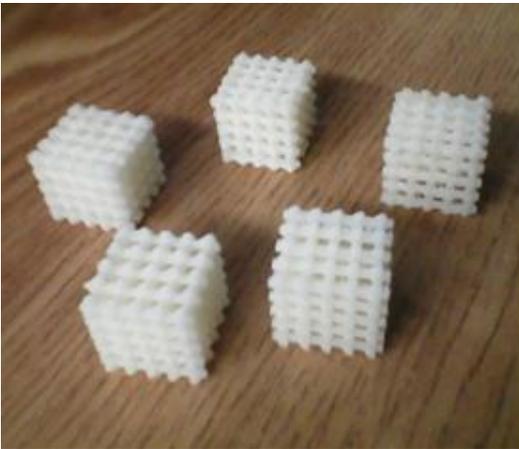


FIGURA 8.8 Ejemplo de probetas de celda abierta

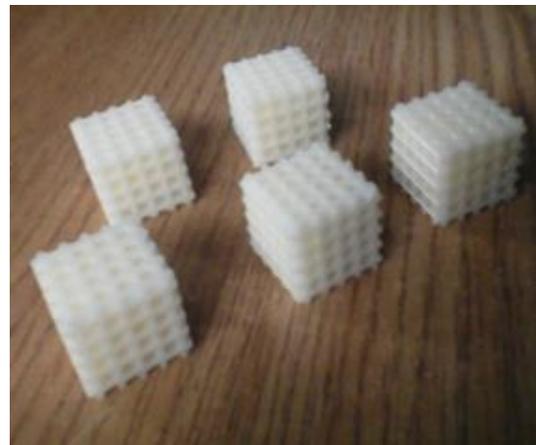


FIGURA 8.9 Ejemplo de probetas de celda cerrada

- *Propiedades del material de impresión (Z-ABS)*

A continuación, se presentan algunos parámetros del material de trabajo de la impresora Zortrax M200, los cuales servirán para obtener algunos datos y hacer una comparación en los resultados obtenidos.

TABLA 8.1 Propiedades del material Z-ABS

Densidad	1.03 [g/cm ³]
Módulo de Elasticidad	565 [MPa]

- *Densidad relativa*

La densidad relativa es un parámetro importante en este tipo de sólidos, ya que constituye una fracción del material original en un mismo espacio para su caracterización.

Para obtener este parámetro, se pesa y también se calcula el volumen de la probeta (incluyendo los espacios vacíos), de tal forma que la operación de ese peso entre el volumen de la probeta da como resultado la densidad aparente, como se muestra a continuación:

$$D_R = \frac{\text{Peso de la probeta}}{\text{Volumen de la probeta}}$$

TABLA 8.2 Tabla de datos para obtener el parámetro de densidad relativa

Probeta	Peso [g]	Volumen [cm ³]	Densidad Relativa [g/cm ³]	Densidad del material [g/cm ³]	Porcentaje de la densidad del material [%]
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					

- *Porosidad*

Por otro lado, el dato de porosidad es importante para conocer el volumen de espacio dentro del sólido que no tiene material, el cual está relacionado con la densidad relativa. Se obtiene como la relación del volumen de espacio sin material y el volumen total. Por lo que se puede obtener el dato del volumen vacío a partir de conocer el volumen de material, si se conoce su densidad y peso, con la siguiente expresión:

$$\text{Porosidad} = \frac{\text{Volumen total} - \text{Volumen de material}}{\text{Volumen total}} = \frac{\text{Volumen de espacio sin material}}{\text{Volumen Total}}$$

TABLA 8.3 Tabla de datos para obtener el parámetro de Porosidad

Probeta	Volumen total [cm ³]	Volumen de material [cm ³]	Volumen de espacio vacío [cm ³]	Porosidad [%]
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				

8.5 Actividades para el alumno

- Realizar el modelo de la celda unitaria en el software de diseño para hacer el modelo de una probeta y exportarla a un formato legible por el software de la impresora 3D.

- Realizar la modificación de parámetros de impresión para optimizar tiempo y obtener la probeta de un sólido celular.
- Obtener la densidad relativa y la porosidad de la probeta.
- Realizar un ensayo de compresión a cada probeta para obtener las propiedades mecánicas, reportar los resultados de las diferentes configuraciones de celda.
- Obtener la carga máxima, el módulo de elasticidad, la deformación máxima y compararlas.
- Obtener las gráficas de “Carga vs Desplazamiento” y “Esfuerzo vs Deformación”.
- Realizar una comparación entre los tipos de probetas.

8.6 **Bibliografía**

- [1] Manufactura Aditiva, en URL= <http://www.3dcadportal.com/manufactura-aditiva.html>, consultado en enero de 2017.
- [2] Manufactura Aditiva, en URL= <https://trision3d.com/manufactura-aditiva/>, consultado en enero de 2017.
- [3] Norma ASTM F2792-10, “Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies”, 2010.
- [4] Norma ASTM 3576-98, “Standard Test Method for Cell Size of Rigid Cellular Plastics”, 1998.
- [5] Norma ASTM D695-10, “Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Plastics”, 2010.
- [6] Norma ASTM D1621-10, “Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Cellular Plastics”, 2010.

PRÁCTICA 9. Caracterización de superficies poliméricas: Análisis estadístico de la rugosidad y obtención del coeficiente de fricción mediante pruebas en el AFM

9.1 Objetivos

- Obtener los parámetros de rugosidad estándar sobre la superficie de probetas ensayadas en el microscopio de fuerza atómica, con ayuda del *software* NanoScope Analysis®.
- Determinar coeficientes de fricción a través del análisis de los datos obtenidos en el microscopio de fuerza atómica a través de Wolfram Mathematica®.
- Obtener perfiles de rugosidad para diferentes polímeros y determinar las curvas que definen la función de densidad de probabilidad y la función de distribución acumulada mediante Wolfram Mathematica®.

9.2 Introducción

- *Tribología*

La tribología es la ciencia que estudia el contacto entre superficies que interactúan con movimiento relativo entre sí. Su campo de estudio comprende tres temas principales: fricción, desgaste y lubricación, (Rahnejat, 2008).

La fricción involucra dos efectos, la resistencia que ejerce un material sobre otro para mantener un movimiento relativo o simplemente para sacar a un cuerpo de su posición de equilibrio, el primer efecto es conocido como fricción cinética, el segundo, como fricción estática.

El desgaste se define como el daño progresivo que sufre una superficie, es producido por la diferencia entre las propiedades de los materiales en interacción, la estructura de las superficies en contacto y, además, los esfuerzos presentes tanto entre ellos como dentro de ellos.

La lubricación disminuye los efectos o consecuencias de la fricción y el desgaste, formando una película entre cada uno de los materiales que interactúa, reduciendo los esfuerzos y facilitando el deslizamiento de una superficie sobre otra.

La complejidad de los términos descritos brevemente en los párrafos anteriores ejemplifica a grandes rasgos la magnitud e importancia del estudio de la tribología como una ciencia.

- *Rugosidad*

La textura de una superficie define la desviación de picos y valles que conforman la topografía tridimensional de la misma.

La rugosidad define irregularidades finas que interesan en el diseño y la evaluación de pares de contacto sin lubricación o con películas delgadas de algún fluido.

El estudio detallado de una superficie demuestra que su irregularidad sigue un patrón complejo de longitudes de onda, por encima de las cuales se halla otro patrón similar, pero a menor escala, este concepto es conocido como auto-afinidad.

El modo de medir tales irregularidades ha sido caso de estudio para la estadística, lo cual ha permitido cuantificarlas mediante parámetros de rugosidad que, como ciertas propiedades, son el producto de los procesos que sufre la superficie de un material previamente. Existen parámetros como amplitud, espaciamento y forma que en conjunto describen los perfiles de rugosidad.

A continuación, se describen algunos parámetros de rugosidad estándar:

1. Rugosidad promedio (Ra): Es la desviación promedio de la medición de picos y valles (valor absoluto) a partir de la elevación media aritmética del perfil de rugosidades.
2. Rugosidad media cuadrática (R_{RMS} o Rq): Es la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de las desviaciones individuales a partir de la línea media dentro de la longitud de la muestra (en estudio), es decir, la desviación estándar σ de la media aritmética de la desviación vertical desde la línea media.

Considerando que L es la longitud total del perfil medido, z el perfil de rugosidad a través de una línea de referencia x y m es la línea media que divide por la mitad el área definida por el perfil; entonces

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |z - m| dx$$

Donde:

$$m = \frac{1}{L} \int_0^L z dx$$

R_{RMS} o Rq (rugosidad media cuadrática):

$$Rq^2 = R_{RMS}^2 = \frac{1}{L} \int_0^L z^2 dx$$

Que para el caso especial donde m es cero:

$$Rq = \sigma$$

3. Altura de pico a valle (Rz): Valor medio aritmético entre los cinco picos más altos (P) y los cinco valles más profundos (V) dentro de una sección en estudio, medida desde una línea de referencia paralela a la línea media, pero que no cruza el perfil de rugosidad.

$$Rz = \frac{(P_1 + P_2 + \dots + P_5) - (V_1 + V_2 + \dots + V_5)}{5}$$

4. Altura máxima de pico a valle ($R_{m\acute{a}x}$ o Ry): Como su nombre lo indica, es la máxima altura de pico a valle dentro de la región o sección en estudio.

El análisis del perfil de rugosidades de una sección determinada permite obtener funciones estadísticas que resultan prácticas para reducir el número de parámetros analizados, como lo son:

1. Función de densidad de amplitud (ADF): Representa la fracción de superficie que se encuentra comprendida entre el pico más alto y el valle más profundo de cierta sección analizada. La rugosidad media cuadrática R_{RMS} es la desviación estándar de la ADF.
2. Curva del área de apoyo o carga (BAC): Medida en porcentaje, es una función relacionada con la ADF que representa un plano, como una superficie lisa que recorre desde el pico más alto hasta el valle más bajo o viceversa del perfil de rugosidad. Por ejemplo, cuando el plano toca el punto superior de la superficie, la relación de apoyo o carga es 0%, y cuando llega al punto inferior la relación aumenta al 100%, (Khonsari, 2001).

- *Microscopio de fuerza atómica (AFM)*

La invención del microscopio de fuerza atómica (AFM) surgió con el fin de extender las aplicaciones del microscopio de efecto túnel (STM) y llevar a cabo el análisis de materiales no conductores a una escala atómica.

