



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL



FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE UN MATERIAL COMPUESTO CON MATRIZ DE POLIPROPILENO AL AÑADIR PARTÍCULAS DE CASCARILLA DE ORYZA SATIVA (ARROZ)

TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE
INGENIERO MECÁNICO

ORTIZ FLORES MICHAEL STALIN
michael.ortiz@epn.edu.ec

OSORIO CAMACHO MIREYA CLEMENTINA
mireya.osorio@epn.edu.ec

DIRECTOR: Ing. DÍAZ CAMPOVERDE CARLOS WIME, M.Sc.
carlos.diaz@epn.edu.ec

Quito diciembre, 2019

CERTIFICACIÓN

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por **Michael Stalin Ortiz Flores y Mireya Clementina Osorio Camacho**, bajo mi supervisión.

Ing. Carlos Wime Díaz Campoverde, M.Sc.

DIRECTOR DE PROYECTO

DECLARACIÓN

Nosotros, Michael Stalin Ortiz Flores y Mireya Clementina Osorio Camacho, declaramos bajo juramento que el trabajo aquí descrito es de nuestra autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que hemos consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

A través de la presente declaración, la Escuela Politécnica Nacional puede hacer uso de los derechos correspondientes a este trabajo, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

Michael Stalin Ortiz Flores

Mireya Clementina Osorio Camacho

DEDICATORIA

Este trabajo se lo dedico a mis padres, Jorge y Clara quienes han estado a mi lado apoyándome moral y económicamente durante toda mi vida, es gracias a su amor y sacrificio que al día de hoy he logrado culminar con éxito esta etapa.

Michael Ortiz

Dedico este trabajo a Dios que con su inmensa gracia me ha permitido llegar a esta altura de la vida.

A mi padre Rodrigo un hombre perseverante, honrado de apariencia seca, fría, pero de gran corazón y amoroso que me ha enseñado que la vida no es sólo de pensar en uno mismo sino en los demás cuando se trata de la familia.

A mi madre María una mujer honesta, solidaria, altruista e independiente, capaz de romper esquemas, me enseñó que, a pesar de estar triste, siempre hay que sonreír para que nos vaya bien así pasemos por los días más oscuros en la vida.

Así son mis padres, que me han brindado su amor, apoyo incondicional cuando más lo necesitaba y por todo su sacrificio para poder llegar a estas instancias, y a pesar de todas las adversidades me enseñaron a trabajar muy duro, por todo esto gracias a ustedes hoy he podido cumplir uno de mis grandes deseos.

A mis hermanos David, Selene Mishell y Anthony que siempre me supieron brindar un buen consejo cuando más lo necesitaba, a levantarme cuando me caía y enseñándome que la vida uno lo afronta como puede siempre con la cara en alto.

A mi tocaya, mi abuelita Clementina que me supo dar los consejos antes de que sucedieron las cosas.

A el resto de mi familia, amigos, compañeros de la universidad y de algunos trabajos por estar conmigo acompañándome, apoyándome tanto en las buenas como en las malas.

Y, por último, pero no menos importante a todas las personas que ya no están en cuerpo presente, pero se queda en el corazón y que no debieron irse.

Mireya Osorio

AGRADECIMIENTO

A mis padres, por el continuo apoyo en los momentos más difíciles, gracias a la fe depositada y a sus sabios consejos, he logrado importantes objetivos como culminar mis estudios universitarios.

A mi hermano Bolívar, por todo el apoyo y motivación que hicieron posibles el desarrollo de este trabajo de titulación.

A nuestro director, Ing. Carlos Díaz por la oportunidad brindada al dirigir este proyecto, así como la paciencia para guiarnos hasta la culminación del mismo.

Al Ing. Marcelo Salvador por el apoyo y la buena voluntad brindados durante la estancia y realización de este proyecto en el Laboratorio de Operaciones Unitarias.

Por último, a mis amigos con los cuales he compartido grandes alegrías y tristezas, agradecerles por su amistad y apoyo durante estos años de estudio.

Michael Ortiz

Agradezco a Dios por todo lo bueno que llegó a mi vida en esta etapa universitaria.

A mis padres por su apoyo que sin ellos no hubiese podido lograr cumplir esta meta.

A mis hermanos porque con sus preguntas de cuando te gradúas me incentivaron a hacer la tesis lo más pronto posible, gracias por soportar mi carácter esporádico y cambiante.

A Michael por ser un excelente compañero de tesis y buen amigo, por su dedicación y colaboración que nos permitieron cumplir esta meta propuesta juntos.

A nuestro director de tesis, Ing. Carlos Díaz, Msc. por su guía, paciencia, confianza y apoyo en este proyecto de titulación.

A Don Fabián y Camilo Peñaloza por darnos apertura para la realización de la tesis en sus respectivos laboratorios.

Al Ing. Marcelo Salvador y la Ing. Jessica Castillo que nos ayudaron a despejar dudas e interrogantes que teníamos y por toda su colaboración en el laboratorio de operaciones unitarias de FIQA.

Al Ing. Iván Chango, Liz, Darío y demás personal del CIAP que supieron orientarnos y brindarnos ayuda solventando nuestras interrogantes.

A los ingenieros, secretarias y personal en general de la facultad quienes supieron aconsejar cuando una menos lo esperaba pero que con gran sapiencia supieron brindarme ayuda cuando daba las cosas por perdido y nada asentado.

A mis amigos Liz, Coru, Ani, Meli, Andre, Mishu, Geomy, Cynthi, Taty, Dany X2,Victitor, Lucho, Llive, Stalyn, Fer X2, Robert, Kelvin, Jean X2, Juanito, Henry, Josep, Ariel, Iván, Capi, David, Gabo, Chava, Edy, Leo, Suko, Willi, Pancho, Richi, Santi X2, Sebas, Orlando y perdón si se me olvida de alguien, pero de la emoción sucede gracias a ustedes la vida se hizo interesante en esta etapa.

Gracias PFK's, Red Bulls, CDM, Rosaditos, Javas brava y compañeros en general por estar presentes e incluirme y brindarme su apoyo siempre en lo que se podía.

A mis compañeras/os y entrenadores de los equipos de Vóleibol de la EPN, Química, Ambiental e Ings de igual manera a mis compañeras/os y entrenadores de equipo de Cuadras y básquet de Mecánica que con ustedes se pudo hacer ejercicio por lo menos para distraerse un rato y despejar la mente en la universidad para no estresarse.

A mis tíos, tías, primos y familia en general por estar presentes y brindarme su apoyo dándome siempre palabras de aliento para seguir adelante y no desfallecer.

Y no es por menospreciar a mi querido Atahualpita que, aunque no está me quedo su alegría, a mi donita y mi gus gus que sin ellos en mi vida no tendría una parte esencial de cariño que alegra mis días al verlos todas las mañanas.

Mireya Osorio

ÍNDICE DE CONTENIDO

CERTIFICACIÓN	i
DECLARACIÓN	ii
DEDICATORIA	iii
AGRADECIMIENTO	iv
ÍNDICE DE FIGURAS	ix
ÍNDICE DE TABLAS	xii
RESUMEN.....	xiv
ABSTRACT.....	xv
INTRODUCCIÓN	1
Objetivo general.....	2
Objetivos específicos	2
1. MARCO TEÓRICO	3
1.1. Materiales compuestos	3
1.2. Componentes de los materiales compuestos	4
1.2.1. Matriz polimérica	4
1.2.2. Interfaz.....	5
1.2.3. Refuerzo	5
1.2.3.1. Cascarilla de arroz como refuerzo de material compuesto	5
1.3. Procesamiento de materiales compuestos	7
1.3.1. Proceso de termoformado	8
1.3.2. Proceso de moldeo por extrusión	8
1.3.3. Proceso de moldeo por inyección	9
1.3.4. Proceso de moldeo por compresión	9
1.3.4.1. Descripción del proceso	10
1.3.4.2. Factor de compresión	11
1.3.4.3. Propiedades de flujo y tiempo de curado	11
1.3.4.3. Influencia de la temperatura y la presión	12
1.3.4.4. Ventajas y desventajas del moldeo por compresión	13
2. METODOLOGÍA.....	14
2.1. Materiales utilizados.....	14
2.2. Estrategia metodológica.....	15
2.2.1. Fabricación del molde y pruebas preliminares	17
2.3. Procesamiento de la cascarilla.....	17
2.3.1. Limpieza y secado previo al procesamiento	17

2.3.2. Trituración y tamizado.....	17
2.3.3. Medición de la densidad	19
2.3.4. Caracterización de la cascarilla de arroz.....	22
2.3.4.1. Determinación de celulosa	22
2.3.4.2. Determinación de lignina.....	24
2.3.4.3. Análisis termogravimétrico (TGA).....	26
2.3.4.4. Medición de la humedad	27
2.4. Calorimetría diferencia de barrido (DSC) del polipropileno.....	27
2.5. Procesamiento de material compuesto	28
2.5.1. Mezclado artesanal.....	28
2.5.2. Pelletizado	30
2.5.3. Secado.....	31
2.6. Proceso de moldeo por compresión.....	31
2.7. Caracterización mecánica	34
2.7.1. Ensayos de tracción.....	34
2.7.2. Ensayos de flexión.....	35
2.7.3. Ensayo de impacto.....	36
2.8. Calorimetría diferencia de barrido de los compuestos.....	38
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	39
3.1. Desempeño del molde	39
3.2. Determinación de la densidad del polvo de cascarilla	40
3.3. Determinación de celulosa y lignina	41
3.4. Análisis termogravimétrico (TGA) de la cascarilla de arroz	42
3.5. Caracterización mecánica	43
3.5.1. Ensayo de tracción.....	43
3.4.2. Ensayo de flexión.....	57
3.4.3. Ensayo de impacto.....	64
3.5. Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....	67
3.6. Análisis de la zona de fractura	70
3.6.1. Ensayo de tracción.....	70
3.6.2. Ensayo de Flexión.....	75
3.6.3. Ensayo de impacto.....	79
3.7. Comparación de las propiedades obtenidas por otros autores.....	86
3.8. Trabajos futuros	87
4. CONCLUSIONES.....	89
Referencias Bibliográficas.....	91

ANEXO I.....	96
ANEXO II.....	98
ANEXO III.....	99
ANEXO IV.....	100
ANEXO V.....	101
ANEXO VI.....	107

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. 1. Cascarilla de arroz.....	6
Figura 1. 2. Proceso de Termoformado	8
Figura 1. 3. Moldeo por extrusión	9
Figura 1. 4. Prensa hidráulica para moldeo por compresión.....	10
Figura 1. 5. Proceso de moldeo por compresión.....	11
Figura 1. 6. Representación de las condiciones de curado.....	12
Figura 1. 7. Influencia de la temperatura.....	13
Figura 2. 1. Polipropileno homopolímero	14
Figura 2. 2. Diagrama de flujo del proceso	16
Figura 2. 3. Juego de tamices, capacidad: 1602,21 cm ³	19
Figura 2. 4. Sacudidor de tamices (laboratorio de operaciones unitarias FIQA).....	19
Figura 2. 5. Estufa, Mammert modelo 100-8000.....	22
Figura 2. 6. Matraz con solución y fibra seca	23
Figura 2. 7. a) agitador magnético, b) agitador tipo soporte	23
Figura 2. 8. Lavado de pulpa	24
Figura 2. 9. Cartuchos de papel filtro	24
Figura 2. 10. Equipo de extracción Soxhlet.....	25
Figura 2. 11. Recuperación del solvente.....	25
Figura 2. 12. Equipo para TGA.....	26
Figura 2. 13. Equipo para DSC.....	27
Figura 2. 14. Comprobación de temperaturas del termostato.....	28
Figura 2. 15. Fusión del polipropileno	29
Figura 2. 16. Adición del refuerzo y mezcla de los componentes	30
Figura 2. 17. Material obtenido después de la mezcla	30
Figura 2. 18. Pellets de material compuesto diferentes tamaños	31
Figura 2. 19. Pellets de material compuesto	31
Figura 2. 20. Proceso de moldeo por compresión	33
Figura 2. 21. Máquina universal de ensayos	34
Figura 2. 22. Posicionamiento de la probeta	35
Figura 2. 23. Posicionamiento probetas de flexión	36
Figura 3. 1. Pérdidas de material en el molde	39

Figura 3. 2. Termograma de TGA de la cascarilla de arroz	42
Figura 3. 3. Esfuerzo vs. Deformación – Tamiz 60 al 5,10 y 15 % en peso	44
Figura 3. 4. Esfuerzo vs. Deformación – Tamiz 100 al 5,10 y 15 % en peso	44
Figura 3. 5. Esfuerzo vs. Deformación – Tamiz 140 al 5,10 y 15 % en peso	45
Figura 3. 6. Comparaciones de Fisher entre parejas de %en peso para la resistencia a la tracción (IC de 95%)	47
Figura 3. 7. Resistencia a la tracción de los compuestos variando el % en peso (IC de 95%)	47
Figura 3. 8. Comparaciones de Fisher entre parejas de % en peso para la resistencia a la tracción (IC de 95%)	48
Figura 3. 9. Comparaciones de Fisher entre parejas de %en peso para la deformación a la rotura (IC de 95%).....	50
Figura 3. 10. Deformación de los compuestos variando el % en peso (IC de 95%).....	50
Figura 3. 11. Esfuerzo vs. Deformación – 5 % en peso - Tamiz 60,100 y 140	51
Figura 3. 12. Esfuerzo vs. Deformación – 10 % en peso - Tamiz 60,100 y 140	51
Figura 3. 13. Esfuerzo vs. Deformación – 15 % en peso - Tamiz 60,100 y 140	52
Figura 3. 14. Comparaciones de Fisher entre parejas de tamaño de partícula para la resistencia a la tracción (IC de 95%).....	53
Figura 3. 15. Resistencia a la tracción variando el tamaño de partícula (IC de 95%)	54
Figura 3. 16. Comparaciones de Fisher parejas de tamaño de partícula para el módulo de elasticidad (IC de 95%).....	55
Figura 3. 17. Comparaciones de Fisher entre parejas de tamaño de partícula para la deformación (IC de 95%).....	56
Figura 3. 18. Deformación variando el tamaño de partícula (95% IC para la media)	56
Figura 3. 19. Esfuerzo vs. Deformación a Flexión – Tamiz 60 al 5,10 y 15 % en peso	58
Figura 3. 20. Esfuerzo vs. Deformación a Flexión – Tamiz 100 al 5,10 y 15 % en peso ...	58
Figura 3. 21. Esfuerzo vs. Deformación a Flexión – Tamiz 140 al 5,10 y 15 % en peso ...	59
Figura 3. 22. Comparaciones de Fisher entre los grupos de % en peso para la resistencia a la flexión (IC de 95%)	60
Figura 3. 23. Resistencia a la flexión variando el %en peso (IC de 95%)	60
Figura 3. 24. Comparaciones de Fisher entre los grupos de % en peso para la deformación (IC de 95%).....	61
Figura 3. 25. Deformación variando el %en peso (IC de 95%).....	62

Figura 3. 26. Comparaciones de Fisher entre los grupos tamaño de partícula para la resistencia a la flexión (IC de 95%).....	63
Figura 3. 27. Comparaciones de Fisher entre los grupos tamaño de partícula para la deformación (IC de 95%).....	64
Figura 3. 28. Interacción de diferentes composiciones sometidas a impacto	65
Figura 3. 29. Probeta composición PP_15CA_T60	66
Figura 3. 30. Probeta composición PP_10CA_T140	66
Figura 3. 31. Probeta composición PP_15CA_T140	66
Figura 3. 32. Calorimetría diferencial de barrido del polipropileno	67
Figura 3. 33. Calorimetría diferencial de barrido de la composición PP_15CA_T140	68
Figura 3. 34. Calorimetría diferencial de barrido de la composición PP_10CA_T100	69
Figura 3. 35. Termogramas DSC de las tres composiciones analizadas	69
Figura 3. 36. Falla recurrente en los ensayos de tracción.....	71
Figura 3. 37. Defectos encontrados en las probetas.	71
Figura 3. 38. Defectos encontrados en las probetas de flexión tras su ruptura.	75
Figura 3. 39. Deformación encontrada en las probetas de flexión tras su ensayo.	77
Figura 3. 40. Comparación con otros trabajos	87

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. 1. Composición de la cascarilla de arroz	7
Tabla 2. 1. Composiciones de material compuesto	15
Tabla 2. 2. Pruebas preliminares al molde	17
Tabla 2. 3. Equipos utilizados para la trituración.....	18
Tabla 2. 4. Herramientas y equipos utilizados para medir la densidad del polvo de cascarilla	20
Tabla 2. 5. Parámetros utilizados para el ensayo TGA	26
Tabla 2. 6. Parámetros utilizados para el ensayo DSC	28
Tabla 2. 7. Temperaturas registradas con la termocupla	29
Tabla 2. 8. Prensa hidráulica	32
Tabla 2. 9. Dimensiones para probetas de tracción.....	34
Tabla 2. 10. Parámetros ensayo de tracción	35
Tabla 2. 11. Dimensiones para probetas de flexión.....	35
Tabla 2. 12. Parámetros para el ensayo de flexión.....	36
Tabla 2. 13. Dimensiones de probetas para ensayo de impacto	37
Tabla 2. 14. Herramientas para el ensayo de impacto	37
Tabla 2. 15. Equipos utilizados para el ensayo de impacto	37
Tabla 3. 1. Densidad del polvo de cascarilla	40
Tabla 3. 2. Rendimientos obtenidos en los procesos de obtención de celulosa y lignina ..	41
Tabla 3. 3. Ensayo termogravimétrico de la cascarilla de arroz	42
Tabla 3. 4. Propiedades del material compuesto y polipropileno obtenidos a tracción	43
Tabla 3. 5. ANOVA porcentaje en peso sobre la resistencia	46
Tabla 3. 6. Comparación por parejas de % en peso para la resistencia a la tracción	46
Tabla 3. 7. ANOVA porcentaje en peso sobre el módulo de elasticidad	48
Tabla 3. 8. Comparación por parejas de % en peso para el módulo de elasticidad	48
Tabla 3. 9. ANOVA porcentaje en peso sobre la deformación a la rotura	49
Tabla 3. 10. Comparación por parejas de % en peso para la deformación a la rotura	49
Tabla 3. 11. ANOVA tamaño de partícula sobre la resistencia a la tracción.....	53
Tabla 3. 12. Comparación por parejas de tamaño de partícula para la resistencia a la tracción.....	53
Tabla 3. 13. ANOVA tamaño de partícula sobre el módulo de elasticidad	54

Tabla 3. 14. Comparación por parejas de tamaño de partícula para el módulo de elasticidad.....	54
Tabla 3. 15. ANOVA tamaño de partícula sobre la deformación	55
Tabla 3. 16. Comparación por parejas de tamaño de partícula para la deformación	55
Tabla 3. 17. Propiedades del material compuesto y polipropileno obtenidas a flexión.	57
Tabla 3. 18. ANOVA porcentaje en peso sobre la resistencia a la flexión.....	59
Tabla 3. 19. Comparación por parejas de porcentaje en peso para la resistencia a la flexión.....	59
Tabla 3. 20. ANOVA porcentaje en peso sobre la deformación	61
Tabla 3. 21. Comparación por parejas de porcentaje en peso para la deformación	61
Tabla 3. 22. ANOVA tamaño de partícula sobre la resistencia a la flexión	62
Tabla 3. 23. Comparación por parejas de tamaño de partícula para la resistencia a la flexión.....	62
Tabla 3. 24. ANOVA tamaño de partícula sobre la deformación	63
Tabla 3. 25. Comparación por parejas de tamaño de partícula para la deformación	63
Tabla 3. 26. Resistencia al impacto de tres diferentes composiciones.....	65
Tabla 3. 27. Propiedades térmicas obtenidas en el ensayo DSC	69
Tabla 3. 28. Fracturas en probetas del ensayo de tracción	71
Tabla 3. 29. Probetas ensayadas a flexión que sufrieron ruptura.	75
Tabla 3. 30. Probetas ensayadas a flexión que sufrieron deformación.	78
Tabla 3. 31. Fracturas en probetas del ensayo de impacto de PP_15CA_T60.	81
Tabla 3. 32. Fracturas en probetas del ensayo de impacto de PP_10CA_T140.	83
Tabla 3. 33. Fracturas en probetas del ensayo de impacto de PP_15CA_T140.	85
Tabla 3. 34. Propiedades mecánicas de la composición PP_10CA_T100.....	86

RESUMEN

El presente documento trata sobre el estudio del comportamiento mecánico de material compuesto con matriz de polipropileno al añadir partículas de cascarilla de oryza sativa, por el método de moldeo por compresión; el objetivo es estudiar la influencia de la adición de las partículas sobre las propiedades mecánicas de los compuestos formulados. El ciclo de producción consiste en la formulación del compuesto, mezcla artesanal, trituración, tamizado y finalmente la etapa de prensado, donde se obtuvieron especímenes de trabajo con las características deseadas para cada ensayo mecánico.