Un AFM utiliza una punta de prueba atacada químicamente, con el fin de conseguir un material semiconductor, que usualmente tiene un radio menor a 100 [nm]; la punta sirve para realizar pruebas mecánicas (adhesivas, magnéticas, ópticas, térmicas, entre otras), ésta trabaja de manera similar a un perfilómetro, que se acerca a la superficie (suavemente pulida) y se desplaza al efectuar desplazamientos laterales, indentaciones o simplemente aproximaciones, dependiendo del modo en el que el microscopio sea utilizado.

La fuerza electromecánica entre la superficie de la muestra y la punta de prueba produce la deflexión de un cantiléver (censada por un haz de láser o alguna otra técnica de resolución nanométrica), su movimiento recorre las irregularidades y las convierte en señales eléctricas analógicas. La rugosidad de la superficie es medida con una resolución lateral en un rango de menos de 2 [nm].

Los perfilómetros modernos pasan la señal a través de filtros que separan longitudes de onda largas (ondulaciones) de los componentes de las longitudes de onda cortas (rugosidades). La señal es amplificada posteriormente para un análisis más detallado por medio de algún *software*. Mientras la punta se desplaza, un mapa tridimensional de la textura de la superficie puede ser obtenido mediante una herramienta especial que agrega un segundo eje de movimiento para repetidas trazas espaciadas (paralelas) sobre la superficie.

El AFM cuenta con diferentes modos de uso, entre los principales se encuentra el modo *tapping* (dinámico) y el modo *contacto* (estático), estas se diferencian por la forma en que la punta interactúa con la muestra.

En el modo *tapping*, la punta se aproxima a la muestra y se hace oscilar el cantiléver, ello provoca la generación de fuerzas de *Van der Waals* entre la superficie de la muestra y la punta, que su vez producen cambios en la frecuencia de resonancia del cantiléver, relacionadas con el desplazamiento en dirección Z de la punta. En cambio, en el modo *contacto*, la punta toca la superficie y al desplazar la muestra con respecto de la punta en dirección X , o Y se generan fuerzas, que se relacionan con el cambio de la distancia en z de la punta, (Figuroa, 2016).

9.3 Material y equipo por utilizar

Material (por grupo):

Probetas de polímeros para ensayo en el microscopio de fuerza atómica realizadas en la práctica 1 del presente manual.

Equipo:

- Microscopio de fuerza atómica

Herramientas adicionales:

- *NanoScope Analysis*®
- Lector de archivos de texto como *Bloc de notas*®
- *MatLab*®
- *Wolfram Mathematica*®

9.4 Desarrollo experimental

- *Especificaciones de las probetas*

Se fabricaron tres probetas en forma de prisma rectangular con tres polímeros diferentes, de acuerdo con las siguientes dimensiones adecuadas para el microscopio de fuerza atómica:

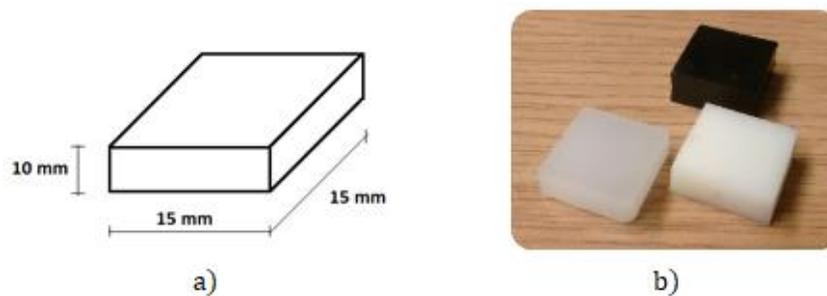


FIGURA 9.1. a) Dimensiones. b) Fotografía de las probetas poliméricas (Polietileno de baja densidad, alta densidad y Nylamid)

- *Procesamiento de datos para la obtención del coeficiente de fricción*

La fuerza lateral o fuerza de fricción está dada por el producto de un coeficiente por la suma de la fuerza normal aplicada más la fuerza normal en la interacción del par de contacto entre la punta del silicio bañada con antimonio y el material en estudio. Cabe destacar que la cantidad de antimonio se desprecia debido a que solo es un elemento dopante que no modifica la estructura interna y, por lo tanto, es posible considerar las propiedades del silicio en este caso:

$$F_L = \alpha (F_N + F_N^{\text{int}})$$

El coeficiente alfa (α) considera la fricción entre fuerzas intermoleculares (F_N^{int}) (que dependen de cada uno de los materiales) y las fuerzas en la superficie del cuerpo (F_N).

La fuerza normal de interacción es mucho menor a la fuerza normal aplicada, por lo que, para fines de esta práctica se considerará despreciable,

$$F_N \gg F_N^{\text{int}}$$

Para determinar la fuerza lateral entonces, es necesario considerar la flexión del cantiléver y la distancia que recorre la punta durante el ensayo.

$$F_L = k_L \Delta$$

En el caso de la dirección vertical, la constante de resorte en la dirección normal (k_N), evaluado a una determinada altura (Δz).

$$F_N = k_N \Delta z$$

Entonces, considerado μ como el coeficiente de fricción del material,

$$\mu = \frac{F_L}{F_N} = \frac{k_L}{k_N} \left(\frac{\Delta x}{\Delta z} \right)$$

La constante del resorte lateral que en este caso representa una viga en cantiléver

$$k_L = \frac{G t^3 w}{4 h^2 L}$$

donde $G \hat{=}$ Módulo de rigidez a corte, $t \hat{=}$ Espesor, $w \hat{=}$ Ancho $h \hat{=}$ Altura y $L \hat{=}$ Longitud

Los datos geométricos se refieren a las especificaciones del cantiléver empleado, en tanto que G representa las propiedades del material con que se ha fabricado la herramienta (punta y cantiléver)

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)}$$

donde $E \hat{=}$ Módulo de elasticidad y $\nu \hat{=}$ Relación de Poisson

La fuerza lateral F_L , para la cual se utilizan los datos del desplazamiento lateral hacia delante Δx_{FWR} y hacia atrás (Δx_{BWR})

$$(F_L) = k_L \frac{(\Delta x_{FWR}) + (\Delta x_{BWR})}{2}$$

Para el caso de la fuerza normal (F_N), en cambio, se utilizarán los datos del registro de altura hacia delante (Δx_{FWR}) y hacia atrás (Δx_{BWR})

$$(F_N) = k_N \frac{(\Delta z_{FWR}) + (\Delta z_{BWR})}{2}$$

En esta última expresión k_N representa la constante del resorte obtenida a partir de la hoja de especificaciones de la punta.

TABLA 9.1. Especificaciones generales de la punta y el cantiléver
(Bruker Nano Inc., 2017)

Punta		Cantiléver	
Geometría:	Rotada (Simétrica)	Material:	0.01 – 0.025 Ω cm Antimonio (<i>n</i>) dopado con Si
Altura (<i>h</i>):	0.6 μm	Geometría:	Rectangular
Ángulo frontal (FA):	$15 \pm 2^\circ$	Número de cantiléver:	1
Ángulo trasero (BA):	$25 \pm 2^\circ$	Espesor (Nom):	6.25 μm
Ángulo lateral (SA):	$17.5 \pm 2^\circ$	Espesor (RNG):	5.0 - 7.5 μm
Radio (Nom):	8 nm	Recubrimiento de la parte posterior:	Aluminio
Radio (Máx):	12 nm	Capa superior:	40 \pm 10 nm de Al
Retroceso (TSB)(Nom):	15 μm	Longitud (Nom):	125 μm
Retroceso (TSB)(RNG):	5 - 25 μm	Ancho (Nom):	40 μm

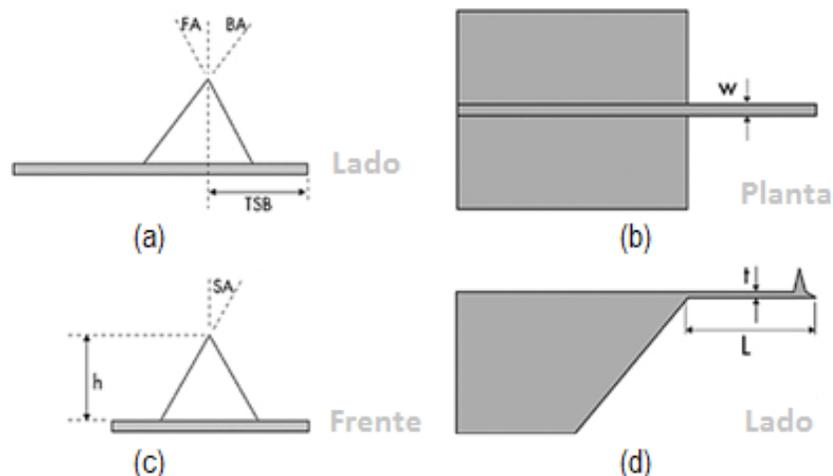


FIGURA 9.2. Esquema de la punta y el cantiléver. (a) Vista lateral y (c) vista frontal de la punta. (b) Vista superior y (d) vista lateral del cantiléver (Bruker Nano Inc., 2017)

9.5 Actividades para el alumno

- *Ensayo en el microscopio de fuerza atómica*

Para los ensayos en el AFM, se seguirán los siguientes pasos (Eathon, 2010):

1. Colocará la punta cuidadosamente en el chip Carrier (porta puntas) con apoyo de un soporte especialmente diseñado para dicha acción.
2. Colocará el chip carrier en el cartucho de mediciones para modo contacto.
3. Alineará el láser y fotodetector hasta lograr el máximo valor de voltaje, mismo que corresponde a la menor desviación de la señal de deflexión y lateral en el fotodetector.
4. Bajará la punta hasta llegar a la altura ideal para realizar el ensayo.
5. Establecerá los parámetros del escaneo y los canales de medición deseados. Para la presente práctica es necesario obtener datos de deflexión lateral y alturas.
6. Comenzará el escaneo y guardará los datos.

Mediante espectroscopia de fuerza, es decir, la aproximación de la punta a la superficie antes de llegar a un rango plástico (antes de una indentación), es que se obtienen gráficas como la siguiente, cuya pendiente representa un factor de calibración que será empleado más adelante en el desarrollo analítico para conocer los efectos de la punta sobre el material.