En base a los resultados obtenidos en los diversos ensayos mecánicos efectuados a las diferentes probetas de material compuesto y material base, se determinó que la composición con mejor desempeño poseía un tamaño promedio de partícula de 150 μm con una adición del 10% en peso, soportando 22,4 MPa en la resistencia última a la tracción, donde el material base soporto 25,16 MPa, que representa un 11% más de tolerancia que el material compuesto.

Para la resistencia a la flexión, la composición que presentó el mejor desempeño poseía el tamaño de 150 μm con una adición del 10 % en peso, soportando 46,4 MPa superando al polipropileno que obtuvo 42,68 MPa, lo que significa que el material compuesto supero un 8% al material base.

Tras el análisis de los datos obtenidos, se concluyó que los mejores resultados se obtuvieron al utilizar 10% de porcentaje en peso de refuerzo con un tamaño de partícula de 150 μm .

Palabras clave:

Cascarilla de arroz, mezcla artesanal, moldeo por compresión, polipropileno.

ABSTRACT

This research deals with the study of the mechanical behavior of composite material with polypropylene matrix when adding particles of oryza sativa husk, by the compression molding method; the objective is to study the influence of the addition of the particles on the mechanical properties of formulated compounds. The production cycle consisting about compound formulation, mixed artisan, crushing, sieving, selection of the material and finally pressing which is to have specimens work with the desired characteristics for each assay mechanical.

In basis of the results of the various mechanical tests conducted to s different specimens of composite material and base material, it was determined that there was a significant improvement in mechanical properties. The better composition had the size average particle 150 μm with an addition of 10% by weight, brooked 22,4 MPa in the final tensile strength, where the base material brooked 25,16 MPa, which was representing 11% more tolerance than of the compound material.

For flexural strength, the composition that presented the best performance had the size of 150 μm with an addition of 10% by weight, supporting 46.4 MPa exceeding the polypropylene that obtained 42.68 MPa, which means that the material compound exceeded 8% of the base material.

After the analysis of the data obtained, it was concluded that the best results were obtained by using 10% percent reinforcement weight with a particle size of 150 μm .

Keywords:

Rice husk, artisanal mixing, compression molding, polypropylene.

ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE UN MATERIAL COMPUESTO CON MATRIZ DE POLIPROPILENO AL AÑADIR PARTÍCULAS DE CASCARILLA DE ORYZA SATIVA (ARROZ), POR EL MÉTODO DE MOLDEO POR COMPRESIÓN

INTRODUCCIÓN

El Ecuador siendo un país en vías de desarrollo basa gran parte de su economía en la agricultura, la cual genera gran cantidad de residuos de origen orgánico, estos residuos pueden ser aprovechados de diferentes maneras, ya sea en la producción de energía o en forma de materia prima para elaborar nuevos productos.

En el Ecuador la producción del arroz se ubica como el segundo producto con mayor superficie de cultivo tras el cacao y el cuarto producto con mayor producción tras la caña de azúcar, banano y palma africana, esto según datos de la encuesta de Superficie y Producción agropecuaria (ESPAC) del Instituto Nacional de Estadísticas y Censos (INEC) [1].

Dentro de la gran variedad de productos agrícolas que produce el Ecuador tenemos al arroz como el cultivo más extenso, ocupando alrededor de 414 164 hectáreas de terreno obteniéndose un rendimiento a nivel nacional de 3,82 t/ha según fuentes del SINAGAP [2]. De toda esta producción de arroz se tiene que el principal desecho que se genera es la cascarilla que recubre el grano de arroz. Esta cascarilla, compuesta principalmente por fibras, celulosa, minerales y con un alto contenido de sílice, por lo que se convierte en un desecho muy difícil de biodegradar siendo un problema perjudicial para el medio ambiente.

Como una opción para la reutilización de la cascarilla de arroz, en este trabajo se plantea el uso de partículas de este elemento como refuerzo para un material compuesto de matriz polimérica de polipropileno. Si bien actualmente existen varios materiales similares, lo que se busca además de la reutilización de la cascarilla, es determinar el comportamiento mecánico de este nuevo material compuesto.

Objetivo general

Estudiar el comportamiento mecánico de un material compuesto con matriz de polipropileno al añadir partículas de cascarilla de oryza sativa.

Objetivos específicos

- Elaborar probetas normalizadas del material compuesto de matriz polipropileno reforzado con partículas de la cascarilla de oryza sativa por medio de moldeo por compresión, considerando variables como la configuración del refuerzo híbrido y la fracción volumétrica del material particulado reforzante.
- Definir los parámetros adecuados para el procesamiento del material compuesto mediante moldeo por compresión.
- Caracterizar mecánicamente las probetas del material compuesto obtenidos a través de ensayos de tracción y flexión.
- Analizar la zona de fractura del material compuesto.
- Comparar el desempeño mecánico de este material compuesto con respecto a materiales similares ya elaborados.

1. MARCO TEÓRICO

Este capítulo abarca los conceptos elementales de los materiales compuestos, así como también de la terminología básica empleada dentro del campo de los materiales compuestos con matriz polimérica. Además, se presenta las características físicas y químicas del material de refuerzo, la importancia de sus dos principales constituyentes orgánicos y la influencia que tienen en la formación de materiales compuestos. En base a la revisión bibliográfica se aborda también los mecanismos de fractura de los materiales compuestos y los principales métodos de fabricación de los mismos.

1.1. Materiales compuestos

Un material compuesto puede definirse como un sistema de dos o más materiales físicamente distintos y separables mecánicamente cuya combinación produce un nuevo material con características diferentes a las de sus constituyentes. Las propiedades de los materiales compuestos no solo son distintas a las de sus componentes por separado, por lo general son superiores, y posiblemente únicas en algún aspecto específico [3].

Los materiales compuestos constituyen uno de los grupos más grandes e importantes dentro de los materiales de ingeniería, ofreciendo combinaciones de rigidez, esfuerzo, tenacidad, ligereza y resistencia a la corrosión [4].

Existen diferentes clasificaciones para los materiales compuestos, siendo una primera clasificación según la morfología y configuración del material de refuerzo. Otra forma de clasificación es por el tamaño de la fase dispersa (refuerzo). Para el caso del presente trabajo se toma en cuenta la clasificación que hace referencia a su matriz, con la cual se puede identificar tres grupos principales:

- a) Materiales compuestos de matriz metálica
- b) Materiales compuestos de matriz cerámica
- c) Materiales compuestos de matriz polimérica

El presente trabajo se enfoca solo en los materiales compuestos de matriz polimérica, siendo materiales con buenas propiedades mecánicas, resistentes a la corrosión y agentes químicos, pudiendo ser moldeados en una infinidad de formas, dependiendo el proceso de moldeo [5].

1.2. Componentes de los materiales compuestos

En un material compuesto se pueden identificar dos fases que lo componen; una de ellas la fase continúa llamada matriz y otra llamada refuerzo. Dichos componentes no deben disolverse ni fusionarse completamente los unos con los otros [5]. Las fases están separadas entre sí por la llamada interfase, por lo que las propiedades del nuevo material dependen tanto de la interfase como de las características de sus componentes.

1.2.1. Matriz polimérica

La matriz transfiere y distribuye la carga hacia y entre las fibras de refuerzo, mantiene las fibras en su lugar y orientación adecuada, actúa como recubrimiento o protección del refuerzo [6].

Los polímeros son materiales base para la formación de los organismos vivos y forman parte de todos los procesos vitales de la tierra. Hoy en día la mayor parte de polímeros utilizados son los polímeros sintéticos, los mismos que se fabrican mediante procesamiento químico.

Un polímero se compone de varias moléculas, llamadas monómeros, dispuestas en una larga cadena, y a su vez cada molécula se compone de unidades que se repiten y se conectan entre sí. Dichas moléculas pueden contener miles y hasta millones de unidades, siendo su unidad base el carbono.

Los polímeros engloban una considerable cantidad de materiales, por lo que puede existir diferentes clasificaciones dependiendo de varios criterios, sin embargo, la clasificación más utilizada se basa en el comportamiento térmico de los polímeros, teniendo los siguientes grupos:

- a) Termoplásticos
- b) Termoestables
- c) Elastómeros

El presente trabajo se centra en los polímeros de tipo termoplásticos, especialmente del polipropileno para su uso como matriz del material compuesto. El polipropileno como un termoplástico al calentarse a determinadas temperaturas se convierte en fluido,

permitiendo su moldeabilidad en la forma deseada, es un polímero semicristalino, presenta dos fases distintas en su estructura molecular, fase cristalina y fase amorfa [7].

El polipropileno es muy popular como un plástico en artículos de producción y consumo masivo, también se considera como un plástico ingenieril de bajo costo. Dentro de sus usos más comunes se encuentran la elaboración de piezas de automóvil, máquinas de lavar, cisternas de servicios, tanques para transporte de líquidos, películas o láminas antiadherentes, recubrimiento de cables y botellas, entre otros. Además, el polipropileno ofrece alta resistencia a la fatiga, resistencia química y facilidad de maquinado [8].

Desde hace algunos años el polipropileno se ha utilizado en materiales reforzados con fibras vegetales para la fabricación de productos para la construcción tales como; madera sintética y paneles para puertas, ventanas y cercos. Debido a la naturaleza no polar del polipropileno y la naturaleza polar de los componentes de las fibras del refuerzo, existe la presencia de fases inmiscibles que deterioran las propiedades mecánicas y térmicas. Por lo que varios estudios se han enfocado en modificar las fibras de refuerzo mediante el uso de agentes acoplantes para mejorar la interacción entre plástico y fibra de refuerzo [9].

1.2.2. Interfaz

La interfaz es la superficie entre la matriz y el refuerzo, su objetivo es garantizar la unión entre las fases constituyentes del material compuesto. Una buena unión entre las fases constituyentes resultará en propiedades mecánicas satisfactorias. Una mala interfaz disminuye la resistencia ya que no distribuye de manera uniforme la carga al refuerzo [10].

1.2.3. Refuerzo

El principal papel del refuerzo es mejorar las características de la matriz. El refuerzo es el componente del material compuesto que soporta la carga [10].

1.2.3.1. Cascarilla de arroz como refuerzo de material compuesto

La cascarilla de arroz (Figura 1.1), es un tipo de fibra corta que cumple la función de recubrir el grano de arroz del ambiente, se considera un desecho agro-industrial resultado del procesamiento del arroz. En el Ecuador según publicaciones del Ministerio de agricultura Ganadería Acuicultura y Pesca (MAGAP) este residuo representa el 22% del total de la producción, ocasionando problemas de espacio por la acumulación del mismo [11].

Según datos del MAGAP, para el año 2018 se sembraron 315 976 hectáreas, dando como resultado 373 617 hectáreas cosechadas, y 1 594 678 toneladas de cascara de arroz producidas, con toda esta información se observa que la producción total del arroz genera una gran cantidad de cascarilla de arroz, siendo un problema su correcto desecho. Datos del MAGAP indican que en el Ecuador se cultivan algunas variedades de arroz por lo que resulta complicado determinar un tipo predominante, es por esta razón que la misma entidad estimó tomar un promedio de los valores que reportan [12].



Figura 1. 1. Cascarilla de arroz
Fuente: (www.contextoganadero.com)

La cascarilla de arroz tiene una estructura ondulada y altamente porosa con apariencia superficial irregular, además su consistencia es quebradiza, abrasiva y su color varía del pardo rojizo al púrpura oscuro. Posee densidad baja, con peso específico de 125 kg/m^3 [13]

Dentro de la estructura de la cascarilla de arroz se tiene la presencia de sílice, conocida desde 1938, no obstante, desde 1934 científicos japoneses que habían observado que el silicio es benéfico para el crecimiento normal de la planta de arroz. Al calcinar la cascarilla se obtiene una cantidad de ceniza entre 13 y 29% del peso inicial, la cual está compuesta principalmente de sílice, 87-97% [14]. La sílice dentro de la estructura de la cascarilla de arroz limita su uso como harinas de consumo animal, optando por otras alternativas tales como: producción de biomasa, generación de biomateriales compuestos y biocombustibles [15].

Por otra parte, se tiene que la cascarilla es un material lignocelulósico, integrado principalmente de tres constituyentes poliméricos: celulosa, hemicelulosa y lignina los cuales están asociados los unos con los otros y son los que finalmente sirven de soporte estructural a la pared celular [16]. La Tabla 1.1 se muestra el porcentaje de dos de los tres

componentes antes mencionados, cabe señalar que estos porcentajes varían dependiendo la especie de oryza sativa que se tenga.

Tabla 1. 1. Composición de la cascarilla de arroz

Elemento	Porcentaje (%)
Celulosa	39,05
Lignina	22,80

(Fuente: Franco y Sánchez)

La celulosa es el compuesto orgánico de mayor abundancia [17] en la naturaleza, de gran importancia a nivel biológico y un polímero de interés industrial, siendo la celulosa y sus fuentes muy atractivas desde el punto de vista energético [18,19]. La celulosa es un biopolímero, debido a que corresponde a una macromolécula con carácter biodegradable; la celulosa se puede caracterizar como un homo polímero de alto peso molecular [20].

Las hemicelulosas son carbohidratos que forman una estructura polimérica compleja, ramificada, suele ser un polímero de menos masa molar que la celulosa y más fácilmente hidrolizable debido a su estructura predominantemente amorfa [21].

La lignina, es el segundo componente en abundancia, es un polímero ramificado amorfo y heterogéneo, su función en el ámbito estructural, es el de mantener unidos a la celulosa y hemicelulosa entre sí [21]. Además, la lignina tiene carácter hidrofóbico y termoplástico, con una temperatura de transición vítrea alrededor de los 90°C y temperatura de fusión de 200°C [22]

La lignina cuando es sometida a altas temperaturas desarrolla una propiedad aglomerante en la cascarilla de arroz, transformándola en una pasta sólida difícil de romper [23]. Esta propiedad de la lignina la ha hecho muy atractiva para utilizarla en aplicaciones como aglomerante en tableros prensados [24].

1.3. Procesamiento de materiales compuestos

Los materiales compuestos poseen un procesamiento similar al de los plásticos, por lo tanto, existen varias técnicas para su procesamiento. Los plásticos se pueden procesar con relativa facilidad y en pocas operaciones, con una infinidad de formas y requieren menos energía en su procesamiento [25], por lo tanto, los métodos más comunes para el procesamiento son la extrusión y la inyección. En la extrusión se pueden producir láminas o películas de manera continua, donde el polímero y el refuerzo se extruye forzándolo a pasar a través de un dado de diseño especial adquiriendo la forma deseada; en el moldeo

por inyección se producen artículos muy complejos, aunque no es muy apropiada para la producción de cantidades muy grandes.

1.3.1. Proceso de termoformado

El termoformado incluye una diversidad de técnicas que siguen los mismos pasos básicos, pero generalmente difieren en el modo en que se aplica la fuerza a la lámina para cambiar su forma. La materia prima para el termoformado es una lámina de plástico extruida dicha lámina es ablandada y moldeada para adquirir una nueva forma estable [26].

El proceso de termoformado (Figura 1.2), se caracteriza por ser capaz de conformar muchos polímeros en piezas de gran espesor. En este proceso se calienta una lámina en un horno hasta el punto de reblandecerla, pero no hasta el punto de fusión. Seguido a este paso se saca la lámina del horno y se coloca sobre un molde y se aplica presión.

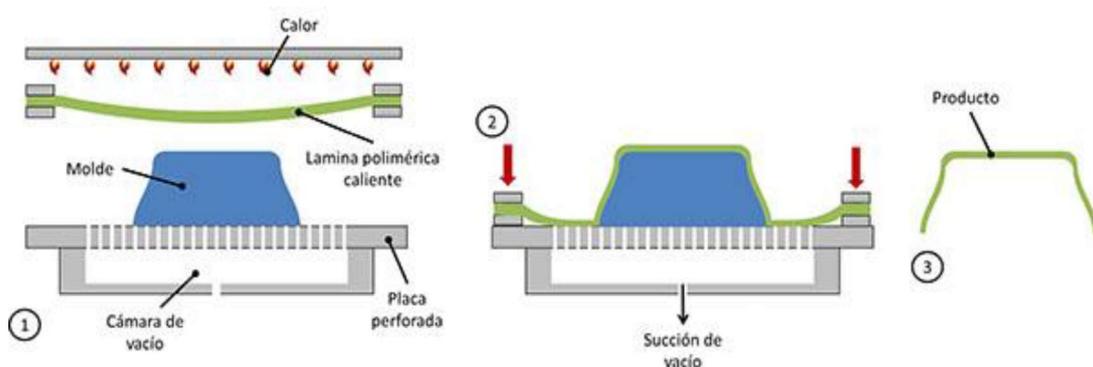


Figura 1. 2. Proceso de Termoformado
(Fuente: <https://revista-mm.com/disenio/polimeros-influencia-evolucion-mobiliario/>)

1.3.2. Proceso de moldeo por extrusión

El procedimiento de extrusión comprende la acción de forzar el paso de un material fundido, por medio de presión, a través de una boquilla o dado de extrusión. El procedimiento para la extrusión (Figura 1.3), comienza al introducir los componentes del material de compuesto en la tolva de alimentación de la extrusora, el material fundido es forzado a través de un dado o boquilla, por medio de un tornillo que gira concéntricamente en una cámara a temperaturas controladas llamada cañón o camisa calefactora [27].

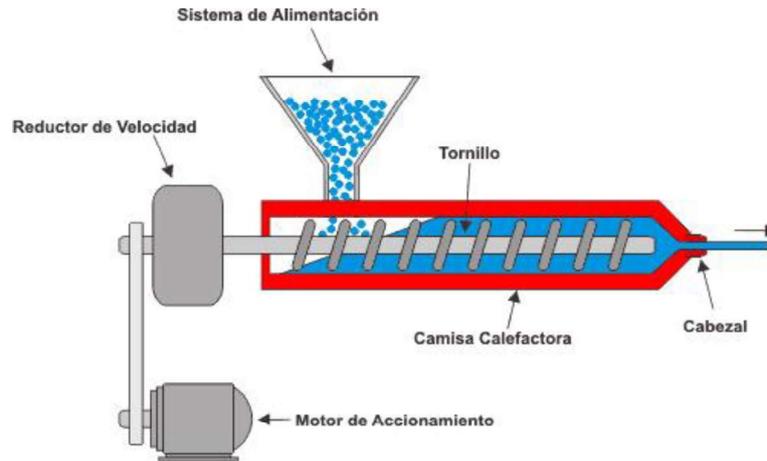


Figura 1. 3. Moldeo por extrusión

(Fuente: <https://www.aristegui.info/metodo-de-extrusion-su-proceso-y-aplicacion/>)

1.3.3. Proceso de moldeo por inyección

El proceso por inyección es uno de los más importantes dentro de la fabricación de piezas. Es adecuado para artículos de gran consumo, ya que la materia prima se transforma en un producto terminado en un solo paso [28].

El moldeo por inyección consiste en introducir a presión una cierta cantidad de material fundido en el interior de las cavidades de un molde. Después de transcurrido un tiempo (tiempo de enfriamiento) y una vez que el material se ha solidificado, la pieza puede ser extraída del molde [29].

1.3.4. Proceso de moldeo por compresión

Uno de los procesos más antiguos para la transformación de plásticos es el moldeo por compresión siendo un proceso muy utilizado para polímeros termoestables, y ocasionalmente usado en polímeros termoplásticos.

Los factores más importantes dentro del moldeo por compresión son la temperatura del molde y la presión aplicada. Existen otros factores que influyen en la calidad de las piezas moldeadas y son: el diseño de la pieza a moldearse, la velocidad de cierre de la prensa, la plasticidad del material y las condiciones superficiales de la cavidad de moldeo. En la Figura 1.4, se puede observar el equipo para el proceso de moldeo por compresión.

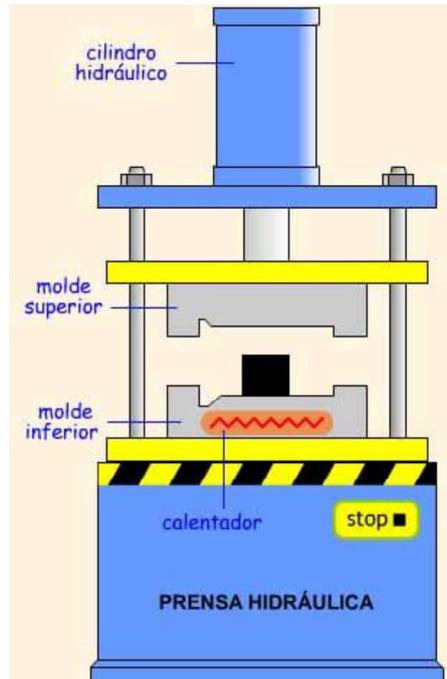


Figura 1. 4. Prensa hidráulica para moldeo por compresión
(Fuente: <http://eli-estrelladelmar.blogspot.com/2012/06/fabricacion-de-plasticos-por-compresion>)

1.3.4.1. Descripción del proceso

El proceso se basa en cargar la cantidad precisa de material de moldeo, bien sea líquido en forma de polvo o pastillas preformadas (preformas), en la mitad inferior de un molde calentado, para después juntar las dos mitades del molde lentamente comprimiendo la carga, forzándola a que fluya y adopte la forma de la cavidad de moldeo.

En ciertos casos, es recomendable realizar el moldeo cerrando el molde casi por completo para después abrirlo por unos segundos antes de aplicar la presión definitiva. Con este paso se consigue la evacuación del gas que queda atrapado en el polvo de moldeo o que es generado por la reacción de polimerización.

Mediante la aplicación conjunta de calor y presión ocurre un proceso llamado “curado”, durante este proceso ocurren reacciones de entrecruzamiento las cuales transforman al polvo de moldeo en una pieza solidificada, y finalmente se abren las mitades del molde para retirar la pieza de la cavidad una vez que se ha enfriado completamente. En la Figura 1.5, se puede observar el proceso de moldeo por compresión.

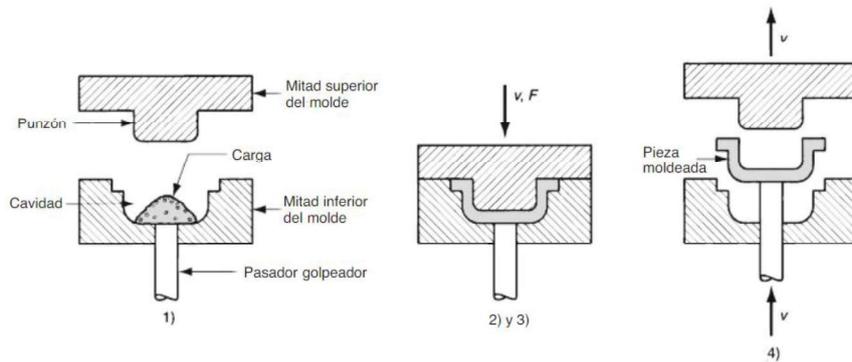


Figura 1. 5. Proceso de moldeo por compresión
(Fuente: (Groover, 2007))

Resumiendo, el ciclo de moldeo se puede describir mediante los siguientes pasos:

- Apertura del molde.
- Preparación del molde, incluye limpieza del molde y lubricación.
- Cierre del molde caliente y aplicación de presión.
- Apertura del molde para permitir la salida de humedad y materiales volátiles.
- Aplicar la presión final al molde caliente manteniéndola hasta que el material haya curado totalmente.
- Enfriar la pieza final y extraerla del molde.

1.3.4.2. Factor de compresión

El factor de moldeo de compresión se define como la relación entre la densidad de la pieza moldeada y la densidad aparente del polvo de moldeo. Un factor de compresión elevado es aceptable, siempre que sea posible comprimir previamente el material de moldeo, mediante el uso de proformas que reducen notablemente el factor de compresión haciendo posible colocar la cantidad correcta de material en el molde. Por otra parte, a factores de compresión inferiores (entre 2,5 y 1,8), se puede emplear directamente los polvos de moldeo.

1.3.4.3. Propiedades de flujo y tiempo de curado

Se denomina tiempo de curado al tiempo que tarda en endurecerse completamente el material y es función del espesor de la pieza moldeada debido a que el plástico es mal conductor del calor. Por lo que a mayor espesor de la pieza el tiempo de curado será más largo. Un polvo de moldeo que ha sido calentado a elevadas temperaturas y ha alcanzado un grado avanzado de curado, permanecerá fluido un tiempo sumamente corto. A este tipo de polvo se denomina de flujo duro, este flujo es deseable para piezas sencillas. Con este

tipo de polvo la contracción que aparece es poca obteniéndose así piezas moldeadas con buena apariencia. Al contrario, si se tiene un flujo blando no se alcanza un grado avanzado de curado por lo que requiere de un tiempo de curado elevado, produciendo mayor contracción de las piezas moldeadas y por ende el aspecto de las mismas será algo peor que las piezas obtenidas en flujo duro.

Existen ciertas gráficas donde se observa información técnica sobre las mejores condiciones de moldeo, aquí se representa el tiempo de curado frente a la temperatura del molde y presión predeterminados. En la Figura 1.6, se puede observar las curvas de curado mínimo, óptimo y máximo, así como las zonas en donde se obtiene piezas excesivamente curadas o poco curadas.

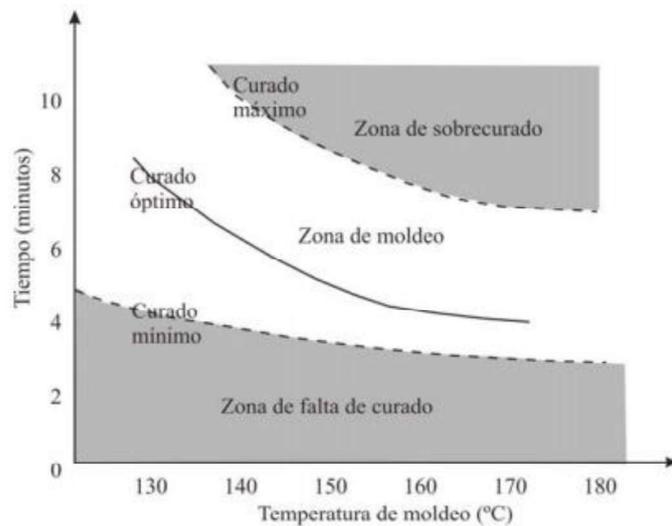


Figura 1. 6. Representación de las condiciones de curado
(Fuente: https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/16981/1/TEMA6_compresion.pdf)

1.3.4.3. Influencia de la temperatura y la presión

La temperatura de moldeo es la temperatura media del molde, siendo la óptima los 160°C. Si la temperatura decrece, la fluidez de material disminuye hasta el punto que se hace difícil el llenado del molde. Por otra parte, si la temperatura es demasiado elevada también resulta difícil llenar las cavidades, debido a que el material es más fluido, pero solo durante un tiempo excesivamente corto. En la Figura 1.7. se observa el comportamiento de la viscosidad a varias temperaturas.

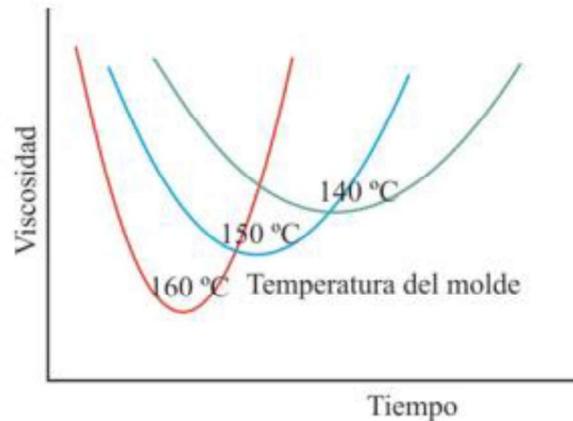


Figura 1. 7. Influencia de la temperatura
(Fuente: https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/16981/1/TEMA6_compresion.pdf)

La presión de moldeo se define como el cociente entre la fuerza de la prensa y la sección transversal de la cavidad. La prensa cuando cierra completamente, logra mejorar las condiciones de moldeo ya que aumenta la fuerza de la prensa. No es recomendable cerrar la prensa muy rápido debido a que el material puede salir expulsado rápidamente de la cavidad. Cuanto mayor es la presión de moldeo, mejor es la calidad de las piezas y menor es la temperatura necesaria para alcanzar el curado óptimo.

1.3.4.4. Ventajas y desventajas del moldeo por compresión

Dentro de las ventajas que se tiene en el proceso está la forma de los moldes para el moldeo por compresión, por lo general son más sencillos, menos caros y requieren poco mantenimiento que sus contrapartes para el proceso por inyección, además se tiene menor cantidad de desperdicios y con esfuerzos residuales bajos en las piezas moldeadas. Sus más grandes desventajas son; 1) realizar piezas con formas sencillas y 2) mayor duración del ciclo de procesamiento lo que genera tasas de producción menores que las del moldeo por inyección.

2. METODOLOGÍA

Para el desarrollo de este proyecto se contemplan dos etapas principales para la obtención del material compuesto, las cuales tratan de la elaboración del material compuesto y el proceso de moldeo por compresión.

Como primer paso, se fabrica un molde en acero ASTM A36 y se realizan pruebas preliminares para definir la eficiencia y el comportamiento del mismo a diferentes presiones y temperaturas. A continuación, se debe realizar el procesamiento de las diferentes composiciones de material compuesto, formado por la matriz de polipropileno y refuerzo de cascarilla de arroz. Las diferentes composiciones se conforman en base a un diseño experimental que toma en cuenta la influencia del tamaño de partícula y el porcentaje de refuerzo a utilizar, de esta manera se puede determinar cómo afectan estas variables en las propiedades mecánicas del compuesto.

La conformación del material compuesto en un principio se optó por el uso de una extrusora, por lo que se realizó la correspondiente gestión en los diferentes laboratorios de la Escuela Politécnica Nacional, en los cuales no se obtuvo respuesta favorable respecto al uso del equipo. En consecuencia, la decisión fue realizar un método de mezcla artesanal basado en el proceso de termoformado para realizar el mezclado del material compuesto.

Seguidamente, se obtienen los parámetros necesarios para realizar el proceso de moldeo por compresión, y así conformar planchas de material compuesto, las mismas que pasaron por un proceso de corte láser para obtener especímenes de ensayo mecánico.

2.1. Materiales utilizados

Para la matriz polimérica se utilizó polipropileno homopolímero PH 1310 de la marca Petroquim, adquirido mediante la empresa ecuatoriana Quimasa S.A, comercializado en forma de pellets. (Figura 2.1.)



Figura 2. 1. Polipropileno homopolímero
(Fuente: Propia)

El polipropileno es un polímero termoplástico, posee adecuada estabilidad durante el procesamiento, buena rigidez, balance de propiedades mecánicas y posee resistencia contra diversos solventes químicos, en el Anexo I se encuentra la ficha técnica del polipropileno. Este material es empleado en una amplia variedad de aplicaciones que incluyen los empaques para alimentos, equipo de laboratorio, componentes automotrices y películas transparentes. [30]

Como material de refuerzo se utilizaron partículas de cascarilla de oryza sativa (arroz). La cascarilla fue adquirida a una pequeña maquiladora independiente, ubicada en la ciudad de Milagro en la provincia del Guayas.

2.2. Estrategia metodológica

Para determinar la formulación del material compuesto, se analiza la influencia de dos variables principales que son el porcentaje en peso y el tamaño de las partículas de cascarilla de arroz. Los porcentajes en peso para cada composición a obtener fueron seleccionados en base a la revisión bibliográfica y a las limitaciones del proceso. Variando los porcentajes en peso del refuerzo entre 5% y 15% con intervalos de 5%.

Se tiene un total de 10 composiciones presentadas en la Tabla 2.1, a las cuales se debe caracterizar mediante ensayos mecánicos para obtener sus propiedades a tracción, flexión e impacto. Los resultados a obtener se analizan mediante un análisis estadístico (análisis de la varianza “ANOVA”), determinando el efecto que causa cada una de las variables consideradas en las propiedades mecánicas del compuesto.

Tabla 2. 1. Composiciones de material compuesto

% en peso cascarilla de arroz	Tamaño de partícula	Denominación
N/A	N/A	PP
5	250 µm (T60)	PP_5CA_T60
10		PP_10CA_T60
15		PP_15CA_T60
5	150 µm (T100)	PP_5CA_T100
10		PP_10CA_T100
15		PP_15CA_T100
5	106 µm (T140)	PP_5CA_T140
10		PP_10CA_T140
15		PP_15CA_T140

(Fuente: Propia)

Mediante el diagrama de flujo (Figura 2.2.) se detalla el proceso para la obtención y caracterización de las probetas de material compuesto.