Se obtendrán entonces las pendientes seleccionando dos puntos que comprendan un rango con menor variación o ruido, como se observa en la figura:

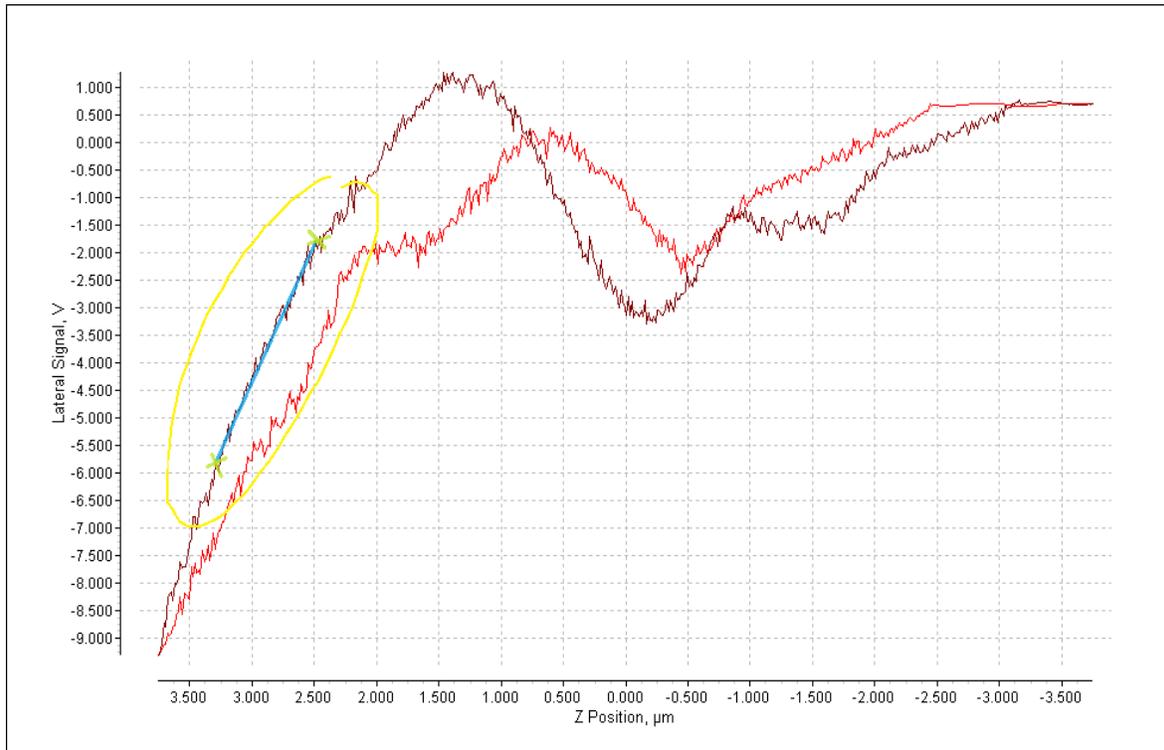


FIGURA 9.3 Obtención de la constante del resorte mediante espectroscopia de fuerza sobre el Nylamid. La curva mejor definida (izquierda) representa la deflexión del cantiléver al desplazar la punta hacia abajo y la otra curva, con mayor ruido (lado derecho) representa el comportamiento del cantiléver al retirar la carga

$$\text{HDPE, pendiente de } 2.4257 \left[\frac{\mu\text{m}}{\text{v}} \right]$$

$$\text{LDPE, pendiente de } 4.5505 \left[\frac{\mu\text{m}}{\text{v}} \right]$$

$$\text{Nylamid, pendiente de } 2.7939 \left[\frac{\mu\text{m}}{\text{v}} \right]$$

- *Obtención de datos con apoyo de NanoScope Analysis®*

Al ejecutar el software aparecerá un ícono igual al mostrado en el extremo izquierdo de la siguiente figura (*Open File*).



FIGURA 9.4 Se muestra parte de la barra de tareas del espacio de trabajo en NanoScope Analysis[®] con los cinco íconos de mayor interés para la presente práctica. Open File (abrir archivo), Roughness (rugosidad), Section (sección o línea), Step (huella), Clean Image (limpiar imagen) y Flatten (aplanar), en orden de izquierda a derecha

Después de seleccionar la opción *Open File* con el botón izquierdo del ratón, abrir los siguientes archivos para evaluarlos y obtener datos útiles para análisis posteriores:

- Alturas hacia adelante
- Alturas hacia atrás
- Desplazamientos laterales hacia adelante
- Desplazamientos laterales hacia atrás

Cabe aclarar que el procedimiento deberá llevarse a cabo para cada uno de los materiales.

El primer paso para manipular los resultados mostrados (producto de los ensayos en el *AFM*) tiene que ver con dos íconos que se muestran en la imagen de la barra de tareas del lado derecho, *Clean Image*, opción que sirve para limpiar la imagen del ruido sobre los datos obtenidos y *Flatten* para equilibrar la muestra sobre el plano de la superficie analizada, esto debido a la inclinación que, en ocasiones, presenta una pieza después del pulido; ambos, se seleccionarán y ejecutarán sin efectuar modificaciones en las propiedades mostradas.

Una vez que los archivos se encuentran abiertos, limpios y balanceados se trabajará con ellos, como se describe a continuación en cada uno:

- Alturas hacia adelante

Los tres íconos seguidos de *Open file*, yendo de izquierda a derecha sobre la barra de tareas y señalados en la imagen anterior, son *Roughness*, *Section* y *Step*, los cuales se emplearán para la determinación de parámetros de rugosidad y funciones estadísticas de los perfiles.

a. Roughness (aspereza, rugosidad)

Se seleccionará el ícono y se ejecutará sin modificación ni trazo de alguna región (lo cual entregará resultados de parámetros evaluados en toda el área escaneada), obteniendo los parámetros de rugosidad principales de la superficie.

Llenar la siguiente tabla:

TABLA 9.2 Parámetros de rugosidad sobre la superficie en estudio en cada uno de los materiales

Parámetros de Rugosidad sobre la superficie	Nylamid	HDPE	LDPE
Ra [nm]			
Rq [nm]			
R _{máx} [nm]			

b. Section (sección)

Se seleccionará y trazará una línea o sección (de igual longitud para cada muestra) en el área donde menos variación de alturas se observe (los tonos en la imagen de la muestra, mientras más oscuros, más profundos, lo contrario para los tonos claros, que representan las partes con mayor altura). Una vez seleccionada la línea, se ejecutará automáticamente el análisis (sin efectuar cambio en los parámetros solicitados), logrando obtener tanto el perfil de rugosidad como los parámetros de rugosidad que caracterizan al mismo.

La línea trazada puede trasladarse presionando el botón izquierdo del ratón, moviendo poco a poco la línea para encontrar la menor variación de alturas y obtener dichos datos; después, colocar el cursor sobre el perfil de rugosidad de la línea, presionar el botón derecho del ratón y guardar los datos de altura (formato .txt) para cada punto analizado, así como la gráfica obtenida.

Anotar los resultados obtenidos del trazo de la sección en la siguiente tabla:

TABLA 9.3 Parámetros de rugosidad sobre una sección deseada en cada uno de los materiales

Longitud de la sección	Parámetro de Rugosidad	Nylamid	HDPE	LDPE
49.82 [μm]	Ra [nm]			
	R _{RMS} [nm]			
	Rz [nm]			
	R _{máx} [nm]			

- Topografía (alturas) hacia atrás, desplazamientos hacia adelante y desplazamientos hacia atrás.

Para esto se abrirán los demás archivos, seleccionando una pestaña en la parte derecha de la ventana principal del *software*, *Browse Files* → buscar dicho archivo → presionar el botón derecho del ratón → seleccionar *Export* → *ASCII* y guardar cada archivo como texto (.txt).

Se recomienda llevar un control de archivos similar al siguiente para conocer el origen y las especificaciones de cada uno de ellos:

CSV		Carpeta de archivos	
b1_011717165959	Archivo BMP	2,301 KB	
b1_011717165959	Archivo DAT	23 KB	
HDPE_LatData_CF_S_BWR	Documento de tex...	1,025 KB	HDPE_LatBWR Archivo de valores... 1,024 KB
HDPE_LatData_CF_S_FWR	Documento de tex...	1,027 KB	HDPE_LatFWR Archivo de valores... 1,027 KB
HDPE_TopData_CF_Profile	Documento de tex...	5 KB	HDPE_Profile Archivo de valores... 5 KB
HDPE_TopData_CF_S_BWR	Documento de tex...	1,029 KB	HDPE_TopBWR Archivo de valores... 1,029 KB
HDPE_TopData_CF_S_FWR	Documento de tex...	1,027 KB	HDPE_TopFWR Archivo de valores... 1,027 KB
HDPE_TopGraph_CF_S_Profile	Archivo JPG	22 KB	LatBWR Archivo de valores... 472 KB
NsThumbnails.bin	Archivo BIN	37 KB	LatFWR Archivo de valores... 511 KB
P1_011717145124.SIG_L_R_BKW.FLT	Archivo FLT	257 KB	Profile Archivo de valores... 4 KB
P1_011717145124.SIG_L_R_FRW.FLT	Archivo FLT	257 KB	TopBWR Archivo de valores... 445 KB
P1_011717145124.SIG_TOPO_BKW.FLT	Archivo FLT	257 KB	TopFWR Archivo de valores... 442 KB
P1_011717145124.SIG_TOPO_FRW.FLT	Archivo FLT	257 KB	

FIGURA 9.4 Ejemplo de organización de archivos para el HDPE

Para manipular los datos recabados de NanoScope Analysis® se deberán abrir en algún lector de archivos de texto (como *Bloc de notas*®), se borra la primera línea donde aparecen los encabezados y, posteriormente, se guarda el archivo seleccionando la opción de tipo de formato *todos los archivos*, y escribiendo el nombre del archivo con la extensión “.csv”. Asegurarse de que todos estos documentos estén contenidos en una carpeta.

Por último, para tener listos los datos y efectuar las operaciones posteriores, se ejecutará Matlab®, se abrirá la carpeta que contiene a los archivos CSV de cada uno de los materiales y con ayuda de los comandos: *csvread* y *csvwrite*, abrir y guardar nuevamente como se muestra:

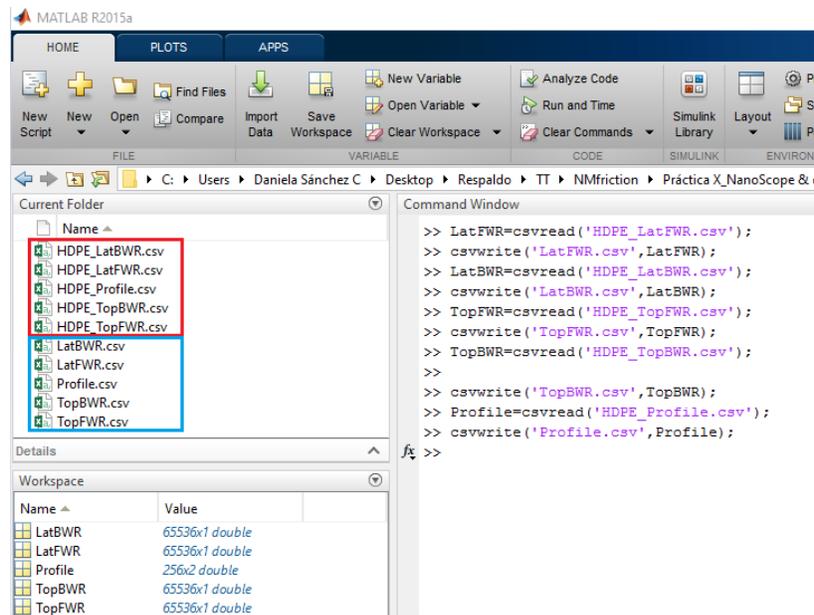


FIGURA 9.5 Espacio de trabajo en Matlab® con los archivos obtenidos para un material. En el extremo izquierdo se muestran dos recuadros, el inferior (contorno azul) que contiene los archivos creados en Matlab® y el superior (contorno rojo) que encierra los archivos previamente creados con el Bloc de notas

Esto eliminará caracteres o espacios que se generen entre los datos y dificulten su manipulación como series o listas de datos.

- *Obtención de las curvas ADF y BAC*

A partir de los datos obtenidos, utilizar algún programa de cómputo que sea capaz de graficar el perfil de rugosidad, la representación gráfica de la función de densidad de probabilidad ADF y la función de distribución acumulada BAC, en este caso se realizó mediante Wolfram Mathematica®.

En el anexo A será posible observar el código empleado para obtener lo siguiente:

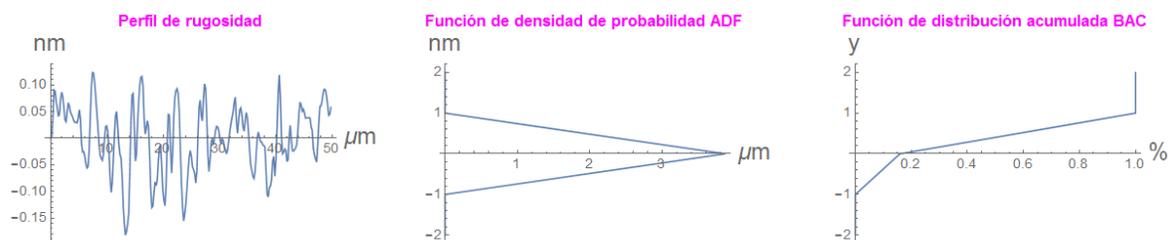


FIGURA 9.6 Representación de las curvas que describen uno de los perfiles de rugosidad obtenidos

- *Obtención de coeficientes de fricción*

Se desarrollará y demostrará la obtención de los coeficientes de fricción mediante Wolfram Mathematica®, para ello se podrá consultar el anexo (A) del presente manual, donde se muestra el código para el LDPE, que tiene la misma estructura que el utilizado para los demás materiales. Llenar la siguiente tabla:

TABLA 9.4 Resultados del análisis de coeficientes de fricción promedio

Material	Coefficiente de fricción obtenido	Coefficiente de fricción después del ajuste
Nylamid (1024 x 1024 puntos)		
HDPE (256 x 256 puntos)		
LDPE (256 x 256 puntos)		

9.6 Bibliografía

- [1] Broitman, Esteban. "The nature of the frictional force at the macro-, micro-, and nano-scales". IFM, Linköping University, Bromma, Sweden, 2014. Consultado en mayo de 2018 en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s40544-014-0037-3>.
- [2] Eaton, Peter & West, Paul. *Atomic Force Microscopy*. Oxford, Oxford University Press, 2010.
- [3] Figueroa, Carlos Gabriel. *Modificación estructural por contacto deslizante en materiales dúctiles: efectos de composición y ductilidad*. México, Universidad Nacional Autónoma de México, 2016.
- [4] Khonsari, Michael M. & Booser, E. Richard. *Applied Tribology Bearing Design and Lubrication*. John Wiley & Sons Inc. USA, 2001.
- [5] "MPP-13120-10 Product description". Bruker AFM Probes. Bruker Nano Inc., 2017. [En línea] Disponible en: <http://www.brukerafmprobes.com/p-3652-mpp-13120-10.aspx>.
- [6] R. Gohar & H. Rahnejat. *Fundamentals of Tribology*. Imperial College Press, 2008.
- [7] S.N. Magonov. *Atomic Force Microscopy in Analysis of Polymers*. Digital Instruments Veeco Metrology Group. Santa Barbara, California, 2006.

PRÁCTICA 10. Ensayo de tracción en materiales naturales

10.1 Objetivos

- Realizar ensayos de tracción en probetas de madera, en dirección paralela y perpendicular al grano, para obtener las propiedades mecánicas del material evaluado.
- Evaluar probetas de bambú con matriz polimérica (resina epóxica), mediante ensayos de tracción.
- Obtener las curvas esfuerzo-deformación, a partir del ensayo realizado en las probetas, para obtener valores experimentales de las propiedades mecánicas del compuesto bambú-resina.
- Utilizar la regla de las mezclas para obtener valores teóricos de las propiedades mecánicas del material compuesto bambú-resina.

10.2 Introducción

Los materiales naturales se pueden definir como todos aquellos que radican en la naturaleza, y que no se les ha sido aplicado un tratamiento que modifique sus propiedades físicas o químicas. Todo material natural tiene una función específica dentro del ecosistema en donde se encuentre, sin embargo, para fines de aplicación humana, no es posible hacer uso de todos los materiales naturales existentes, a menos que se sometan a algún tratamiento que modifique sus propiedades, con tal de satisfacer una determinada necesidad. El usar materiales naturales para aplicaciones ingenieriles, extrayéndolos directamente de la naturaleza o haciéndolos pasar por pocos procesos, tiene la ventaja de que es posible cubrir una necesidad reduciendo costos de producción.

- *Madera*

A lo largo de la historia, el material por excelencia que ha podido ser usado, como anteriormente se ha mencionado, es la madera ya que requiere solo de ligeros tratamientos para darle aplicaciones ornamentales, estructurales o mecánicas. Dentro de sus aplicaciones en la construcción se encuentra la fabricación de casas, edificios y puentes.

La madera se considera como un material compuesto natural ya que consiste en un arreglo de células de celulosa reforzadas con una sustancia polimérica llamada lignina y otros compuestos orgánicos. La madera no es un producto homogéneo debido a su compleja

estructura, por lo que sus propiedades mecánicas dependen de la dirección en que sean consideradas.

Por otra parte, a nivel macroscópico, considerando el tronco de los árboles que es de donde se obtiene, se localizan capas que conforman la sección transversal del tronco de un árbol típico, dichas capas son: corteza exterior, corteza interna, capa de cambium, duramen, albura y médula.

La figura 10.1 muestra la distribución de las capas antes mencionadas en la sección transversal del tronco de un árbol.

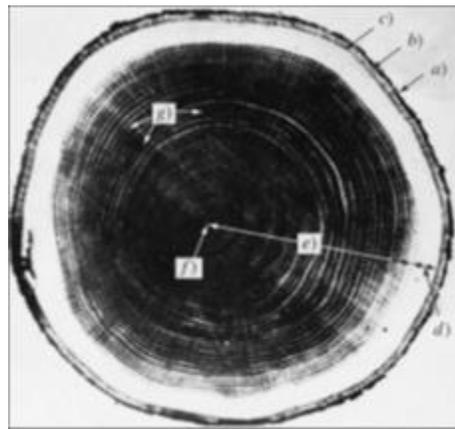


FIGURA 10.1 Indicación de las capas que conforman el tronco de un árbol: a) corteza exterior, b) corteza interior, c) capa de cámbium, d) duramen, e) albura, f) médula, g) radios de la madera, (Smith, 2006)

La médula es el centro del árbol y es la capa desde donde comienza a crecer este, su crecimiento se realiza a través de capas que se generan de manera anual, a estas se les conoce como anillos de crecimiento anual, cada anillo tiene dos subanillos: madera temprana (de primavera) y madera tardía (de verano). La figura 10.2 a) muestra los anillos de crecimiento anual, las partes claras corresponden a los subanillos de madera temprana y los de coloración más oscura corresponden a los subanillos de madera tardía.

A su vez, la madera se clasifica en dos grupos principalmente, la madera blanda y la madera dura. Las principales diferencias de estos dos tipos de maderas son que en las maderas blandas la semilla del árbol correspondiente está expuesta, mientras que en la madera dura está cubierta. Físicamente, los árboles de madera blanda son blandos y los de madera dura son duros, como sus nombres lo indican, sin embargo, hay excepciones para las diferencias antes mencionadas.

Por otra parte, para correlacionar la dirección y la microestructura de un tipo de madera se han definido una serie de ejes: el eje longitudinal (L) que es paralelo al tronco del árbol, el eje radial (R) que es perpendicular a los anillos de crecimiento anual y el eje tangencial (T) que es paralelo a los anillos de crecimiento anual, pero perpendicular a los ejes longitudinal y radial. La figura 10.2 b) muestra la representación de los tres ejes mencionados en un trozo de madera.

A nivel microestructural, las maderas blandas están constituidas principalmente por células tubulares largas de pared delgada llamadas traqueidas, las cuales presentan una longitud de 3 a 5 mm y un diámetro de 20 a 80 μm , las traqueidas forman el 90 % del volumen de la madera blanda. Dentro de las células aparecen grandes espacios llamadas lumen, cuya función es el transporte de agua (Smith, 2006).

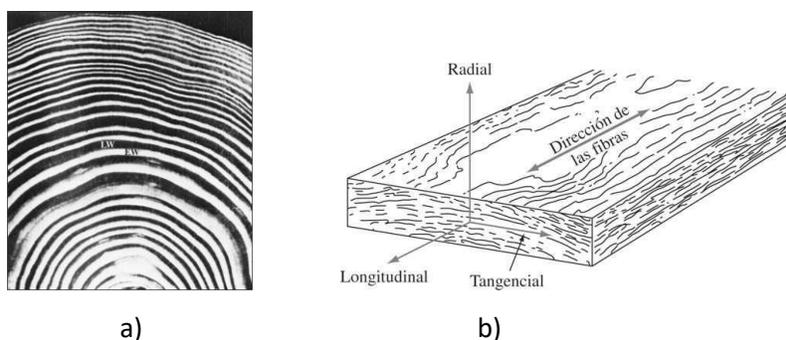


FIGURA 10.2 a) Anillos de crecimiento anual de un tronco, indicando los subanillos de madera temprana (EW) y los subanillos de madera tardía (LW). b) Representación de los ejes imaginarios longitudinal, radial y tangencial de la madera (Smith, 2006)

En los anillos de crecimiento en la madera temprana, las células tienen un diámetro relativamente más grande, paredes más delgadas y un lumen de gran tamaño, en comparación con las células de la madera tardía. La figura 10.3 a) muestra una micrografía electrónica a una amplificación de 75x que muestra un bloque de madera blanda (pino de hojas largas), donde se aprecian las características antes mencionadas.