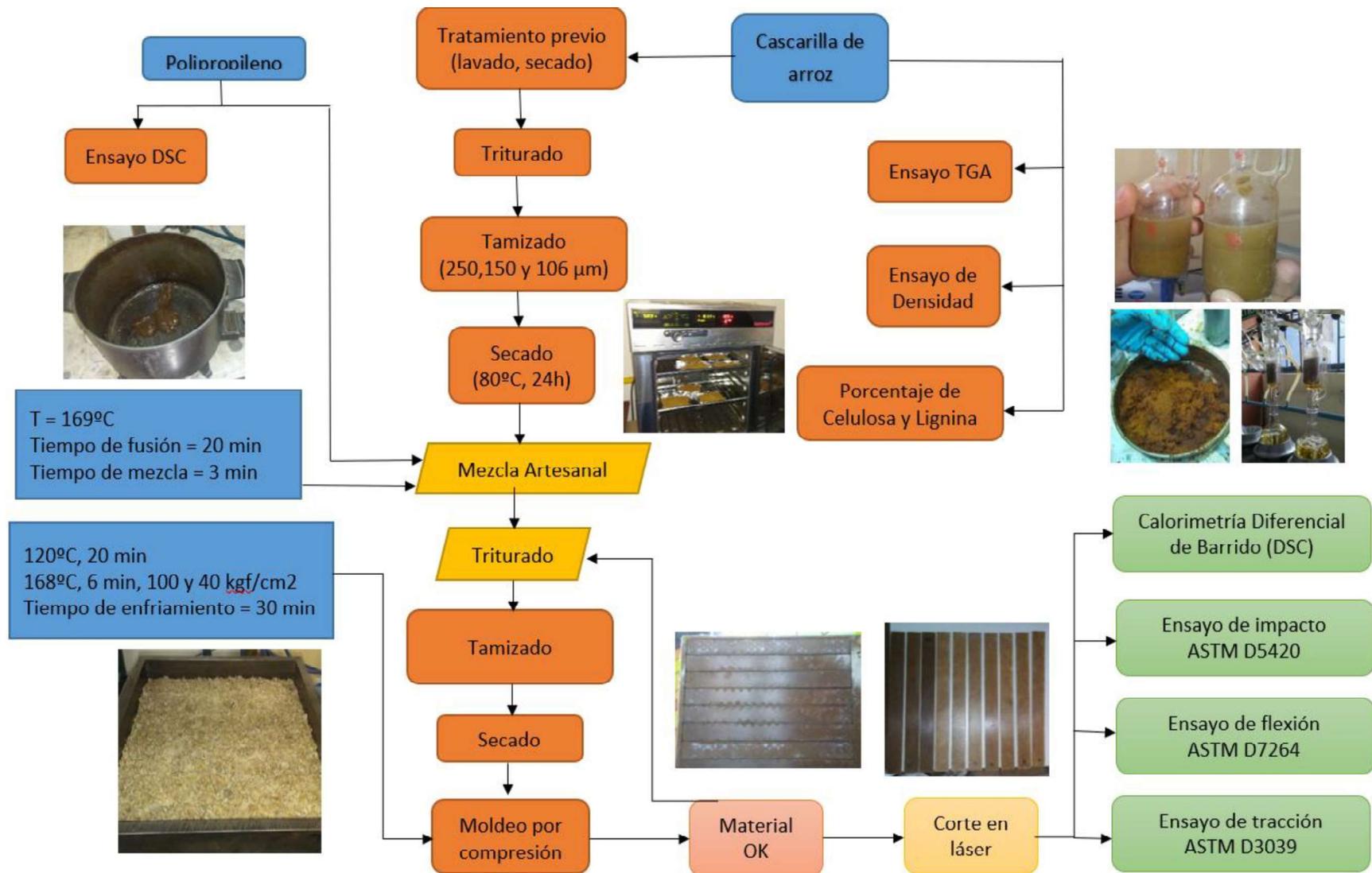


Figura 2. 2. Diagrama de flujo del proceso
(Fuente: Propia)

2.2.1. Fabricación del molde y pruebas preliminares

El molde se fabrica tomando como referencia el trabajo realizado por Cevallos y Tenesaca [8], realizando ciertos cambios de manera que el molde se ajuste a las limitantes de la prensa térmica a utilizar. La forma y las dimensiones del molde se presentan en el Anexo 3.

Mediante ciertas pruebas se establece el desempeño del molde. Las pruebas consisten en elaborar láminas de polipropileno, y a partir de la observación de fugas de material en los puntos de unión de las diferentes partes del molde, se determinan las pérdidas que pudiera tener. En la Tabla 2.2 se observan las diferentes presiones y temperaturas de las pruebas realizadas.

Tabla 2. 2. Pruebas preliminares al molde

Prueba	Presión kgf-cm ²	Temperatura plato superior °C	Temperatura plato inferior °C
A	90	156	155
B	60	165	165
C	100	157	158
D	80	158	158
E	90	160	160
F	100	165	165

(Fuente: Propia)

2.3. Procesamiento de la cascarilla

2.3.1. Limpieza y secado previo al procesamiento

Como primer paso se procede a la limpieza de la cascarilla de arroz con abundante agua para remover cualquier sustancia ajena a la cascarilla. Después, se coloca la cascarilla al ambiente durante 3 días para remover el exceso de humedad adquirida en el proceso de lavado.

2.3.2. Trituración y tamizado

En este paso se procede a la trituración de la cascarilla con la finalidad de obtener el tamaño de partícula deseado para la realización del estudio. La trituración se realiza mediante dos etapas:

- a) Trituración primaria: En esta etapa se tritura la cascarilla en el molino de martillos Tabla 2.3, permitiendo moler una gran cantidad de materia prima de una forma

rápida, obteniendo partículas de diversos tamaños y acortando el tiempo de trabajo de la segunda etapa.

- b) Trituración secundaria: comprende la trituración final de la materia obtenida en la trituración primaria. Para esta etapa se emplea el molino de cuchillas Tabla 2.3. el cual no posee gran capacidad de trituración, pero permite obtener tamaños de partículas requeridos para el análisis en este estudio. Finalizada esta etapa se obtiene un polvo de cascarilla que debe ser tamizado posteriormente.

Tabla 2. 3. Equipos utilizados para la trituración

EQUIPO	FOTO	DESCRIPCIÓN
<p>a) Molino de martillos Marca: Karl Kolb Scientific Technical Supplies</p>		<p>Trabaja por el principio de trituración por impacto debido a golpes múltiples y se emplea en materiales de dureza media como granos, cortezas, hojas y minerales.</p>
<p>b) Molino de cuchillas Marca: Thomas Modelo: 3379-K05 N° de serie: 760104</p>		<p>Conocido como granulador de mesa provisto de una cámara de molienda de 2", ancho con 4 tornillos en cuchillos, 4 cuchillos de cama, con una potencia de 0.33 hp y motor de 115/230 voltios.</p>

(Fuente: Propia)

Una vez finalizada la trituración, se procede a separar el polvo de cascarilla según los tamaños de partículas 250 μm , 150 μm y 106 μm empleados en el presente estudio. El proceso de tamizado se realiza mediante un juego de tamices Figura 2.3, los cuales están normalizados según la norma ASTM E-11 (N° 20 de 850 μm , N° 50 de 300 μm , N° 60 de 250 μm , N° 80 de 180 μm , N° 100 de 150 μm y N° 140 de 106 μm).



Figura 2. 3. Juego de tamices, capacidad: 1602,21 cm³
(Fuente: Propia)

Los tamices se colocan en una máquina vibradora, motor de 50 W de potencia, la cual realiza movimientos cíclicos de vaivén, Figura 2.4, clasificando el material en diversos tamaños de partícula en función de la apertura de los tamices seleccionados.



Figura 2. 4. Sacudidor de tamices (laboratorio de operaciones unitarias FIQA)
(Fuente: Propia)

2.3.3. Medición de la densidad

Se procede a la determinación de la densidad de la cascarilla, debido a que esto es una característica significativa de la materia. La medición de la densidad de la cascarilla es importante y es utilidad para determinar la cantidad de masa a utilizar en el proceso de moldeo por compresión.

La densidad del polvo de cascarilla se obtiene siguiendo el procedimiento descrito en la norma ASTM C 373 – 88 (Método de prueba estándar para la absorción de agua,

densidad aparente, porosidad aparente y gravedad específica); para este ensayo se emplea material de los tamices N° 50 de 300 μm , N° 100 de 150 μm y N° 140 de 106 μm . En la Tabla 2.5, se describen las herramientas y equipos utilizados en el proceso.

Tabla 2. 4. Herramientas y equipos utilizados para medir la densidad del polvo de cascarilla

Herramienta/Equipo	Foto	Descripción
<p>Desecador con tapa con llave para vacío de vidrio</p>		<p>Desecador en vidrio borosilicato, con llave para vacío. \varnothing exterior: 270mm \varnothing interior: 192mm Altura: 311mm Para desecación y almacenaje de material sensible a la humedad. Bajo la norma: ISO 13130 y DIN 12491.</p>
<p>Picnómetros con y sin termómetro</p>		<p>Permite conocer la densidad o peso específico de cualquier sustancia. Bajo la norma: ASTM D-854.</p>
<p>Vasos de precipitación</p>		<p>Capacidad: 200 y 600 ml. Tolerancia: ± 5</p>

Continuación de la Tabla 2.4.

<p>Balanza analítica Marca: Scout-Pro Modelo: 2001</p>		<p>Balanza digital con capacidad máxima de 2000 g teniendo una apreciación de 0.1 g.</p>
<p>Bomba de Vacío libre de Aceite Marca: Rocker Modelo: 610</p>		<p>Trabaja con 110V y 60Hz Max. potencia: 190 W Max. corriente: 1,7 A Max. vacío: 730 mmHg Max. velocidad de flujo: 41 l/min Motor: 1700 rpm y 1/4 HP Nivel de ruido: 62.0 dB Hilo puerto: 5/16 pulgadas (8 mm) Net húmedas: 7.6 kg Dimensión (LxWxH): 34.1x17.6x19.4cm</p>

(Fuente: Propia)

Como primer paso, se mide en una balanza el peso de los aparatos a emplear, tales como los picnómetros completamente limpios y libres de humedad con sus respectivos termómetros. Seguidamente se mide la masa de los picnómetros agregados el polvo de cascarilla seco, luego se coloca en el desecador para compactar el material por un período de 20 minutos. Una vez concluido el tiempo se introduce agua destilada con una pipeta hasta llenar completamente los picnómetros con sus respectivos termómetros, se repite el proceso de vaciado con el desecador y la bomba de vacío por 20 minutos, una vez culminado el tiempo se toma el peso de los picnómetros.

Finalmente se limpia los picnómetros y se los llena completamente de agua destilada, repitiendo el proceso de vaciado con el desecador y la bomba de vacío por 20 minutos, una vez finalizado el tiempo se toma el peso de los picnómetros.

Terminado el ensayo se realiza el cálculo de la densidad en base a la norma ASTM C373-18 "Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products" [40].

2.3.4. Caracterización de la cascarilla de arroz

Previamente a realizar cualquier tipo de ensayo sobre el polvo de cascarilla se realiza un proceso de secado sobre todo el material de refuerzo, con el objetivo de eliminar cualquier exceso de humedad que pudiera tener. El equipo empleado para esta operación fue la estufa, Figura 2.5. Se toma en cuenta el estudio realizado por Correa y Tuárez [30], en el que se define la temperatura de 80 °C por un tiempo de 24 h.



Figura 2. 5. Estufa, Mammert modelo 100-8000
(Fuente: Propia)

2.3.4.1. Determinación de celulosa

Para la determinación del contenido de celulosa se emplea el proceso a la sosa desarrollado por Herrera [31] con la variación en el proceso de pulpaje, debido a la cantidad de materia analizada se aumenta el tiempo por la vibración adicional realizada.

El procedimiento consta de la selección de materia prima homogénea, donde se impida el aglutinamiento del material y se agilite la obtención de celulosa. Se realiza el pulpaje mediante su digestión con hidróxido de sodio (NaOH) de grado analítico a una concentración del 15% (spf) con relación a licor empleada de 1:5 en función de la ecuación 2.1.

$$1000 \text{ gr solución} = 150 \text{ gr NaOH} + 850 \text{ gr H}_2\text{O} \quad (2.1)$$

Con 200 g de fibra seca, obtenida en el proceso de secado anterior, se procede a colocar la solución y las fibras de cascarilla en un matraz Erlenmeyer con 1000 ml de capacidad, como muestra la Figura 2.6.



Figura 2. 6. Matraz con solución y fibra seca
(Fuente: Propia)

El matraz se coloca en un agitador magnético (Figura 2.7.a) a una temperatura de 140 °C, en intervalos de cada 5 minutos se retira el matraz del agitador y se lo cambia a un agitador tipo soporte por 1 minuto (Figura 2.7.b), así sucesivamente hasta completar una hora y media.



Figura 2. 7. a) agitador magnético, b) agitador tipo soporte
(Fuente: Propia)

La pulpa cruda obtenida se lava con abundante agua para eliminar residuos de lignina e hidróxido de sodio Figura 2.8. Posteriormente se realiza un secado de la pulpa a 70 °C por 24 horas, finalmente una vez seca la pulpa se pesa para determinar el rendimiento según la ecuación 2.2 [32].

$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{masa celulosa}}{\text{Masa seca de cascarilla de oriza}} * 100 \quad (2.2)$$



Figura 2. 8. Lavado de pulpa
(Fuente: Propia)

2.3.4.2. Determinación de lignina

El procedimiento para determinar el contenido de la lignina insoluble en ácido se realiza mediante la norma ASTM D 1106-96. Para este procedimiento se necesita de 80 g de fibra seca la cual es repartida en 4 cartuchos de papel filtro (Figura 2.9), después cada cartucho se coloca en el tubo de extracción del equipo Soxhlet.



Figura 2. 9. Cartuchos de papel filtro
(Fuente: Propia)

A continuación, se colocan 250 ml de solución etanol-tolueno (etanol 1l-tolueno 427ml) en los matraces de extracción, posteriormente se instala el equipo de Soxhlet con todos los elementos correspondientes (Figura 2.10), de esta manera se da inicio al proceso de extracción durante 6 horas manteniendo el solvente en ebullición constante.



Figura 2. 10. Equipo de extracción Soxhlet
(Fuente: Propia)

Terminado el proceso de extracción, se coloca la muestra obtenida en un matraz de capacidad de 1 litro y con el uso del rotavapor se lleva a cabo la respectiva recuperación del solvente (Figura 2.11).



Figura 2. 11. Recuperación del solvente
(Fuente: Propia)

Para la etapa de limpieza y una vez recuperada la mayor cantidad de solvente se coloca la muestra resultante en un vaso de precipitados con 400 ml de agua en un agitador magnético a 100 °C durante 3 horas, posteriormente se realiza un filtrado y lavado con agua caliente.

Por separado se debe preparar una solución de ácido sulfúrico (72%). El material que se quedó en el proceso de filtrado se coloca nuevamente en el matraz, se añade la solución cuidadosamente para colocarla en el agitador a 85°C por el lapso de 4 horas, posteriormente se procede al último filtrado. Finalmente se deja el papel filtro en la estufa

a 105°C por 12 horas y se concluye con la medición del peso para determinar el rendimiento según la ecuación 2.3 [33].

$$\%Lignina = \frac{Masa\ fina\ del\ crisol - Masa\ crisol\ vacío}{Masa\ inicial\ muestra * (1 - Humedad)} * 100 \quad (2.3)$$

2.3.4.3. Análisis termogravimétrico (TGA)

En el ensayo según la norma ASTM E1131 para el análisis termogravimétrico se reconoce la pérdida de masa de la muestra en función de la temperatura que controla una atmósfera inerte de nitrógeno y con una velocidad de calentamiento constante.

Este ensayo permite determinar la estabilidad térmica de los materiales, así como su comportamiento de degradación y algunos de los casos también se emplea para la determinación de muestras con formulación desconocida.



Figura 2. 12. Equipo para TGA
(Fuente: Propia)

Los parámetros empleados para el ensayo TGA se muestran en la Tabla 2.5.

Tabla 2. 5. Parámetros utilizados para el ensayo TGA

Parámetros	Valor
Atmósfera	Nitrógeno
Temperatura inicial [°C]	20
Temperatura final [°C]	600
Velocidad de ensayo [°C/min]	20

(Fuente: Propia)

2.3.4.4. Medición de la humedad

Para la determinación del contenido de humedad en la cascarilla de oryza se emplea la norma ASTM D4442-02 "Standard Test Methods for Direct Moisture Content Measure of Wood and Wood Base Material"

El contenido de humedad se determinó por medio de la ecuación 2.4 [34]:

$$\%humedad = \frac{Masa\ inicial - Masa\ final}{Masa\ inicial} * 100 \quad (2.4)$$

2.4. Calorimetría diferencia de barrido (DSC) del polipropileno.

El ensayo de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) según la norma ASTM D3418, se utiliza para caracterizar polímeros, productos farmacéuticos, alimentos / biológicos, químicos orgánicos e inorgánicos. Mediante este ensayo se puede determinar la relación entre la temperatura y el flujo de calor vinculado con las variaciones presentes en el material base durante el proceso, proporciona un reporte cuantitativo y cualitativos sobre características endotérmicas y exotérmicas; entalpía, energía de fusión, calor específico, punto de vidrio, cristalinidad, entalpía de reacción, estabilidad térmica, estabilidad de oxidación, envejecimiento, pureza, transformación de fase, eutéctica, polimorfos, identificación de productos, cinética de curado y curado [35].



Figura 2. 13. Equipo para DSC
(Fuente: Propia)

Los parámetros empleados para el ensayo DSC se muestran en la Tabla 2.6.

Tabla 2. 6. Parámetros utilizados para el ensayo DSC

Parámetros	Valor
Atmósfera	Nitrógeno
Temperatura inicial [°C]	-60
Temperatura final [°C]	200
Velocidad de ensayo [°C/min]	10

(Fuente: Propia)

2.5. Procesamiento de material compuesto

2.5.1. Mezclado artesanal

Una vez realizado el tratamiento previo de la materia prima se procede al mezclado y la obtención del material compuesto. Para este proceso artesanal se aplica la base del termoformado, variando la temperatura del punto de reblandecimiento por la temperatura de fusión del polipropileno. Además, en lugar de calentar el material dentro de un horno se optó por el uso de una olla de cocción lenta, la cual posee un dispositivo de producción de calor, así como de un termostato para controlar la temperatura. Entre las ventajas que posee se encuentran el bajo consumo eléctrico y la posibilidad de mantener la temperatura constante durante largos periodos de tiempo.

Previamente al uso de la olla de cocción se realiza una medición de la temperatura (Figura 2.14), con la finalidad de comprobar que el termostato esté funcionando correctamente y que la temperatura indicada sea la correcta.



Figura 2. 14. Comprobación de temperaturas del termostato
(Fuente: Propia)

Al usar la termocupla se comprobó que las temperaturas indicadas en el termostato no eran las correctas, existiendo un desfase de temperaturas entre el aparato de medición y la olla como se puede apreciar en la tabla 2. 7.

Tabla 2. 7. Temperaturas registradas con la termocupla

Termocupla		Termostato	% Error
[°C]	[°F]	[°F]	
124	248	350	29,143
142	287,6	400	28,100
167	332,6	420	20,810

(Fuente: Propia)

Una vez realizada medición de las temperaturas, se procede a la mezcla de las materias primas siguiendo el proceso descrito a continuación.