En el caso de las maderas duras, su composición tiene vasos de gran tamaño para conducción de fluidos, los cuales tienen paredes delgadas constituidas por elementos individuales llamados elementos del vaso y están dispuestos en la dirección longitudinal del tallo de la hoja. A su vez, los árboles de madera dura se clasifican como anillo-porosos o difuso-porosos. En la madera dura de anillo-poroso, los vasos formados en la madera temprana son más grandes que en la madera tardía.

En la madera dura difuso-porosa, los vasos son esencialmente iguales en todo el anillo de crecimiento. A su vez, en la madera dura se encuentran fibras que se encargan de dar soporte al árbol, las fibras tienen extremos puntiagudos y, por lo regular, tienen paredes

gruesas, su longitud está entre 0.7 y 3 mm y su diámetro en promedio es de 20 μm , el volumen que constituyen las fibras varía de manera considerable (Smith, 2006).

En la figura 10.3 b), se muestra una madera dura anillo-porosa (olmo americano) con amplificación de 54x, y en la figura 10.3 c), se muestra una madera dura difuso-porosa (arce de azúcar) con amplificación de 100x. En ambos casos, se muestran las características ya mencionadas para este tipo de madera.

En cuanto a las propiedades de la madera un factor que es determinante en estas es la humedad. El agua se presenta en la madera que es absorbida por las paredes fibrosas de las células o como agua no ligada en el lumen de la fibra celular. A su vez, el estado húmedo de la madera cuando se encuentra en el árbol vivo se conoce como condición verde. La forma en que es secada la madera es por medio de un horno en el cual, se deja hasta que el peso es constante. La humedad en las maderas blandas en condición verde es de 150 % en el duramen y de 60 % en la albura. En las maderas duras en condición verde, la albura y el duramen tienen una diferencia de porcentaje de humedad, menor, promediando entre ambas 80 % de humedad aproximadamente.

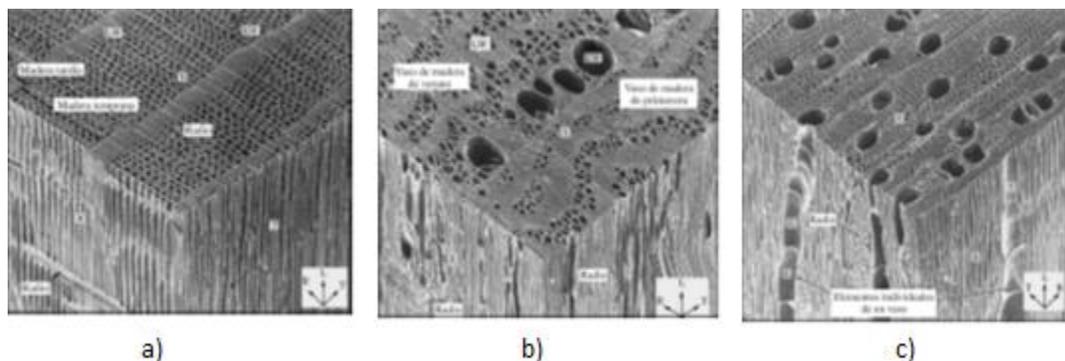


FIGURA 10.3 Micrografías electrónicas de bloques de madera dura y blanda: a) micrografía electrónica de un bloque de madera blanda (amplificación a 75x,) b) madera dura anillo-porosa (amplificación a 54x), c) madera dura difuso-porosa (amplificación a 100x). (Smith, 2006)

La resistencia mecánica de la madera es altamente anisotrópica, de tal forma que su resistencia a la compresión en la dirección paralela al grano es considerablemente más alta que su resistencia en dirección perpendicular, debido a la distribución de las capas y fibras en la madera, en un factor de 10 aproximadamente. Por otra parte, la madera en condición seca presenta mayor resistencia que en condición húmeda, ya que, al perder humedad, se contrae, aumentando su densidad y resistencia. La tabla 10.1 muestra algunas propiedades mecánicas de algunas especies de madera en condición verde y en condición seca.

TABLA 10.1 Algunas propiedades mecánicas de algunas especies de madera, en condición verde y seca. Smith, 2006

Especie	Condición	Gravedad específica	Flexión estática		Compresión paralela al grano; máxima resistencia al aplastamiento [MPa]	Compresión perpendicular al grano; resistencia de la fibra en el límite prop. [MPa]	Corte paralelo al grano; máxima resistencia al corte [MPa]
			Módulo de ruptura [MPa]	Módulo de elasticidad [GPa]			
Maderas duras:							
Olmo americano	Verde	0.46	49.608	7.648	20.049	2.48	6.89
	Secado al horno	0.5	81.302	9.233	38.033	4.754	10.404
Nogal americano, pacana	Verde	0.6	67.522	9.439	27.491	5.374	10.197
	Secado al horno	0.66	94.393	11.919	54.087	11.851	14.331
Arce rojo	Verde	0.49	53.053	9.577	22.599	2.756	7.924
	Secado al horno	0.54	92.326	11.299	45.061	6.89	12.747
Roble blanco	Verde	0.6	57.187	8.613	24.528	4.616	8.613
	Secado al horno	0.68	104.728	12.264	51.262	7.372	13.78
Maderas blandas:							
Abeto Douglas de la costa	Verde	0.45	53.053	10.748	26.044	2.618	6.201
	Secado al horno	0.48	85.436	13.436	49.884	5.512	7.786
Cedro rojo del oeste	Verde	0.31	35.828	6.477	19.085	1.654	5.305
	Secado al horno	0.32	51.675	7.648	31.418	3.169	6.821
Pino blanco del este	Verde	0.34	33.761	6.821	16.812	1.516	4.685
	Secado al horno	0.35	59.254	8.544	33.072	3.032	6.20
Secoya, crecimiento joven	Verde	0.34	40.651	6.614	21.428	1.86	6.132
	Secado al horno	0.35	54.431	7.579	35.966	3.583	7.648

- **Bambú**

Existen otros tipos de materiales que tienen una producción similar a la de la madera, uno de ellos es el bambú. El bambú es una variedad de planta, la cual puede ser herbácea o leñosa, además de existir una enorme variedad de especies en el planeta, las hay desde aquellas que miden cerca de 1 m de largo y 0.5 cm de diámetro, hasta especies gigantes de 25 m de alto y 30 cm de diámetro. El continente que usa en mayor medida el bambú como materia prima es Asia, donde específicamente en China se producen cerca de 3.5 millones de toneladas anualmente. El caso de las especies leñosas, tienen su mayor uso en la construcción de viviendas, algunas otras especies son usadas para la fabricación de artesanías o como pulpa para papel.

En la figura 10.4 se muestra una plantación de bambú en Orizaba, Veracruz, así como algunas construcciones. El bambú presenta una sección transversal circular hueca, por lo que tiene forma de tubo. Si se realizara un corte transversal, se podría ver que en el espesor se tiene una estructura de fibras que se extienden a lo largo del eje mayor de la rama.



FIGURA 10.4 a) Plantación de bambú en Orizaba, Veracruz. b) Uso del bambú para construcción de viviendas. c) Bambú con aplicaciones estructurales (Ordoñez, 1999)

A nivel microestructural la disposición de dichas fibras es parecida a la de un sólido celular, si se realiza un corte que muestre la sección transversal de un tallo de bambú, se observaría que la fracción volumétrica del material que lo compone disminuye desde la superficie exterior del tallo hasta su superficie interior, es decir, la cantidad de poros es mayor en zonas cercanas a la superficie interna.

En la figura 10.5 se ve un corte transversal hecho a un tallo de bambú, así como una imagen microscópica que muestra la distribución de la densidad de los poros en el espesor de la sección transversal.

Las propiedades mecánicas del bambú son otro factor que tiene gran importancia en cuanto al uso ingenieril para el que se le quiera dar uso, asimismo es mundialmente conocido por presentar propiedades mecánicas superiores a las de la madera e incluso a las del concreto, además de ser muy ligero. La tabla 10.2 muestra una comparación de las propiedades mecánicas de una especie de bambú con otros materiales. En la tabla 10.3 se muestran algunas propiedades mecánicas del bambú especie *bambusa blumeana*.

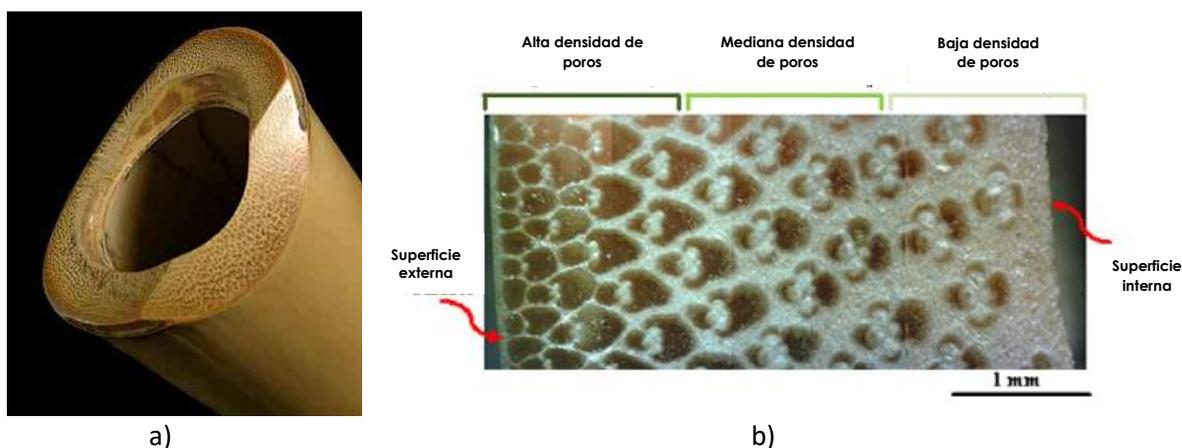


FIGURA 10.5 a) Corte transversal hecho a un tallo de bambú. b) Distribución de la densidad de poros que componen a un tallo de bambú desde su zona externa a su zona interna (Tan et al., 2011)

Sin embargo, otros factores son determinantes en cuanto a la variación de las propiedades mecánicas en el bambú, la especie es uno de ellos, sin embargo, como se ha mencionado anteriormente, la densificación de las fibras que componen al bambú es diferente en el grosor de su sección transversal.

TABLA 10.2 Comparación entre algunas propiedades mecánicas del bambú y otros materiales de uso común en la ingeniería (Ordoñez, 1999)

Material	Límite de cedencia [kg/cm ²]	Densidad [kg/cm ³]	Módulo de elasticidad [kg/cm ²]
Concreto	82	2 400	127 400
Acero	1 630	7 800	2 140 000
Bambú	102	600	203 900

TABLA 10.3 Algunas propiedades mecánicas del bambú (*bambusa blumeana*) en condición seca, (Ordoñez, 1999)

Resistencia a compresión [kg/cm ²]	825
Resistencia a flexión [kg/cm ²]	856
Módulo de elasticidad [kg/cm ²]	203 873
Resistencia en cortante paralelo a la fibra [kg/cm ²]	23
Resistencia a tensión [kg/cm ²]	2 038 - 3 058

Por lo anteriormente dicho, es posible dividir el espesor de la sección transversal del bambú en tres zonas, que simplemente son llamadas, como base (B), zona media (M) y extremo (E). Otro factor que determina las propiedades mecánicas del bambú es la edad que tenga la planta antes de ser cortada.

La tabla 10.4 muestra la variación de algunas propiedades mecánicas del bambú especie *bambusa blumeana*, con respecto a los dos factores anteriormente mencionados.

TABLA 10.4 Variación de las propiedades del bambú en función de la zona dentro del espesor de su sección transversal y su edad. (Ordoñez, 1999)

Propiedad	Edad								
	1 año			2 años			3 años		
	B	M	E	B	M	E	B	M	E
Resistencia al cortante [kg/cm ²]	41	46	47	44	47	48	47	50	51
Resistencia a la compresión paralela a la fibra [kg/cm ²]	200	213	226	228	272	283	258	283	294
Esfuerzo en el límite de proporcionalidad [kg/cm ²]	216	241	235	238	244	403	243	245	431
Módulo de elasticidad x 1000 [kg/cm ²]	29	30	45	31	33	46	35	36	59
Modulo a la ruptura [kg/cm ²]	1043	755	477	1345	931	638	1631	1141	757

10.3 Material y equipo por utilizar

Nota: Las probetas utilizadas son las fabricadas en la práctica 1.

Material (por grupo):

- 5 probetas estandarizadas del compuesto bambú-resina, para ensayo de tracción.
- 5 probetas estandarizadas de madera, para ensayo de tracción paralelo al grano.
- 5 probetas estandarizadas de madera, para ensayo de tracción perpendicular al grano.
- 1 tramo de aproximadamente 20 cm de bambú hueco, de al menos 2 cm de diámetro

Equipo:

- Máquina universal de ensayos y aditamentos necesarios para realizar las pruebas.
- Galga extensométrica.

10.4 Desarrollo experimental

- *Especificaciones de las probetas*

El proceso de fabricación de las probetas que se utilizó en esta práctica se detalló en la práctica número 1, en esta sección solo se verán de manera general algunas de las especificaciones de las probetas, también ya mostradas en la práctica número 1.

- *Probetas de madera*

La norma que se usará para la fabricación de las probetas para el ensayo en madera es la ASTM D143-94, la cual contiene toda la información necesaria de dimensiones y métodos para la realización de ensayos mecánicos sobre distintas especies de madera.

Las probetas para el ensayo de tracción paralela al grano deben tener las dimensiones y forma que se muestra en la figura 10.6, donde cabe señalar que la longitud de cada probeta debe ser de aproximadamente 460 mm, a su vez tienen un ancho máximo de 25.4 mm y, de igual forma, su espesor máximo es de 25.4 mm.

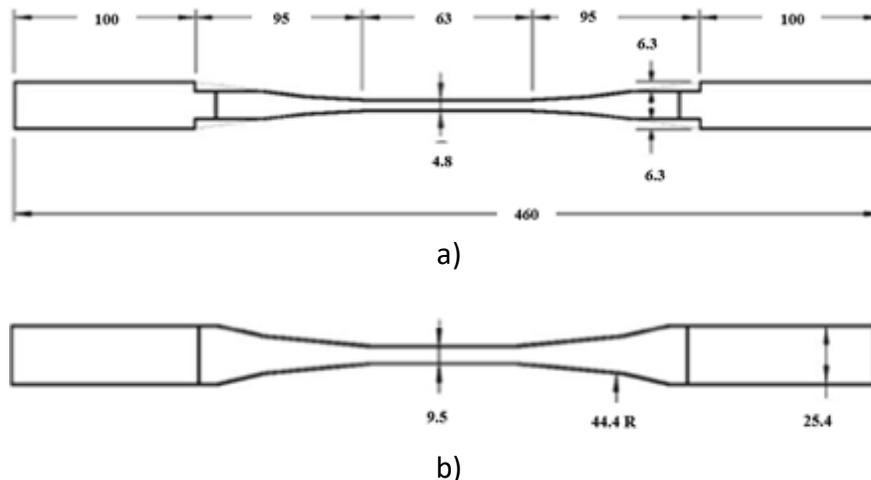


FIGURA 10.6 Dimensiones aproximadas para una probeta para ensayo de tracción paralelo al grano en madera, según la norma ASTM D143-94, a) Vista superior b) Vista inferior (Acot: mm). (ASTM D143-94, 2000)

Para el caso de las probetas perpendiculares al grano, tienen como base un bloque de madera de 50 mm por lado, a su vez tienen dos muescas en forma de semicilindros de 13 mm de diámetro, dichas muescas deben estar en caras del bloque paralelas entre sí. La figura 10.7 muestra una de las dimensiones requeridas en la probeta.

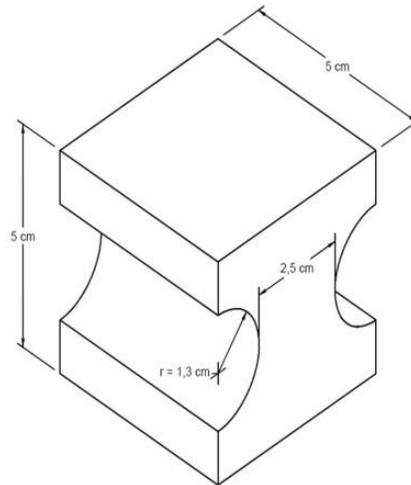


FIGURA 10.7 Dimensiones aproximadas para una probeta para ensayo de tracción perpendicular al grano en madera (ASTM D143-94, 2000)

- *Probetas de bambú-resina*

Para el caso de las probetas de bambú-resina, la norma que establece la metodología de su fabricación es la ASTM D3039, la cual describe el método estándar para realizar las probetas de materiales compuestos de matriz polimérica; a este tipo de probetas se les realizará un ensayo de tracción. De manera general, la norma indica que las probetas deben construirse a partir de tomar muestras de la fibra en forma de placas, por una parte, una placa principal de longitud igual a la de la probeta según indique la norma, dicha placa principal debe ser producto a su vez de placas de la fibra unidas por medio de la matriz. Además, deben adherirse cuatro refuerzos o lengüetas que se colocarán en los extremos de la placa principal con la finalidad de que de estas se sujeten a la probeta por medio de las mordazas de la máquina universal.

La placa principal cuenta con una longitud de 200 mm y un ancho de 15 mm; por otra parte, tiene 2 refuerzos pegados a cada extremo de la placa principal, dichos refuerzos tienen una longitud de 50 mm, un espesor de 1.5 mm y un ancho de 15 mm, además de contar cada uno con un bisel de 30° a 45° aproximadamente, las láminas tienen 1 mm de espesor, aproximadamente, y su longitud y ancho tienen las dimensiones dadas para la placa central.

La figura 10.8 muestra las dimensiones de lo anteriormente descrito.

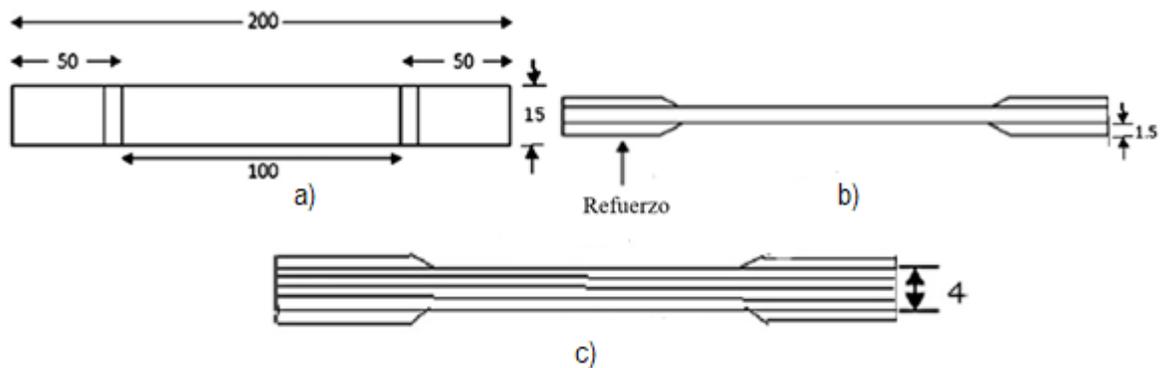


FIGURA 10.8 Dimensiones para una probeta para ensayo de tracción en bambú, según la norma ASTM D3039. a) Vista superior b) Vista lateral c) Acomodo de las cuatro láminas de la placa central (Acot: mm), (Verma *et al.*, 2013)

- *Pruebas mecánicas*

1. Cortar un tramo de por lo menos 200 mm de la vara de bambú y usando la báscula medir el peso de este tramo, posteriormente, medir el volumen para calcular la densidad del bambú que se esté utilizando.
2. A las probetas obtenidas se les realizará un ensayo de tracción utilizando la máquina universal, debidamente configurada y equipada con las mordazas para su realización y acoplado una galga extensométrica. La velocidad de desplazamiento que se ingresará a la máquina para el ensayo debe ser de 2 mm/min (ASTM D3039, 2013). En la figura 10.9 se muestran algunos ejemplos de probetas del compuesto bambú-resina.