- I. Pesar las cantidades de polvo de cascarilla y polipropileno, de acuerdo a la mezcla que se desee realizar.
- II. Colocar el polipropileno dentro de la olla de cocción a la temperatura de 169°C. Esperar 20 minutos hasta que el polipropileno se funda completamente (Figura 2.15).



Figura 2. 15. Fusión del polipropileno
(Fuente: Propia)

- III. Colocar el polvo de cascarilla, dispersándola sobre todo el polipropileno. Aplicando presión, revolver lentamente durante 5 minutos hasta conseguir la mezcla lo más homogénea posible (Figura 2.16).



Figura 2. 16. Adición del refuerzo y mezcla de los componentes
(Fuente: Propia)

- IV. Retirar el material, dejar enfriar al ambiente durante 30 minutos y almacenar.



Figura 2. 17. Material obtenido después de la mezcla
(Fuente: Propia)

- V. Limpiar la olla de cocción eliminando cualquier residuo de material sobrante.
VI. Repetir los pasos anteriores hasta obtener las cantidades de material compuesto necesarias.

2.5.2. Pelletizado

Debido a la forma tan irregular del material compuesto obtenido mediante el uso de la olla de cocción lenta, para el mezclado fue necesario realizar un tratamiento previo el cual consiste en la trituración del material compuesto en el molino de martillos. Posteriormente para obtener pellets de un mismo tamaño se utiliza el juego de tamices (N° 6-3,35mm, 12-1,7mm y 20-0,841 mm) junto con la máquina agitadora (Figura 2.18).



Figura 2. 18. Pellets de material compuesto diferentes tamaños
(Fuente: Propia)

Como resultado de este tratamiento previo, se obtuvo pellets de forma irregular (Figura 2.19), más adelante se discutirá los efectos de la forma de los pellets obtenidos.



Figura 2. 19. Pellets de material compuesto
(Fuente: Propia)

2.5.3. Secado

El procedimiento de secado se realiza sobre los pellets de material compuesto, con el objetivo de eliminar cualquier exceso de humedad que pudiera haber adquirido durante el tiempo que estuvo almacenado antes de usarlo para el proceso de moldeo por compresión. Se tomó en cuenta los parámetros utilizados en el acápite 2.3.4, en el que se define la temperatura de 80°C por un tiempo de 24 h.

2.6. Proceso de moldeo por compresión

Una vez realizadas las pruebas del molde y obtenido los pellets de material compuesto, el siguiente paso a seguir es el proceso de moldeo por compresión. Este proceso consta de cuatro fases principales: 1) fase de precalentamiento, 2) fase de calentamiento 3) fase de

moldeo y 4) fase de enfriamiento. Para cada una de las fases es necesario definir ciertos parámetros de moldeo, tales como; temperatura de precalentamiento, tiempo de precalentamiento, temperatura de moldeo, presión de moldeo, tiempo de moldeo, entre otros. Todos estos parámetros se obtienen de manera experimental a partir de una inspección visual de las planchas obtenidas, considerando las pérdidas de material entre el macho y la hembra, cantidad de burbujas internas y el aspecto físico de las mismas.

Para el enfriamiento se experimentaron con tres diferentes formas descritas a continuación:

- a) Enfriamiento al ambiente, que consiste en dejar al molde a temperatura ambiente, aproximadamente 20°C, durante una hora y media, sin aplicar presión algún tipo de presión.
- b) Enfriamiento con agua, consistió en mojar el molde periódicamente con agua, a temperatura de 19°C, durante 20 min.
- c) Enfriamiento por convección forzada, mediante el uso de un ventilador doméstico, se procedió a enfriar el molde por un período de 30 minutos.

Para el moldeo por compresión se utiliza la prensa hidráulica descrita en la Tabla 2.8.

Tabla 2. 8. Prensa hidráulica

Equipo	Foto	Descripción
Prensa Hidráulica Marca: J. Wickert & Söhne Modelo: Landau-Pfalz		Diámetro de cilindro 150 mm Temperatura máxima 300°C Control digital de temperatura Control manual de presión Presión máxima 630 kg/cm ²

(Fuente: Propia)

Cabe señalar que se tomó en consideración los resultados obtenidos en los ensayos de TGA de la cascarilla y del DSC del polipropileno. El proceso de moldeo por compresión a seguir se indica en la Figura 2.20.

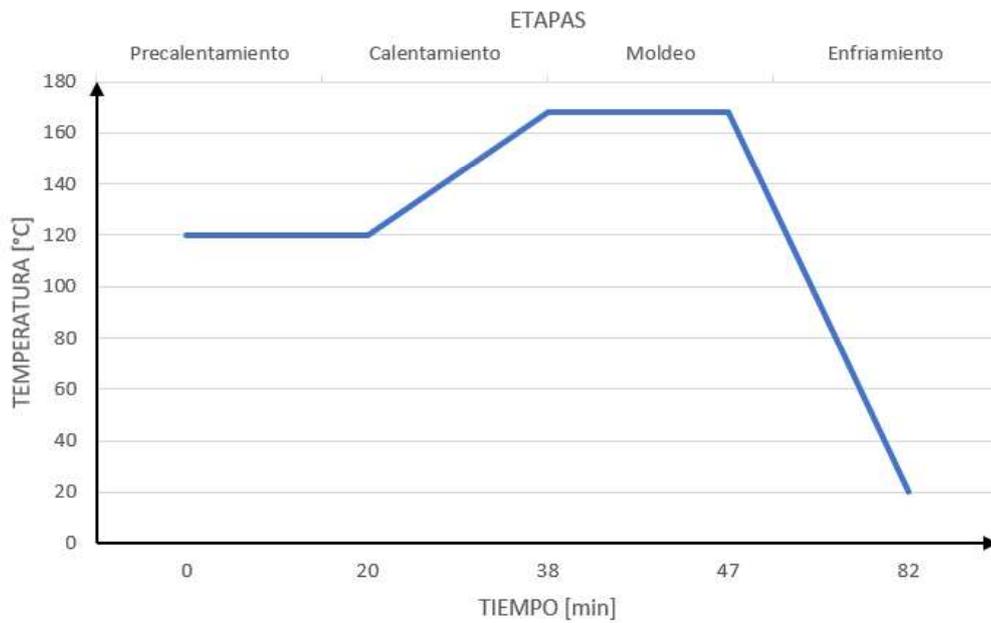


Figura 2. 20. Proceso de moldeo por compresión
(Fuente: Propia)

La etapa de precalentamiento se realiza con el objeto de reducir algún tipo de humedad presente, esta fase se realiza durante un lapso de 20 minutos a la temperatura de 120°C. En la fase de calentamiento y para que exista ablandamiento por parte del material compuesto se coloca la temperatura a los 168°C, siendo el punto óptimo obtenido experimentalmente. Partiendo de los 120°C hasta la temperatura del punto óptimo se necesita de 18 minutos para alcanzar dicha temperatura.

Durante la fase de moldeo y con el objetivo de tener una mezcla de moldeo homogénea se espera 6 minutos hasta que toda la masa se encuentre fluida, posteriormente se aplica la presión de moldeo durante tres minutos.

La presión de moldeo se encuentra en función del espesor de las planchas a obtener, de tal forma que para planchas de espesor 2,5 mm se aplica una presión de 90 kg/cm², mientras que para planchas de 4 mm de espesor se aplica 40 kgf/cm².

La fase de enfriamiento se realiza una vez compactadas las planchas de material compuesto, se optó por el enfriamiento por convección forzada, mediante el uso de un ventilador doméstico, obteniendo un tiempo de enfriamiento de 30 minutos.

2.7. Caracterización mecánica

Para la caracterización del material compuesto de las diferentes configuraciones elaboradas se procede a cortar con láser las láminas obtenidas, de esta manera se elaboraron las probetas necesarias para la realización de cada ensayo.

Cada una de las probetas se debe sobredimensionar con 1,5 mm debido a que el proceso de corte con láser consume una parte del material, además de dejar un aspecto de quemado en los bordes de cada probeta, por lo tanto, posterior al corte se debe lijar para eliminar ese aspecto. Para efectuar los ensayos de tracción y flexión se utiliza la máquina universal de ensayos marca INSTRON, modelo 3365 como muestra la Figura 2.21.



Figura 2. 21. Máquina universal de ensayos
(Fuente: Propia)

2.7.1. Ensayos de tracción

A partir de las láminas de material compuesto se obtienen las probetas para el ensayo de tracción con las dimensiones especificadas en la Tabla 2.9, según lo establecido en la norma ASTM D3039. Por cada lámina se obtuvieron un promedio de 7 a 8 probetas.

Tabla 2. 9. Dimensiones para probetas de tracción

Dimensión	Magnitud (mm)
Espesor	$2,5 \pm 0,10$
Ancho	$25 \pm 0,25$
Largo	$250 \pm 0,25$

(Fuente: Propia)

Antes de iniciar el ensayo cada probeta fue colocada como se observa en la Figura 2.22. A continuación, se fija la velocidad de ensayo en 2 milímetros por minuto, que es la velocidad descrita en la norma ASTM D3039. Las condiciones para realizar el ensayo se muestran en la Tabla 2.10.



Figura 2. 22. Posicionamiento de la probeta
(Fuente: Propia)

Tabla 2. 10. Parámetros ensayo de tracción

Parámetro	Cantidad (unidades)
Velocidad de desplazamiento del cabezal móvil	2 (mm/min)
Ajuste de registro de fuerza máxima	(N)

(Fuente: Propia)

2.7.2. Ensayos de flexión

Las probetas para el ensayo de flexión se obtuvieron de las láminas conformadas en el moldeo por compresión, las medidas son especificadas en la Tabla 2.11, según lo establecido en la norma ASTM D7264. En promedio el número de probetas por lámina fue de 8 a 10.

Tabla 2. 11. Dimensiones para probetas de flexión

Dimensión	Magnitud (mm)
Espesor	$4 \pm 0,16$
Ancho	$13 \pm 0,13$
Largo	$120 \pm 1,20$

(Fuente: Propia)

Para el ensayo de flexión se utiliza la misma máquina universal de ensayos con la diferencia que se coloca un sistema de puntos de apoyo y un dado punzón para aplicar la carga, como indica la Figura 2.23. Una vez colocada la probeta sobre los puntos de apoyo, y ubicando el punzón en el centro de la misma, se procedió a iniciar con el ensayo. En la Tabla 2.12 se describen las condiciones con las cuales se configuró la máquina universal de ensayos para realizar la prueba de flexión.



Figura 2. 23. Posicionamiento probetas de flexión
(Fuente: Propia)

Tabla 2. 12. Parámetros para el ensayo de flexión

Parámetro	Cantidad (unidades)
Velocidad de desplazamiento del cabezal móvil	1 (mm/min)
Ajuste de registro de fuerza máxima	(N)

(Fuente: Propia)

2.7.3. Ensayo de impacto

Para realizar el ensayo de impacto se toma en cuenta lo establecido en la norma ASTM D 5420, la cual especifica las dimensiones para los especímenes de ensayo, en la tabla 2.13. se indican las dimensiones para las probetas. En este tipo de ensayo se realiza con un proyectil (striker) que impacta las superficies de las muestras; esta prueba sirve para determinar la cantidad de energía que pueden soportar las probetas seleccionadas, además sirve para analizar el tipo de ruptura presente en cada sujeto de experimentación.

Tabla 2. 13. Dimensiones de probetas para ensayo de impacto

Dimensión	Magnitud (mm)
Espesor	3 ± 0,1
Ancho	60 ± 1
Largo	60 ± 1

(Fuente: Propia)

Tabla 2. 14. Herramientas para el ensayo de impacto

Herramienta	Foto	Descripción
Striker (Proyectil) Marca: Elcometer Modelo: 161515170039		Peso: 1Kg Diámetro: 20 mm

(Fuente: Propia)

Tabla 2. 15. Equipos utilizados para el ensayo de impacto

Equipo	Foto	Descripción
Collarín de parada Marca: Elcometer Modelo: 161515170039		Base desarmable y adaptable para el material a ensayar Seguros maniobrables
Tubo para desplazamiento de collarín y Marca: Elcometer Modelo: 161515170039		Distancia fija Seguros de protección Espacio para proyectil.

(Fuente: Propia)

2.8. Calorimetría diferencia de barrido de los compuestos

Como en el caso del polipropileno puro se realizó el ensayo de calorimetría diferencial de barrido sobre dos composiciones de material compuesto. La primera composición fue la que obtuvo las mejores propiedades mecánicas y la segunda fue tomada considerando el menor tamaño de partícula y el mayor porcentaje en peso de la mezcla. Para la realización del ensayo se utilizaron los mismos parámetros de la Tabla 2.6 del acápite 2.4.

Para el ensayo de calorimetría diferencial de barrido de las composiciones y de la matriz de polipropileno, se realizaron dos barridos, el primero con el objetivo de eliminar la historia térmica del material, y el segundo es para construir la propia historia del material.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se muestran los resultados del desempeño del molde, caracterización del polvo de la cascarilla de arroz, fabricación artesanal del material compuesto. Además de las condiciones y los parámetros necesarios para obtener planchas de material sin defectos.

Como indica el Capítulo 2 las probetas de material compuesto fueron sometidas a ensayos de tracción, flexión e impacto, basados en las normas mencionadas en el mismo capítulo. Los valores promedio de dichos ensayos se presentan en tablas con su respectivo coeficiente de variación. Mediante un análisis de la varianza se analiza cómo influyen las variables seleccionadas sobre las propiedades mecánicas. Por último, se realiza una comparación de las propiedades obtenidas en este trabajo con las propiedades de trabajos anteriores.

Además, se analizó las propiedades termogravimétricas de la cascarilla de arroz y el comportamiento térmico de las probetas de material compuesto para compararlas con especímenes de polipropileno y ver sus diferencias.

3.1. Desempeño del molde

Las pruebas para evaluar el desempeño del molde se realizaron de acuerdo al acápite 2.2. Con este tipo de pruebas se logró determinar los lugares por donde se produjeron fugas del material al aplicar la presión. La mayor parte de las fugas se produjeron entre el macho y la hembra del molde, con una mínima cantidad de material desperdiciado entre las uniones de las partes que conforman la hembra (Figura 3.1).

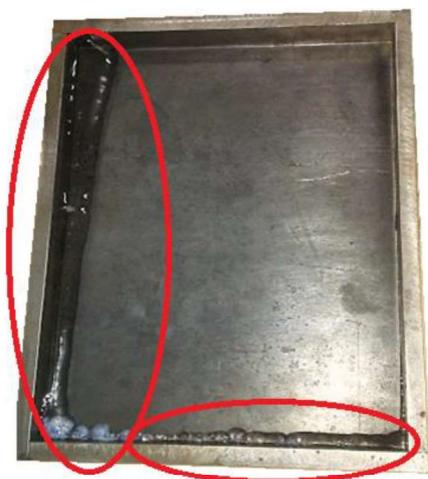


Figura 3. 1. Pérdidas de material en el molde
(Fuente: Propia)

Como resultado se obtuvo que al aumentar la temperatura del material, éste incrementaba su fluidez y además sí se suma el aumento de presión, se tiene en consecuencia un incremento en el porcentaje de pérdidas. La mayor parte de las pérdidas surgieron entre la unión del macho y la hembra, debido a una holgura excesiva en esta unión. Una manera de corregir las pérdidas fue concentrar el material compuesto en forma de pellets en el centro del molde.

Con este tipo de pruebas fue posible determinar la presión y temperatura de moldeo, además, se aprecian los diferentes defectos tales como, burbujas internas de aire y la falta de fusión. Con los pellets de material compuesto se tuvo la presencia de burbujas más superficiales debido a la forma irregular que presentaban los pellets.

3.2. Determinación de la densidad del polvo de cascarilla

Los resultados de la medición de la densidad del polvo de cascarilla se presentan en la Tabla 3.1. El ensayo de densidad del polvo de la cascarilla fue importante para poder determinar la densidad del compuesto y la cantidad de masa (polvo de moldeo) a ocupar en el proceso de moldeo por compresión.

Tabla 3. 1. Densidad del polvo de cascarilla

TAMIZ N°	DATO	ENVASE	M1 [g]	M2 [g]	M3 [g]	M4 [g]	A=M3-M2	B=M4-M1	Densidad (B-A)	Densidad promedio [g/cm ³]
140	1	1	49	57,9	103,5	100,4	45,6	51,4	5,8	4,66
	2	2	47,8	56,2	102,3	99,4	46,1	51,6	5,5	
	3	1	49	54,4	102,4	100,4	48	51,4	3,4	
	4	2	47,8	53,9	101,5	99,4	47,6	51,6	4	
	5	1	49	56,1	102,9	100,4	46,8	51,4	4,6	
100	1	1	49	56,2	102,6	100,4	46,4	51,4	5	4
	2	2	47,8	54,5	101,8	99,4	47,3	51,6	4,3	
	3	1	49	55,1	102,5	100,4	47,4	51,4	4	
	4	2	47,8	53,3	101,2	99,4	47,9	51,6	3,7	
	5	2	47,8	52,4	101	99,4	48,6	51,6	3	
50	1	1	49	54,5	102,1	100,4	47,6	51,4	3,8	3,58
	2	2	47,8	53,3	101	99,4	47,7	51,6	3,9	
	3	1	49	54	102,1	100,4	48,1	51,4	3,3	
	4	2	47,8	53,2	101	99,4	47,8	51,6	3,8	
	5	1	49	53,7	102	100,4	48,3	51,4	3,1	

Masa promedio empleada
(Fuente: Propia)

En los resultados obtenidos se puede apreciar que la densidad del polvo de cascarilla aumenta con la disminución del tamaño de partícula, además se puede notar que no existe una diferencia relevante por lo que para el cálculo de la densidad del material compuesto se utilizó un valor promedio de densidad. En el Anexo III se presenta la ley de las mezclas utilizada para el cálculo de la densidad del compuesto.

3.3. Determinación de celulosa y lignina

El contenido de celulosa y lignina presentes en la cascarilla de arroz se muestran en la Tabla 3.2, junto con el rendimiento obtenido en cada proceso. Estos valores difieren de los resultados presentados por Páez, Pinto y Arcos (2014), esta variación se debe a la variedad de subespecies de oryza sativa que se cultivan en el Ecuador.

En el estudio realizado por Herrera et. al (2018), la coloración de la celulosa obtenida presentó un color rosado mientras que, en el presente estudio, la celulosa obtenida después del proceso de digestión y de su posterior secado y lavado, presentaba una coloración anaranjada oscura.

Como se aprecia en la Tabla 3.2, el porcentaje de celulosa y de lignina de esta especie de oryza sativa es 19,45% y 0,73% menores que los valores que reportados por Herrera et al. [36], según Dagnino et al. [37] los porcentajes de celulosa y lignina son de 34,1 y 19% respectivamente, comparando con el presente trabajo se tiene mayor cantidad de celulosa y 13,07% menos en la cantidad de lignina. Por otra parte, Vargas et al. [38] en su trabajo reportan un porcentaje de lignina de 6,27% reportado en este estudio es 0,34% menor al que presenta en su trabajo. El porcentaje de lignina es importante debido a que en este estudio se optó por no utilizar un agente compatibilizante, más bien se decidió utilizar la propiedad aglomerante de la lignina. Más adelante se notará que el porcentaje de lignina presente en la cascarilla, no presentó un efecto positivo en la formulación del compuesto.

Tabla 3. 2. Rendimientos obtenidos en los procesos de obtención de celulosa y lignina

Procedimiento	Cantidad de fibra utilizada (g)	Cantidad de materia obtenida (g)	Rendimiento (%)
Proceso a la Sosa	200	81,35	40,67
ASTM D 1106-96	60	3,56	5,93

(Fuente: Propia)

3.4. Análisis termogravimétrico (TGA) de la cascarilla de arroz

En la Tabla 3.3. se presentan los resultados obtenidos en el ensayo termogravimétrico realizado a la cascarilla de arroz, en la cual se tiene los intervalos de temperatura de los diferentes procesos de degradación y porcentaje de degradación del material.

Tabla 3. 3. Ensayo termogravimétrico de la cascarilla de arroz

	Primer intervalo		Segundo intervalo		Tercer intervalo	
Temperatura (°C)	Inicio	Fin	Inicio	Fin	Inicio	Fin
	22,60	160,33	160,99	411,10	411,77	598,98

(Fuente: Propia)

Mediante estos intervalos de temperatura se determinaron los rangos de temperatura a los que puede trabajar la cascarilla de arroz. Dentro del primer intervalo se tiene la primera pérdida de masa, la cual corresponde a la degradación del material volátil y el contenido de humedad. En el segundo intervalo se produce la descomposición del polímero de menor peso atribuido a la hemicelulosa. El tercer intervalo, inmediatamente comienza la pirólisis de la celulosa.

Si bien en la Figura 3.2, el termograma de la cascarilla de arroz, se observa que el mayor porcentaje de pérdida de masa ocurre en el segundo intervalo, esto no es cierto, ya que debido a los parámetros seleccionados para el ensayo no se puede observar el termograma completo, por lo tanto, la celulosa descompuesta en el tercer intervalo es la que está más propensa a desprenderse y no representa la cantidad real.

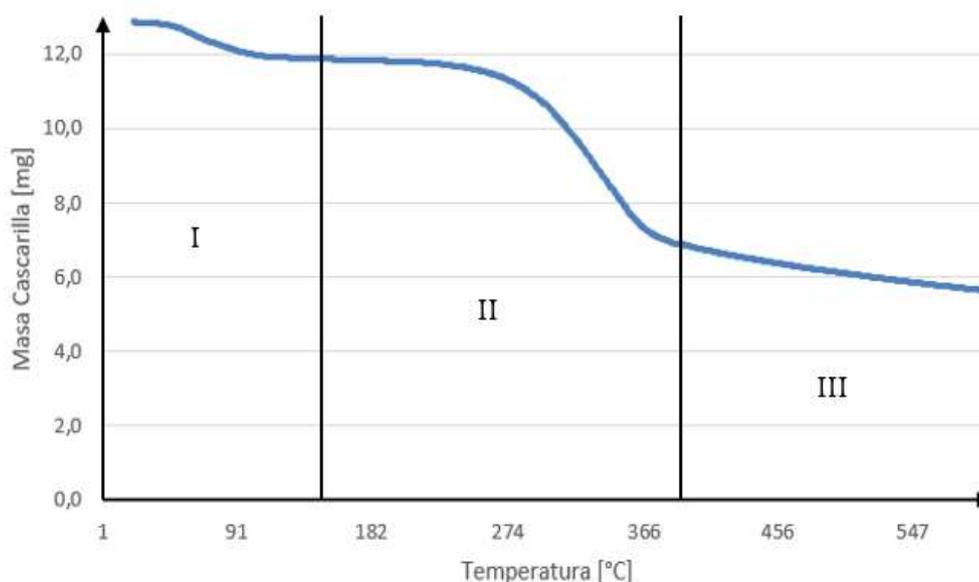


Figura 3. 2. Termograma de TGA de la cascarilla de arroz
(Fuente: Propia)

Los resultados obtenidos en este ensayo y en el ensayo de DSC del polipropileno, se tomaron en cuenta para establecer las temperaturas de trabajo del proceso de mezclado artesanal. El polipropileno alcanza su temperatura de fusión de 167,7 °C, obtenida mediante el ensayo de DSC, esta temperatura se encuentra fuera de los rangos de descomposición de los componentes de la cascarilla de arroz.

3.5. Caracterización mecánica

3.5.1. Ensayo de tracción

En la Tabla 3.4. se presentan los datos tabulados de resistencia última a la tracción, módulo de elasticidad, deformación última y deformación a la rotura con su respectivo coeficiente de variación. Se puede observar que en la mayoría de casos el coeficiente de variación no supera el 15%, por lo que se tiene una buena repetitividad en los resultados. En base a la norma usada se establece que para ser validada se requiere como mínimo 5 especímenes para el análisis. Para el ensayo de tracción se ensayaron 136 probetas de las cuales se seleccionó una muestra de 50 especímenes de ensayo.

Tabla 3. 4. Propiedades del material compuesto y polipropileno obtenidos a tracción

Composición	Resistencia última		Deformación última		Resistencia última a la ruptura		Deformación a la ruptura		Módulo	
	[MPa]	%CV	[%]	%CV	[MPa]	%CV	[%]	%CV	[MPa]	%CV
PP_5CA_T60	20,78	5,94	8,65	19,06	20,74	6,12	8,70	19,32	522,60	8,15
PP_5CA_T100	19,80	12,98	7,34	13,18	19,76	13,04	7,37	13,03	515,20	13,27
PP_5CA_T140	18,78	7,28	8,06	8,81	18,76	7,14	8,07	8,81	465,20	9,47
PP_10CA_T60	19,40	7,83	7,25	21,11	19,38	7,81	7,27	21,24	534,40	14,47
PP_10CA_T100	22,40	10,46	10,80	20,02	22,38	10,59	10,95	21,03	535,00	13,08
PP_10CA_T140	19,46	12,69	8,15	13,22	19,46	12,69	8,17	13,26	493,80	16,12
PP_15CA_T60	16,88	6,79	2,78	122,30	16,86	6,57	5,73	14,42	414,60	25,33
PP_15CA_T100	20,02	7,87	8,76	10,91	19,96	7,97	8,85	10,93	530,60	7,26
PP_15CA_T140	18,52	2,71	7,70	10,39	18,50	2,68	7,72	10,52	508,80	6,07
PP	25,16	22,17	15,45	27,59	24,38	19,25	18,69	42,69	499,60	13,67

(Fuente: Propia)

En las Figuras 3.3, 3.4 y 3.5 se presentan las curvas esfuerzo vs. deformación de las composiciones más significativas de cada porcentaje en peso del polvo de cascarilla junto con el polipropileno. Para este análisis se mantiene constante el tamaño de partícula del polvo de cascarilla, mientras se varía su porcentaje en peso.

En el caso de utilizar el tamaño de partícula del tamiz N° 60 (Figura 3.3.) se puede notar que con el uso del 5 % en peso del polvo de cascarilla se tiene mayor porcentaje de deformación y mejor resistencia a la tracción.

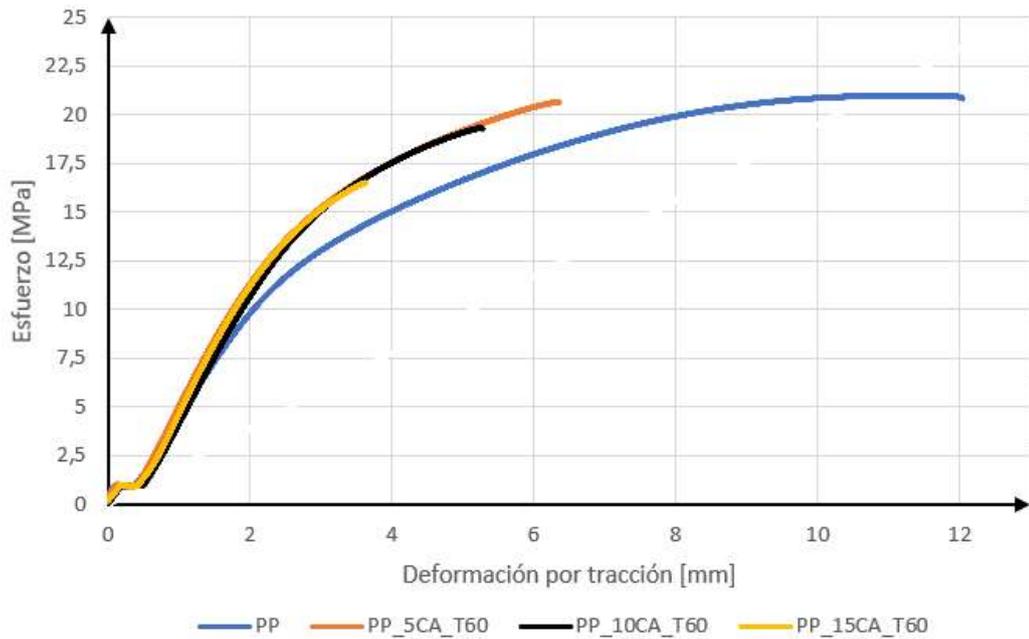


Figura 3. 3. Esfuerzo vs. Deformación – Tamiz 60 al 5,10 y 15 % en peso (Fuente: Propia)

Para los compuestos con tamaño de partícula intermedio (tamiz N°100, Figura 3.4.), se distingue que al usar 10 y 15% en peso el porcentaje de deformación es similar, pero en el caso del 10% en peso se tiene una mejor resistencia a la tracción. Para este caso se puede notar que el porcentaje de deformación tuvo un incremento con respecto al tamiz N° 60.

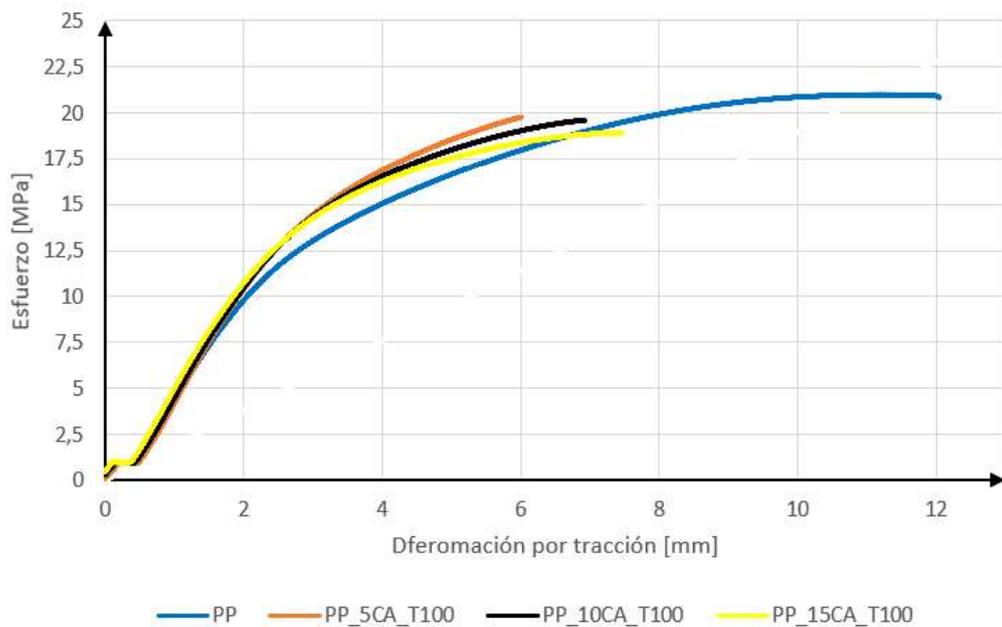


Figura 3. 4. Esfuerzo vs. Deformación – Tamiz 100 al 5,10 y 15 % en peso (Fuente: Propia)

En la Figura 3.5 se observa una disminución en las propiedades a la tracción en comparación con las otras composiciones de mayor tamaño de partícula, en el caso del 10% en peso se tiene mayor porcentaje de deformación y mejor resistencia a la tracción que en los casos de 5 y 15 % en peso.

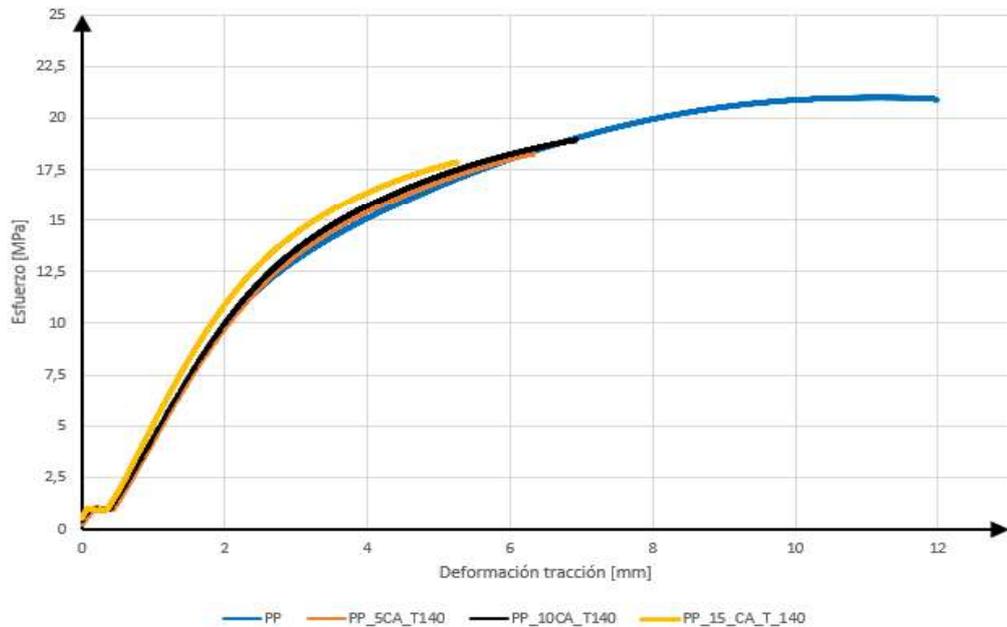


Figura 3. 5. Esfuerzo vs. Deformación – Tamiz 140 al 5,10 y 15 % en peso (Fuente: Propia)

De las figuras anteriormente presentadas se puede notar que dentro de un mismo tamaño de partícula se tiene una reducción de la resistencia al aumentar la fracción en peso del material de refuerzo. Esto puede deberse a una unión interfacial imperfecta entre las partículas de cascarilla de arroz y la matriz de polipropileno. Según Agunsoye, Isaac y Samuel (2012) [39], la unión imperfecta entre el refuerzo y la matriz se debe a que cada aumento en la fracción del peso del refuerzo disminuye la homogeneidad de compuesto, dando como resultado en la disminución de la resistencia, por lo que una distribución no uniforme de las partículas de cascarilla de arroz es el factor responsable de tal disminución. A la falta de homogeneidad se le puede sumar el efecto de las burbujas que pudieron haberse creado durante el proceso de mezclado artesanal, las burbujas pueden actuar como un concentrador de esfuerzos produciendo un efecto negativo en la resistencia a la tracción.

Siguiendo con el estudio se presenta también un análisis estadístico empleando el método de análisis de la varianza (ANOVA) en el programa Minitab 19, mediante este análisis se revelará si existe o no una diferencia significativa entre los diferentes grupos de porcentajes en peso. El ANOVA parte de la hipótesis de la igualdad de medias (hipótesis nula), si las

medias son iguales se puede decir que los grupos no difieren de su media poblacional. El criterio de aceptación de la hipótesis nula se basa en comparar el valor crítico obtenido (Valor p) con el valor de significancia utilizado en el análisis, si el valor crítico resulta ser menor que el nivel de significancia se puede rechazar la hipótesis nula. A partir del ANOVA se observó la influencia del porcentaje en peso del polvo de cascarilla sobre las propiedades de resistencia a la tracción, módulo de elasticidad, deformación a la rotura.

El nivel de confianza utilizado en el presente trabajo es del 95% (nivel de significancia del 0,05), se utiliza este nivel de confianza y no un nivel mayor, debido a que un mayor nivel de confianza representa intervalos de confianza mayores, por lo tanto, es menos precisa la estimación realizada.

En la Tabla 3.5, se presentan los valores del ANOVA del porcentaje en peso sobre la resistencia a la tracción, para el análisis se utilizó un nivel de significancia del 0,05.

Tabla 3. 5. ANOVA porcentaje en peso sobre la resistencia

Fuente	Grados de libertad	Suma de los cuadrados	Media de los cuadrados	Valor F	Valor p
Variación dentro de las muestras	2	29,58	14,789	3,53	0,038
Variación entre muestras	42	175,85	4,187		
Total	44	205,43			

Fuente: (Propia)

El valor p resulta ser menor al valor de significancia, por lo que se concluye que existe suficiente evidencia estadística para poder rechazar la hipótesis nula con un nivel de confianza del 95%. Al rechazar la hipótesis nula se debe realizar una comparación a posteriori ya que el ANOVA solo nos indica que al menos una media es diferente del resto de medias de los grupos comparados, no obstante, no indica cual es la media que difiere del resto, por lo tanto, se realizará una comparación de los grupos mediante el método LDS de Fisher con la ayuda del software Minitab 19, obteniendo los resultados presentados en la Tabla 3.6.