FIGURA 10.9 Ejemplo de probetas de bambú-resina, sobre las que se realizó un ensayo de tracción, (Verma *et al.*, 2012)

3. Registrar los valores de deformación con ayuda de la galga extensométrica, así como los valores de carga medida por parte de la máquina universal y, posteriormente, con ayuda de equipo de cómputo generar las curvas esfuerzo contra deformación.
4. Para el ensayo de tracción en madera paralela al grano debe ajustarse la máquina universal para que se lleve a cabo el ensayo a una velocidad de desplazamiento de 1 mm/min (ASTM D143-94, 2000). Colocar una galga extensométrica en las probetas, después registrar los valores de carga medida y deformación, y con ayuda de equipo de cómputo realizar la gráfica esfuerzo-deformación. La figura 10.10 es un ejemplo de la probeta para el ensayo de tracción.



FIGURA 10.10 Probeta de madera paralela al grano a la que se le realizara un ensayo de tracción. (Merchán, 2012)

5. En el ensayo de tracción en madera perpendicular al grano ajustar la máquina universal a una velocidad de desplazamiento de 2.5 mm/min (ASTM D143-94, 2000). Registrar la carga máxima que soportó cada una de las probetas. La figura 10.11 muestra la colocación de una probeta de madera perpendicular al grano.



FIGURA 10.11 Probeta de madera perpendicular al grano a la que se le realizara un ensayo de tracción. (Merchán, 2012)

10.5 Actividades para el alumno

1. Graficar la curva esfuerzo-deformación del ensayo correspondiente a las probetas de madera paralela al grano, con base a los datos recopilados en el ensayo.
2. Buscar en la literatura los valores de resistencia a la tracción y módulo de Young paralelos a la fibra, de la especie de madera que se utilizó en el ensayo. Usar la fórmula 10.4, para calcular el error relativo de los resultados experimentales de este ensayo respecto a los valores teóricos para cada probeta evaluada. Registrar los resultados en la siguiente tabla. Hay que recordar que se debe hacer una regresión lineal de los valores de esfuerzo y deformación previos a la cedencia, en la cual la pendiente será el módulo de Young experimental en cada probeta.

Resultados tracción en madera paralela al grano				
Número de probeta	Módulo de Young experimental E_{Exp} [GPa]	Error relativo porcentual para el Módulo de Young	Resistencia a la tracción experimental σ_{Exp} [MPa]	Error relativo porcentual para la resistencia a la tracción
1				
2				
3				
4				
5				

3. Buscar en la literatura el valor de la resistencia perpendicular al grano para el tipo de madera usado y, con la fórmula 10.4, calcular el error relativo de los resultados de este tipo de ensayo, llenar la siguiente tabla con base en ellos. Explique la razón de la diferencia entre la resistencia a la tracción perpendicular y paralela al grano en la madera.

4.

Resultados de la tracción en madera perpendicular al grano		
Número de probeta	Resistencia a la tracción experimental σ_{Exp} [MPa]	Error relativo porcentual para la resistencia a la tracción
1		
2		
3		
4		
5		

5. Graficar las curvas esfuerzo deformación de cada una de las probetas analizadas del compuesto bambú-resina.
6. Utilizar las ecuaciones 10.1 y 10.2 para calcular los valores teóricos del módulo de Young y la resistencia del compuesto, considerar una fracción volumétrica de las fibras de 0.863.
7. Utilizar la ecuación 10.3 para calcular la densidad del compuesto, primero calcularla empleando el valor teórico de densidad del bambú (600 kg/m^3), después calcularla nuevamente utilizando el valor experimental obtenido por medio del uso de la báscula y el cálculo del volumen. Calcular el error relativo del valor obtenido a partir de la densidad experimental del bambú con respecto al obtenido del valor teórico, por medio de la ecuación 10.4.
8. Usar la ecuación 10.4 para calcular el error relativo porcentual de los valores experimentales de cada una de las probetas del compuesto bambú resina, tomando como referencia los valores teóricos obtenidos de usar la regla de las mezclas. Con base en lo anterior, llenar la siguiente tabla. Recuerde utilizar una regresión lineal previa a la cedencia, en cada probeta para obtener el módulo de Young experimental.

Resultados tracción en compuesto bambú-resina				
Número de probeta	Módulo de Young experimental E_{Exp} [GPa]	Error relativo porcentual para el Módulo de Young	Resistencia a la tracción experimental (σ_{Exp}) [MPa] σ_{Exp} [MPa]	Error relativo porcentual para la resistencia a la tracción
1				
2				
3				
4				
5				

9. Con base a los resultados anteriores, explique si es conveniente trabajar con el bambú para generar con él un material compuesto como el establecido o es preferible trabajar con el bambú en su estado natural. Diga ventajas y desventajas.
10. Con los valores teóricos paralelos al grano de la especie de madera buscados en el punto II, usar nuevamente las ecuaciones 10.1, 10.2 y 10.3, para calcular las propiedades mecánicas de un nuevo compuesto madera-resina, utilizar la misma fracción volumétrica indicada en el punto V. Con base en los resultados obtenidos compare los compuestos bambú-resina y madera-resina, e indique las ventajas y desventajas de cada uno de estos.

- *Ecuaciones por utilizar*

$$E_T = E_f V_f + E_m (1 - V_f) \quad (10.1)$$

$$\sigma_T = \sigma_f V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (10.2)$$

$$\rho_C = \rho_f V_f + \rho_m (1 - V_f) \quad (10.3)$$

Donde:

E_T es el módulo de Young teórico para el compuesto

E_f es el módulo de Young para las fibras,

E_m es el módulo de Young para la matriz

σ_T es la resistencia a la tracción teórica para el compuesto

σ_f es la resistencia a la tracción para las fibras
 σ_m es la resistencia a la tracción para la matriz
 ρ_c es la densidad del compuesto
 ρ_f es la densidad de las fibra
 ρ_m es la densidad de la matriz
 V_f es la fracción volumétrica de las fibras

$$ERP = \frac{|Val_{Exp} - Val_T|}{Val_T} \times 100\% \quad (10.4)$$

Donde ERP es el error relativo porcentual, Val_T es el valor teórico de la propiedad que se esté analizando y Val_{Exp} es el valor experimental de la propiedad que se esté analizando.

10.6 Bibliografía

- [1] Ahmad M. & Kamke F.A. "Properties of parallel strand lumber from Calcutta bamboo." Wood Science and Technology 45. Springer. Malasia, 2011.
- [2] Merchán J.R. "Comportamiento estructural de vigas ensambladas con elementos de madera." Universidad Nacional de Colombia. Colombia, 2012.
- [3] Mora L., Álvarez E. & Hernández J. "Determinación de propiedades mecánicas de las fibras de Bambusa Vulgaris a utilizar en tableros prensados." Universidad Central de Las Villas. Cuba, 2009.
- [4] Ordóñez V. "Perspectivas del bambú para la construcción en México." Madera y bosques 5. Instituto de Ecología. México, 1999.
- [5] Samanta B.C., Maity T., Dalai S. y Banthia A.K. "Mechanical properties of modified epoxy: effect of chain length." Pigm Resin Technol. India, 2006.
- [6] Smith W. "Fundamentos de ciencia e ingeniería de materiales." McGraw-Hill. México, 2006.
- [7] Tan T., Rahbar N., Allameh S. M., Kwofie S., Dissmore D., Ghavami K. & Soboyejo W.O. "Mechanical properties of functionally graded hierarchical bamboo structures." Acta Biomaterialia 7. Elsevier. EUA, 2011.
- [8] Record S.J. "The mechanical properties of wood." Identification of the economic woods of the United States. EUA, 2004.

- [9] Verma C.S. & Chariar V.M. "Development of layered laminate bamboo composite and their mechanical properties." Composites: Part B 43. Elsevier. India, 2012.
- [10] Verma C.S. & Chariar V.M. "Stiffness and strength analysis of four layered laminate bamboo composite at macroscopic scale." Composites: Part B 45. Elsevier. India, 2013.
- [11] Verma C.S., Naresh S., Chariar V.M., Maheshwari S. & Hada M.K. "Comparative study of mechanical properties of bambú laminae and their laminates with woods and wood-based composites." Composites: Part B 60. Elsevier. India, 2014.
- [12] Zárate J.A. & Gutiérrez O.J. "Caracterización de maderas usadas en Boyacá de acuerdo con el reglamento colombiano de construcción sismo resistente." Revista facultad de ingeniería 21, UTPC. CEDEC. Colombia, 2012.
- [13] Norma ASTM D143-94. Standard test methods for small clear specimens of timber, 2000.
- [14] Norma ASTM D3039. "Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials", 2000.

PRÁCTICA 11. Determinación experimental de la viscosidad en polímeros

11.1 Objetivos

- Determinar el peso molecular del poliestireno y del alcohol de polivinilo a partir de su viscosidad.
- Obtener la curva característica de viscosidad contra concentración para cada uno de los materiales.

11.2 Introducción

- *Peso molecular*

El peso molecular de los polímeros es una propiedad fundamental para su aplicación, ya que de esta dependerán sus propiedades mecánicas, se encuentra relacionado directamente con su grado de polimerización, así como del tamaño de sus moléculas. Existe una gran variedad de experimentos para obtener el peso molecular de un polímero, estos son clasificados en tres grupos, el primero de ellos llamado análisis de grupos terminales donde se encuentran las pruebas por análisis químico, la segunda llamada métodos termodinámicos en solución, aquí se encuentra la prueba por viscosimetría la cual será ocupada en la práctica y, por último, se tienen propiedades de transporte donde se realizan pruebas basadas en la dispersión de luz.

La viscosidad es una propiedad distintiva de los fluidos. Está ligada a su resistencia a deformarse continuamente cuando se le somete a una carga cortante. Desde el punto de vista físico, la viscosidad se debe al efecto combinado de la cohesión de las moléculas y al intercambio de cantidad de movimiento entre las capas del fluido en movimiento. Las fuerzas de cohesión entre las moléculas hacen que al desplazarse unas con respecto a otras, tiendan a ser arrastradas por las partículas vecinas. La resistencia está directamente relacionada con la separación entre las moléculas.

Existen diferentes tipos de aparatos para la medición de esta propiedad, se clasifican en viscosímetro de tubos capilares y viscosímetros rotacionales. Los viscosímetros de tubos capilares normalmente tienen forma de U, el diseño más simple de este tipo de modelos es el viscosímetro de Ostwald. (figura11.1).

El viscosímetro se llena con la solución que se desea evaluar hasta el nivel superior, o marca A, posteriormente, el fluido se succiona rebasando la marca del bulbo a través del tubo capilar, hasta llegar a la marca B. Como siguiente paso, el fluido pasa a través del tubo capilar bajo la influencia de la presión hidrostática del mismo. Se registra el tiempo que

tarda en pasar el fluido de la marca B a la marca C a través del tubo capilar. Este experimento se lleva a cabo en concentraciones muy bajas, la densidad de la solución es casi igual a la densidad del solvente.