Tabla 3. 6. Comparación por parejas de % en peso para la resistencia a la tracción

% En peso	N	Media	Agrupación	
10	15	20,420	A	
5	15	19,787	A	B
15	15	18,473		B

(Fuente: Propia)

Una vez realizada la prueba de Fisher, se puede notar que los grupos que no comparten las mismas letras de agrupación son significativamente diferentes, en la Figura 3.6 se puede observar la comparación entre los diferentes grupos, siendo los grupos significativamente diferentes los que no contiene al cero dentro de su intervalo.

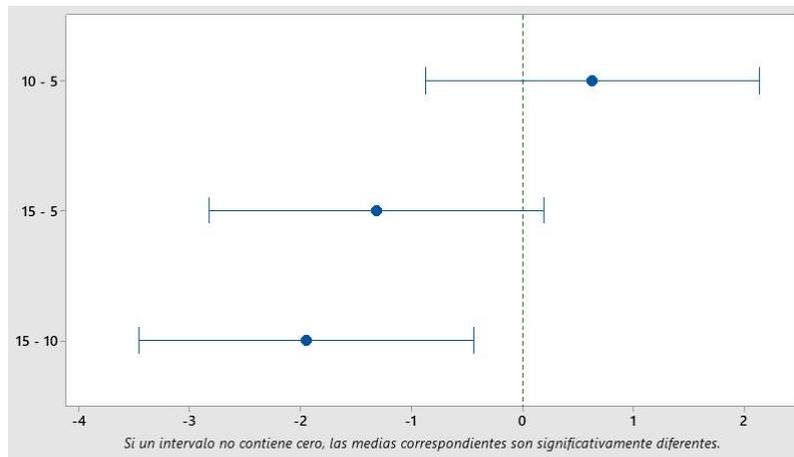


Figura 3. 6. Comparaciones de Fisher entre parejas de % en peso para la resistencia a la tracción (IC de 95%) (Fuente: Propia)

En la figura de comparación de intervalos de confianza (Figura 3.7.) se puede observar que los intervalos del 5 y el 10% en peso del refuerzo se traslapan por lo que no son significativamente diferentes, por otra parte, se puede notar que al aumentar al 15 % existe una diferencia significativa, resultando en una disminución en la resistencia última a la tracción, comprobando que porcentajes altos de refuerzo generan una falta de homogeneidad, conduciendo a la reducción de la resistencia a la tracción

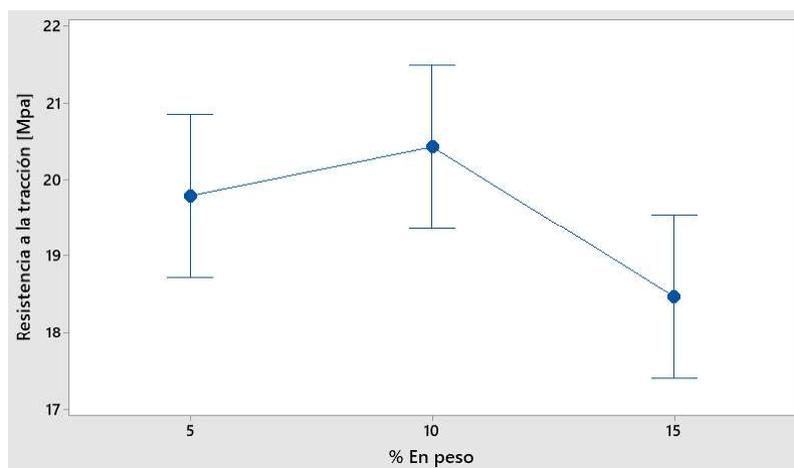


Figura 3. 7. Resistencia a la tracción de los compuestos variando el % en peso (IC de 95%) (Fuente: Propia)

Continuando con el análisis estadístico, en la Tabla 3.7 se presentan los valores del ANOVA del porcentaje en peso sobre el módulo de elasticidad, con un nivel de significancia del 0,05.

Tabla 3. 7. ANOVA porcentaje en peso sobre el módulo de elasticidad

Fuente	Grados de libertad	Suma de los cuadrados	Media de los cuadrados	Valor F	Valor p
Variación dentro de las muestras	2	9972	4986	1,00	0,377
Variación entre muestras	42	209768	4994		
Total	44	219740			

(Fuente: Propia)

El valor p resulta ser mayor que el nivel de significancia, por lo tanto, se puede aceptar la hipótesis nula concluyendo que estadísticamente no existe diferencia significativa entre las medias del módulo de elasticidad de los diferentes grupos de porcentaje en peso. Al realizar la prueba LDS de Fisher se comprueba que no existe una diferencia significativa dentro de los tres grupos de porcentaje en peso. Los resultados se presentan en la Tabla 3.8.

Tabla 3. 8. Comparación por parejas de % en peso para el módulo de elasticidad

% En peso	N	Media	Agrupación
10	15	521,1	A
5	15	501,0	A
15	15	484,7	A

(Fuente: Propia)

Al igual que en la comparación de las medias de la resistencia a la tracción, las parejas de pares que contengan al cero tienen medias que no son significativamente diferentes. Como se puede observar en la Figura 3.8. todos los pares de comparación contiene al cero, por lo tanto, se confirma lo obtenido en el ANOVA.

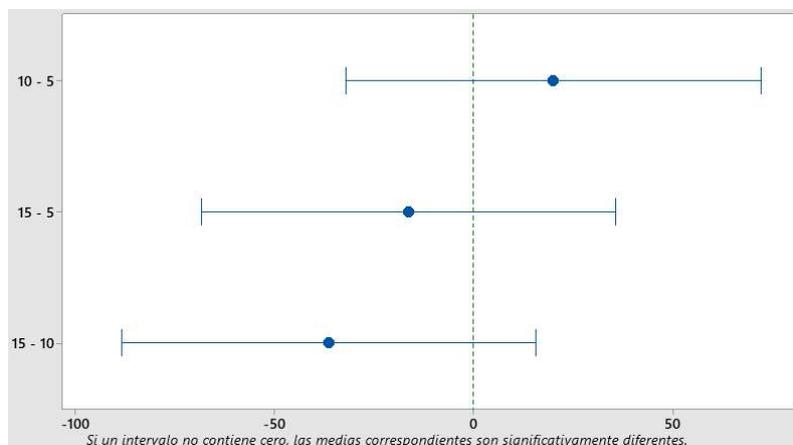


Figura 3. 8. Comparaciones de Fisher entre parejas de % en peso para la resistencia a la tracción (IC de 95%)

(Fuente: Propia)

Los resultados del ANOVA para la deformación a la rotura se presentan en la Tabla 3.9, se utiliza el mismo nivel de significancia de 0,05.

Tabla 3. 9. ANOVA porcentaje en peso sobre la deformación a la rotura

Fuente	Grados de libertad	Suma de los cuadrados	Media de los cuadrados	Valor F	Valor p
Variación dentro de las muestras	2	14,01	7,005	2,32	0,111
Variación entre muestras	42	127,05	3,025		
Total	44	141,06			

(Fuente: Propia)

Para el caso de la deformación a la rotura el valor obtenido es mayor que el valor de significancia, por tal motivo se puede aceptar estadísticamente que las medias de los tres grupos de porcentaje en peso no son significativas sobre la deformación a la rotura. Como en el caso anterior se realiza la comparación entre parejas de Fisher para comprobar si realmente ninguna media es significativa respecto a otra. En la Tabla 3.10, se observa los resultados de las comparaciones entre parejas de los tres grupos de porcentajes en peso.

Tabla 3. 10. Comparación por parejas de % en peso para la deformación a la rotura

% En peso	N	Media	Agrupación	
10	15	8,797	A	
5	15	8,031	A	B
15	15	7,433		B

(Fuente: Propia)

Si bien el ANOVA determinó que las medias de los tres grupos no son significativas de la media poblacional, el método de Fisher determinó que dos composiciones son significativamente diferentes, en la Figura 3.9. se observan las comparaciones entre los tres grupos de porcentaje en peso, como se puede notar el grupo de 10 y 15% no contienen el cero dentro de su intervalo por lo que se podría asumir que las medias de estos grupos pueden ser significativamente diferentes.

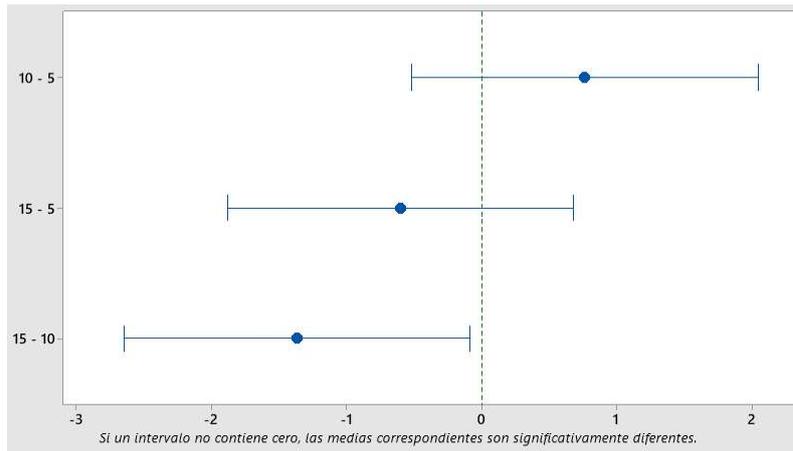


Figura 3. 9. Comparaciones de Fisher entre parejas de %en peso para la deformación a la rotura (IC de 95%) (Fuente: Propia)

En la Figura 3.10. a pesar de la información presentada por el método de Fisher, se observa que los intervalos de cada uno de los grupos se traslapan y sus medias no difieren en más de 2 mm, por lo tanto, y con base a los resultados del ANOVA se puede concluir que estadísticamente los tres grupos de porcentaje en peso no tienen significancia sobre la deformación a la rotura.

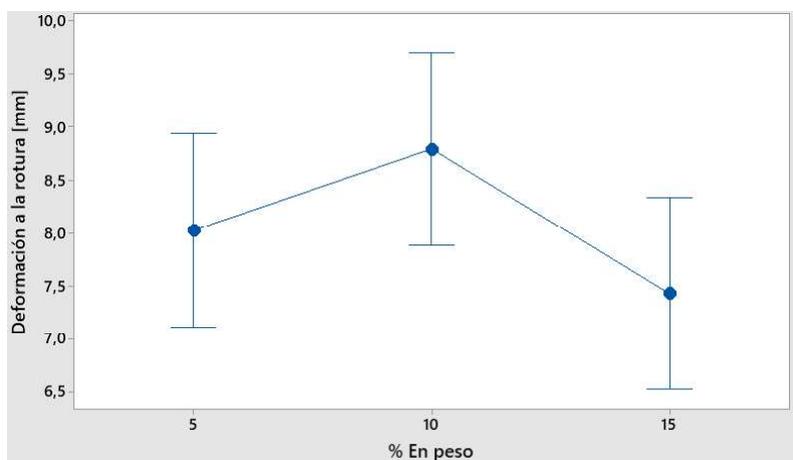


Figura 3. 10. Deformación de los compuestos variando el % en peso (IC de 95%) (Fuente: Propia)

A diferencia del análisis anterior, para las siguientes curvas Esfuerzo vs. Deformación se ha mantenido constante el porcentaje en peso variando el tamaño de partícula. En la Figura 3.11. se observa que con un 5 % en peso el porcentaje de deformación no sufre gran cambio. En cuanto a la resistencia su valor disminuye al usar tamaños de partícula más pequeños.

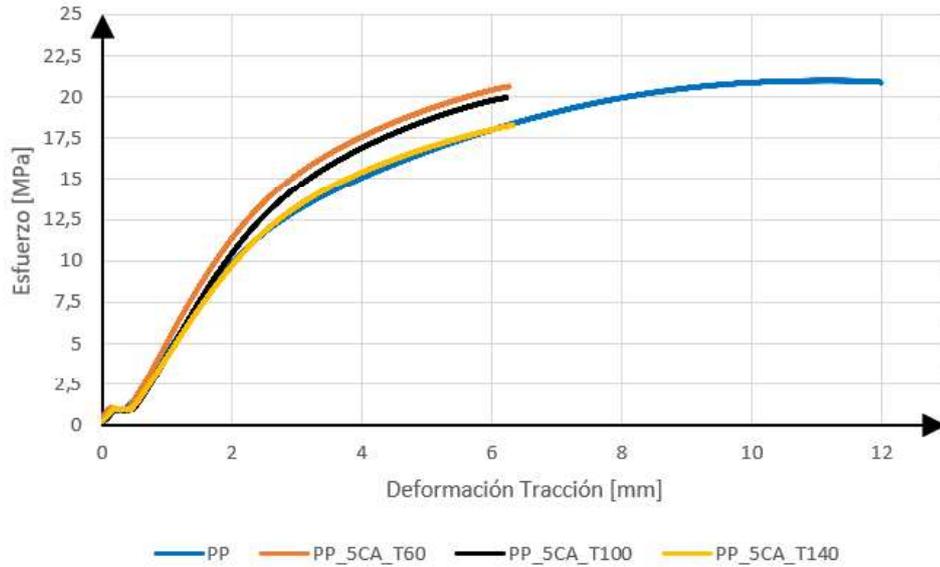


Figura 3. 11. Esfuerzo vs. Deformación – 5 % en peso - Tamiz 60,100 y 140 (Fuente: Propia)

En la Figura 3.12. se observa que al aumentar en 5% el porcentaje en peso del refuerzo las partículas del tamiz N°60 reducen la deformación, en el caso de usar partículas del tamiz N°100 se ve un aumento en la resistencia comparado con los otros tamaños de partícula. En el caso de la deformación no se ve diferencia entre las composiciones con las partículas del tamiz N°100 y N°140.

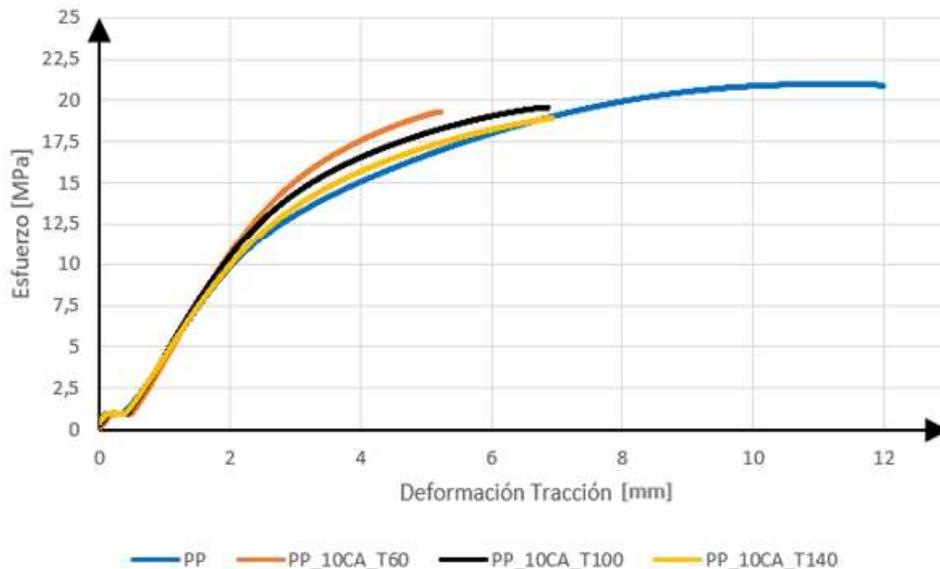


Figura 3. 12. Esfuerzo vs. Deformación – 10 % en peso - Tamiz 60,100 y 140 (Fuente: Propia)

Con un 15% en peso (Figura 3.13.) se aprecia un decaimiento en las propiedades de las tres composiciones debido al aumento del porcentaje en peso del refuerzo, se observa como en el caso de 10% en peso, el porcentaje de deformación, así como la resistencia

decae al usar partículas del tamiz N°60, las partículas del tamiz N°100 mantiene una mejor resistencia y deformación respecto a las otras composiciones.

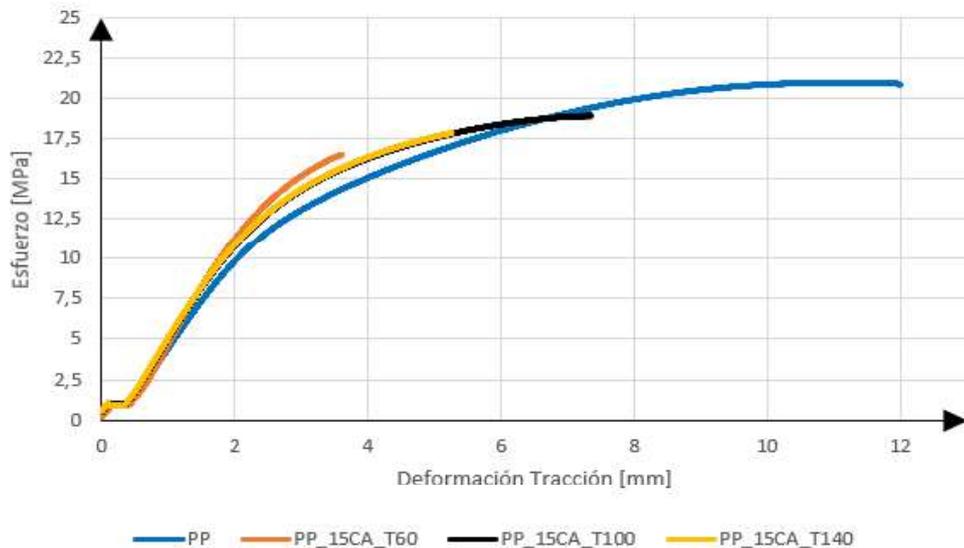


Figura 3. 13. Esfuerzo vs. Deformación – 15 % en peso - Tamiz 60,100 y 140 (Fuente: Propia)

Según la investigación realizada por Fu et al. [40] el tamaño de partícula tiene un efecto significativo sobre la resistencia a la tracción de los compuestos rellenos de partículas, aumenta con la disminución del tamaño de las mismas, debido a que partículas más pequeñas generan un mecanismo más eficiente de transferencia de tensiones, pero también indica que se puede producir un efecto contrario si las partículas se encuentran mal unidas a la matriz, por lo tanto, la transferencia de tensión en la interfaz partícula polímero es ineficiente, reduciendo el valor de dicha propiedad. Para el caso del presente estudio al utilizar porcentajes en peso superiores al 5% y a la vez disminuir el tamaño de partícula de 250 a 150 μm (tamiz 60 y 100) se produce un aumento en la resistencia a la tracción comprobando lo anteriormente citado, en el caso utilizar las partículas más pequeñas (106 μm) se puede notar una disminución en la misma. Esta disminución puede deberse a que existe una mala unión entre la matriz y las partículas del refuerzo.