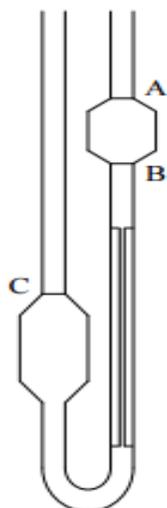


FIGURA 11.1 Viscosímetro de Ostwald (Sánchez, 2008)

A partir del tiempo que se tarda el líquido en llegar de un punto a otro, se obtienen algunos resultados característicos de la concentración del soluto las cuales se muestran a continuación.

Viscosidad relativa:

$$\eta_{\text{rel}} = \frac{\eta}{\eta_o} = \frac{t}{t_o}$$

Donde:

t : es el tiempo que se tarda la concentración en recorrer cierta distancia.

t_o : es el tiempo que tarda el solvente en recorrer dicha distancia.

Viscosidad específica:

$$\eta_{\text{esp}} = \frac{\eta - \eta_o}{\eta_o} = \frac{t - t_o}{t_o}$$

Viscosidad reducida:

$$\eta_{\text{red}} = \frac{\eta_{\text{esp}}}{c}$$

Donde:

c : es la concentración de la solución y está dada en gramos sobre centímetro cúbico.

Al graficar la viscosidad reducida contra la concentración de la solución se obtiene una gráfica lineal y por medio del modelo matemático de dicha ecuación se determina la viscosidad reducida del polímero. Cuando la concentración tiende a cero, se aplica el modelo matemático propuesto por Kuhn, Mark, Houwink, el cual establece que:

$$\eta_{\text{red}} = K M^{\alpha}$$

Donde:

K : es la constante de proporcionalidad para una clase de polímero.

M : es el peso molecular del polímero

α : es la constante de proporcionalidad dependiente del solvente.

TABLA11.1 Valores para K y α para sistemas de polímero-solvente, (Billmeyer, 2004)

Polímero	Solvente	Temperatura °C	$K(10)^{-2}$	α
Poliestireno	Benceno	20.0	12.30	0.72
	Decalin	18.0	77.00	0.50
	Tolueno	25.0	37.00	0.62
Poli- α - metilestireno	Tolueno	25.0	7.81	0.73
Poliisobutileno	Ciclahexano	20.0	36.00	0.64
		24.0	107.00	0.50
		30.0	27.60	0.69
	Benceno	40.0	43.00	0.60
		24.0	107.00	0.50
Polibutadieno	Ciclohexano	20.0	36.00	0.70
Poliisopreno	Tolueno	25.0	50.20	0.67
Acetato de polivinilo	Acetona	30.0	10.20	0.72
	3-heptano	26.8	82.00	0.50
	Benceno	30.0	22.00	0.65
	Tolueno	29.0	92.90	0.50
Alcohol de polivinilo	Agua	25.0	30.00	0.50
Polimetilmetacrilato	Benceno	25.0	9.400	0.76
	Tolueno	25.0	7.10	0.73
Poliacrilonitrilo	Dimetilformamida	25.0	23.30	0.75
Poliacrilamida	Agua	30.0	68.00	0.66
		25.0	6.31	0.80
Tereftalato de polietilenglicol	Fenol/tetracloro-etano 1:1	25.0	21.00	0.82

Policarbonato de Bisfenol A	Tetrahidrofurano	20.0	39.90	0.70
Poliamida 6,6	KCl 2M en 90% HCOOH	25.0	142.00	0.56
Acetato de celulosa	Acetona	25.0	14.90	0.82
Copolímero GR-S	Tolueno o benceno	30.0	54.00	0.66
Amilosa	Sulfóxido de dimetilo	20.0	3.97	0.82
Ácido poliacrílico	Dioxano	30.0	76.00	0.50
Polietileno	Decalin	135.0	0.62	0.70
Poliahexametilenadipamida en ácido fórmico al 90%	Ácido fórmico al 90%	25.00	110.00	0.72
Cloruro de polivinilo	Alcohol de bencilo	155.8	156.00	0.50
	Tetrahidrofurano	20.0	3.63	0.92
Polipropileno	Acetato de isomilo	34.0	168.50	0.50
Triacetato de celulosa	Acetona	25.0	8.97	0.90
Caucho natural	Benceno	30.0	18.50	0.74
	n-propiletona	14.5	119.00	0.50
Polidimetilsiloxano	Tolueno	20.0	20.00	0.66

11.3 Material y equipo por utilizar

- Viscosímetro de Oswald
- Alcohol de polivinilo
- Poliestireno
- Benceno
- Agua
- Pipeta de 3 ml
- Pipeta de 5 ml
- Soporte universal
- Mechero de Bunsen
- Cronómetro
- Perilla
- Vaso de precipitados 1000 ml
- Balanza
- Termómetro
- 3 tubos de ensayo de 3ml
- Isopropanol

11.4 Desarrollo experimental

- *Prueba de viscosimetría del polímero*

La temperatura es un factor importante en la prueba de viscosidad debido a que un grado puede afectar mucho la medición, por lo que se recomienda medir la temperatura ambiente del laboratorio, verificando que esta sea igual a la temperatura registrada en la tabla 11.1 para el solvente que se utiliza, en caso contrario, deberá realizarse un baño termostático (figura 11.2) para que las concentraciones alcancen dicha temperatura.

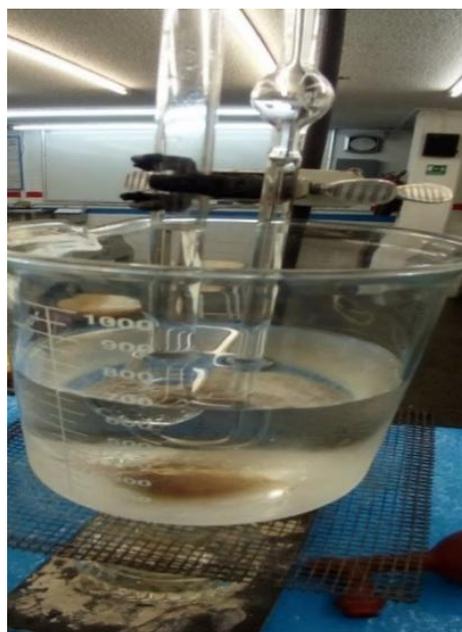


FIGURA 11.2 Baño termostático para prueba de viscosimetría

Posteriormente, se pesan 0.1 gramos de poliestireno seco para ser agregado al tubo de ensayo, al cual se le añadirán 10 mililitros de benceno para el primer caso, se espera que el polímero se disuelva en la sustancia (en algunos casos debe calentarse para disolverse) para después tomar con la pipeta la concentración que será agregada al viscosímetro de Oswald hasta alcanzar el punto c (observar figura 11.1). El viscosímetro se debe encontrar de manera vertical sobre su soporte, destapado de ambas aberturas y evitando que tenga vibraciones.

Una vez que la concentración se encuentra dentro de los viscosímetros, se coloca la perilla de laboratorio en la abertura con menor diámetro para succionar la solución hasta llegar a un punto marcado; por último, se quita la perilla y se mide el tiempo que tarda en regresar al punto donde se encontraba antes de ser succionado. Es importante que antes de succionar el aire se debe sacar el que se encuentra dentro, con ayuda de la perilla, evitando derramar la solución por la abertura contraria.

Para los casos dos, tres y cuatro, se añadirán 15, 25 y 50 mililitros de solvente a la concentración que se encuentra antes de la prueba dentro del viscosímetro, repitiendo 3 veces cada experimento, en algunos casos se recomienda vaciar la concentración del viscosímetro en un vaso de precipitados y añadir ahí la cantidad de solvente para evitar que este se derrame y tenga contacto con la lámpara de alcohol. Finalmente, se realizará la misma prueba para el solvente puro. Para todos los casos, la solución debe recorrer la misma distancia dentro del viscosímetro.

Se realiza la misma prueba, pero ahora utilizando el alcohol de polivinilo como polímero y agua como el solvente.

Observación: es importante que el viscosímetro siempre se encuentre en buenas condiciones por lo que es necesario limpiarlo después de cada prueba, primero se enjuaga con el solvente puro, y después se enjuaga con isopropanol, posteriormente, se succiona el aire para que este se seque.

11.5 Actividad para el alumno

1. Obtener el tiempo de recorrido para las soluciones y solvente puro para el caso del poliestireno.

TABLA 11.2 Tiempo de recorrido a través del viscosímetro

Experimento	$t_1(s)$	$t_2(s)$	$t_3(s)$	$t_{prom}(s)$
1				
2				
3				
4				
Solvente puro				

2. Obtener el tiempo de recorrido para las soluciones y solvente puro para el caso del alcohol de polivinilo.

TABLA 11.3 Tiempo de recorrido a través del viscosímetro

Experimento	$t_1(s)$	$t_2(s)$	$t_3(s)$	$t_{prom}(s)$
1				
2				
3				
4				
Solvente puro				

- *Poliestireno*
 1. Obtener la viscosidad relativa, específica y reducida con base en el tiempo promedio en cada uno de los casos.
 2. Graficar la viscosidad reducida contra concentración (la concentración se debe encontrar en gramos sobre centímetro cúbico), y se obtiene el modelo matemático de dicho gráfico.
 3. Obtener el peso molecular del polímero.

- *Alcohol de polivinilo*
 1. Obtener la viscosidad relativa, específica y reducida con base en el tiempo promedio en cada uno de los casos.
 2. Graficar viscosidad reducida contra concentración (la concentración se debe encontrar en gramos sobre centímetro cúbico), y se obtiene el modelo matemático de dicho gráfico.
 3. Obtener el peso molecular del polímero.

11.6 Bibliografía

- [1] Enciclopedia del plástico tomo 1, Instituto Mexicano del Plástico Industrial, México, 2000.
- [2] Garcén., J.; Maillo., J.; Galiza., “Peso molecular y constantes viscosométricas de las fibras acrílicas” en Boletín Intexter, 2000.
- [3] Kalpakjian., S.; Schmid., S., *Manufactura, ingeniería y tecnología*, 4ª ed., Pearson Educación, 2002.
- [4] Sánchez H., Blanca E., *Viscosímetro de bola*, Tesis de licenciatura, IPN, México, 2008.
- [5] Smith, F. *Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, 3ª ed., Mc Graw Hill, 1999.
- [6] <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/4295/Capitulo2.pdf>, consultado el 13 de septiembre de 2016.

A. ANEXOS

Anexo A. Polietileno de baja densidad (LDPE) 256 puntos

Anexo B. Nylamid 1024 puntos

Anexo C. Polietileno de alta densidad (HDPE) 256 puntos