Como en el caso del análisis del porcentaje en peso, se realiza el ANOVA para analizar estadísticamente el efecto que tiene el tamaño de partícula sobre las propiedades mecánicas. En la Tabla 3.11. se presentan los resultados ANOVA sobre la resistencia a la tracción, con un nivel de significancia del 0,05.

Tabla 3. 11. ANOVA tamaño de partícula sobre la resistencia a la tracción

Fuente	Grados de libertad	Suma de los cuadrados	Media de los cuadrados	Valor F	Valor p
Variación dentro de las muestras	2	31,40	15,702	3,79	0,031
Variación entre muestras	42	174,02	4,143		
Total	44	205,43			

(Fuente: Propia)

Como se puede apreciar el valor crítico p obtenido resulta ser menor que el nivel de significancia por lo tanto estadísticamente se puede afirmar que al menos una de las medias es significativamente diferente, por lo que a continuación se realiza el método de comparación de Fisher obteniendo los resultados presentados en la Tabla 3.12.

Tabla 3. 12. Comparación por parejas de tamaño de partícula para la resistencia a la tracción

Tamaño de partícula	N	Media	Agrupación	
100	15	20,740	A	
60	15	19,020		B
140	15	18,920		B

(Fuente: Propia)

En la Figura 3.14. se observa los intervalos de las parejas comparadas, notando diferencias significativas entre los tamaños de partículas de los tamices 100-60 y 140-100.

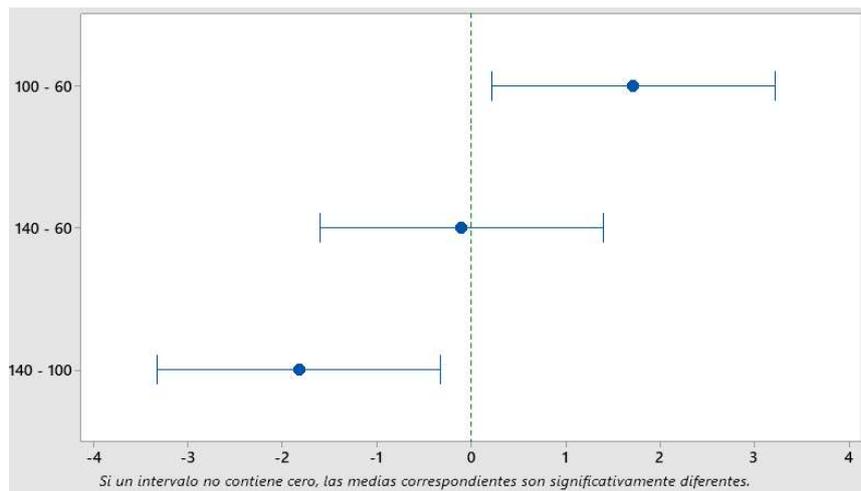


Figura 3. 14. Comparaciones de Fisher entre parejas de tamaño de partícula para la resistencia a la tracción (IC de 95%)
(Fuente: Propia)

En la Figura 3.15. se aprecia que los intervalos de confianza de los tamices 60 y 140 se traslapan, por lo tanto, sus medias no son significativamente diferentes entre ellas, por el contrario, al utilizar un tamaño intermedio de partícula (tamiz N°100) se observa que estadísticamente su media es significativamente diferente, con máximo incremento de 1,82 MPa en la resistencia a la tracción, en comparación con las partículas del tamiz N°140.

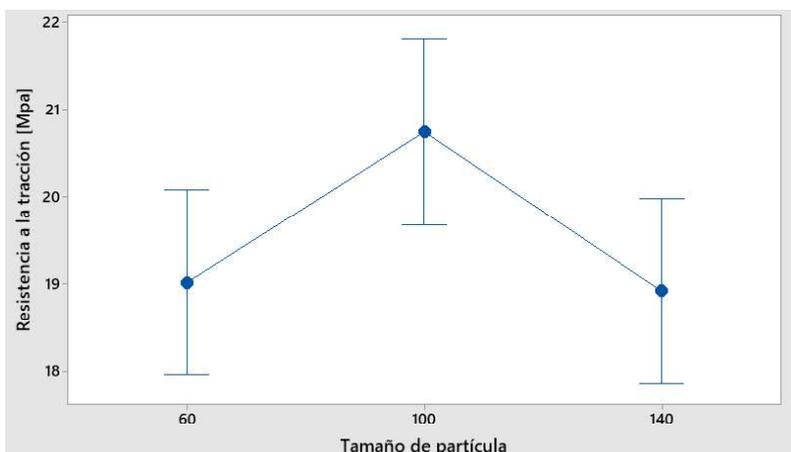


Figura 3. 15. Resistencia a la tracción variando el tamaño de partícula (IC de 95%)
(Fuente: Propia)

En la tabla 3.13. se observan los resultados del ANOVA para el módulo de elasticidad utilizando un nivel de significancia del 0,05.

Tabla 3. 13. ANOVA tamaño de partícula sobre el módulo de elasticidad

Fuente	Grados de libertad	Suma de los cuadrados	Media de los cuadrados	Valor F	Valor p
Variación dentro de las muestras	2	13727	6863	1,40	0,258
Variación entre muestras	42	206014	4905		
Total	44	219740			

(Fuente: Propia)

Se observa que el valor crítico es mayor que el valor de significancia, por lo tanto, se concluye que estadísticamente las medias de los tres grupos de tamaños de partículas no son significativamente diferentes, no obstante, se realiza el método de comparación de Fisher para comprobar los resultados del ANOVA, obteniendo los resultados en la Tabla 3.14.

Tabla 3. 14. Comparación por parejas de tamaño de partícula para el módulo de elasticidad

Tamaño de partícula	N	Media	Agrupación
100	15	526,9	A
60	15	490,5	A
140	15	489,3	A

(Fuente: Propia)

En la Figura 3.16. se observa como todos los intervalos contienen al cero entonces estadísticamente las medias de los grupos de tamaños de partículas no son significativamente diferentes respecto al módulo de elasticidad.

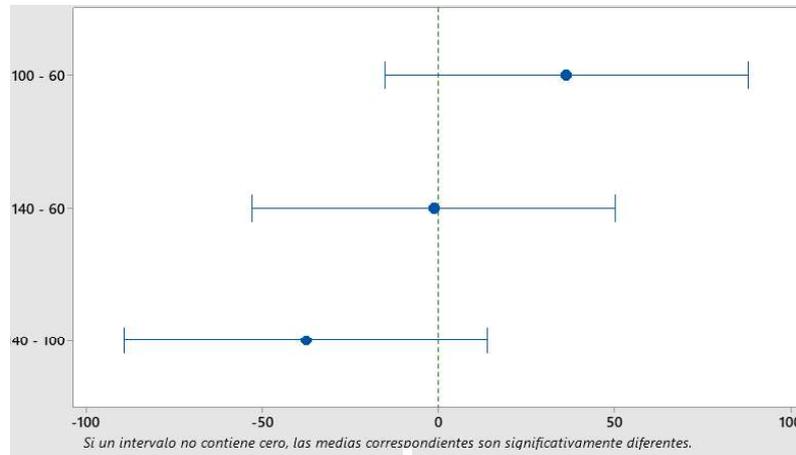


Figura 3. 16. Comparaciones de Fisher parejas de tamaño de partícula para el módulo de elasticidad (IC de 95%)
(Fuente: Propia)

En la Tabla 3.15. se presenta los resultados del ANOVA del tamaño de partícula respecto a la deformación, para el análisis se utiliza un nivel de significancia de 0,05.

Tabla 3. 15. ANOVA tamaño de partícula sobre la deformación

Fuente	Grados de libertad	Suma de los cuadrados	Media de los cuadrados	Valor F	Valor p
Variación dentro de las muestras	2	25,57	12,783	4,65	0,015
Variación entre muestras	42	115,50	2,750		
Total	44	141,06			

(Fuente: Propia)

De los resultados del ANOVA se tiene que el valor crítico obtenido es menor que el nivel de significancia entonces se puede concluir que estadísticamente al menos una de las medias de los grupos es significativamente diferente de las otras medias. Realizando la comparación mediante el método de Fisher se determina la media que es significativamente diferente. En la Tabla 3.16. se presenta los resultados de la comparación.

Tabla 3. 16. Comparación por parejas de tamaño de partícula para la deformación

Tamaño de partícula	N	Media	Agrupación	
100	15	9,057	A	
140	15	7,986	A	B
60	15	7,219		B

(Fuente: Propia)

En la Figura 3.17. se observa la comparación entre parejas de los grupos de partículas utilizados, se puede notar que existe una diferencia significativa entre los tamaños del tamiz 60 y 100, las comparaciones entre los otros grupos no presentan diferencia significativa ya que sus intervalos contienen al cero.

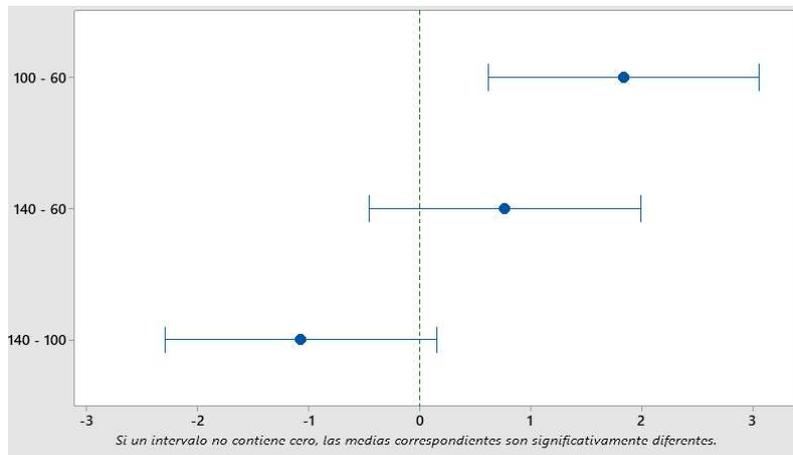


Figura 3. 17. Comparaciones de Fisher entre parejas de tamaño de partícula para la deformación (IC de 95%) (Fuente: Propia)

En la Figura 3.18. se observan los intervalos de confianza para los tres grupos de tamaños de partículas, se puede notar como los intervalos del tamiz 140 se traslapan con los intervalos de los tamices 60 y 100, en cuanto al tamiz 100 se tiene que es la media con el valor más grande de los tres grupos, además que resulta significativamente diferente con la media del tamiz 60.

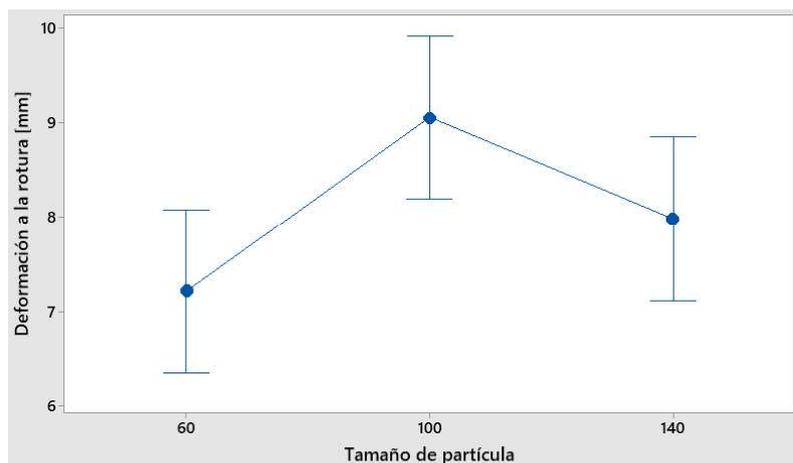


Figura 3. 18. Deformación variando el tamaño de partícula (95% IC para la media) (Fuente: Propia)

Con base al análisis estadístico se concluye que los mejores resultados en resistencia última a la tracción se obtienen al emplear 10 % en peso y tamaño de partícula de tamiz

Nº100. De manera contraria, se evidencia que al utilizar 15 % en peso de polvo de cascarilla su resistencia disminuye, debido a que al aumentar el porcentaje en peso se compromete la homogeneidad del refuerzo dentro de la matriz, provocando una unión interfacial deficiente reduciendo la resistencia a la tracción. Se observa también que el tamaño de partícula influye sobre las propiedades mecánicas, no obstante, se observa que en algunos casos la resistencia disminuye al utilizar tamaños de partícula más pequeños, debido a que estas no se unen a la matriz de manera eficiente generando una interfaz pobre que no transmite de manera eficiente las tensiones aplicadas a los especímenes de prueba.

3.4.2. Ensayo de flexión

En la Tabla 3.17. se presentan los valores promedio de los resultados de resistencia última a la flexión y deformación a flexión con sus respectivos coeficientes de variación.

Tabla 3. 17. Propiedades del material compuesto y polipropileno obtenidas a flexión.

Composición	Resistencia última a la flexión		Deformación a flexión	
	[MPa]	%CV	[%]	%CV
PP_5CA_T60	40,82	5,33	3,65	7,87
PP_5CA_T100	41,72	10,43	3,93	5,28
PP_5CA_T140	40,98	7,74	3,68	7,93
PP_10CA_T60	42,30	7,98	2,91	9,40
PP_10CA_T100	46,40	7,74	3,58	4,16
PP_10CA_T140	43,86	17,25	3,27	4,14
PP_15CA_T60	44,36	10,27	3,46	6,13
PP_15CA_T100	40,52	17,89	3,14	8,24
PP_15CA_T140	33,58	10,30	3,11	6,40
PP	42,68	9,01	4,04	13,75

(Fuente: Propia)

En la Figura 3.19. se puede observar que para un tamaño grande de partícula (Tamiz Nº60) con cada aumento de porcentaje en peso, se tiene un decremento en la resistencia a la flexión con respecto al material base.

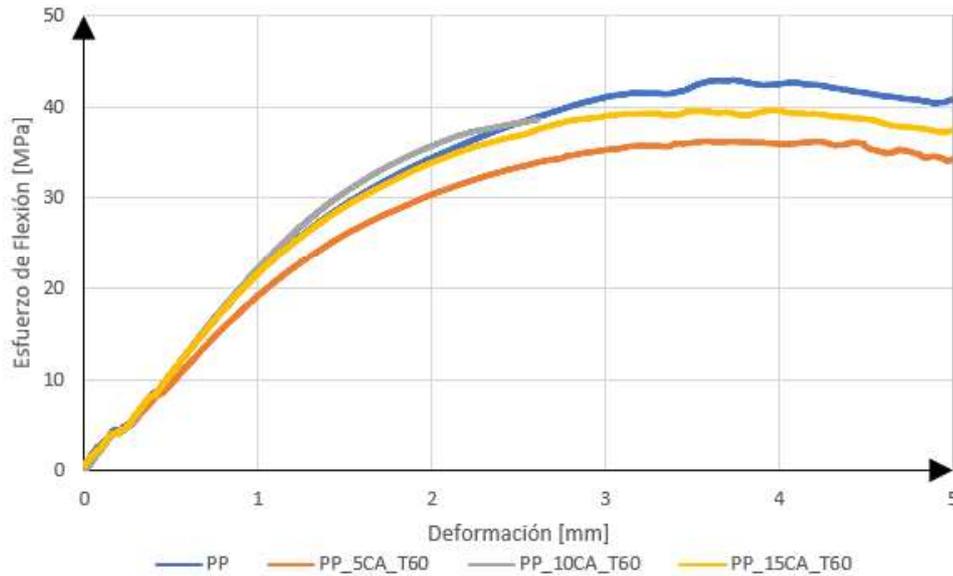


Figura 3. 19. Esfuerzo vs. Deformación a Flexión – Tamiz 60 al 5,10 y 15 % en peso (Fuente: Propia)

Para el caso de las composiciones del Tamiz N°100 (Figura 3.20.), se puede observar que la composición PP_10CA_T100 posee mejoras tanto en el módulo como en la resistencia a la flexión, en este caso el porcentaje de deformación no se ve afectado por los dos primeros porcentajes en peso, pero al aumentar al 15 % en peso se observa una pronta falla del material.

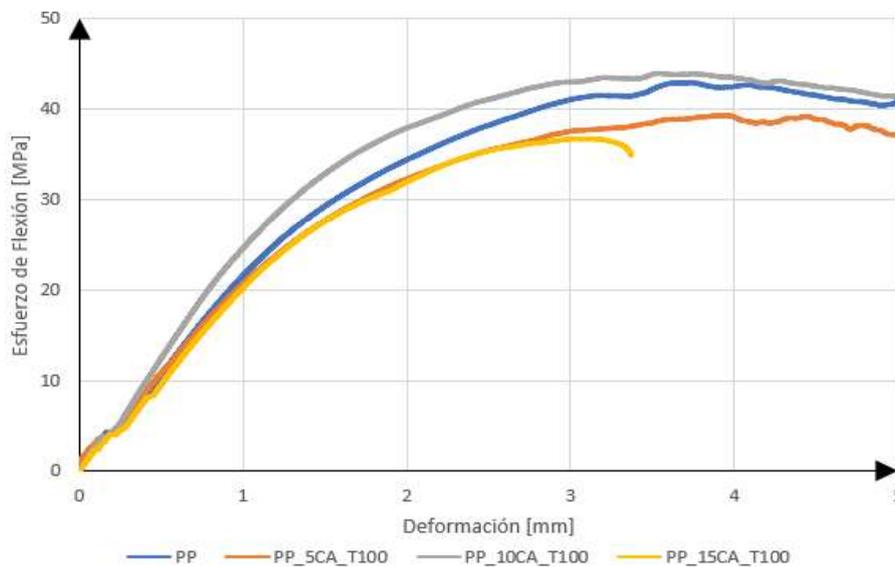


Figura 3. 20. Esfuerzo vs. Deformación a Flexión – Tamiz 100 al 5,10 y 15 % en peso (Fuente: Propia)

En la Figura 3.21. se puede notar que las tres composiciones no presentan una mejora frente al polipropileno por lo que no sería recomendable utilizar tamaños de partícula muy pequeños, además que al usar un porcentaje en peso alto la deformación decrece más que

las otras composiciones. Como en el caso anterior la composición que mejores resultados presentó fue la que tenía 10 % en peso.

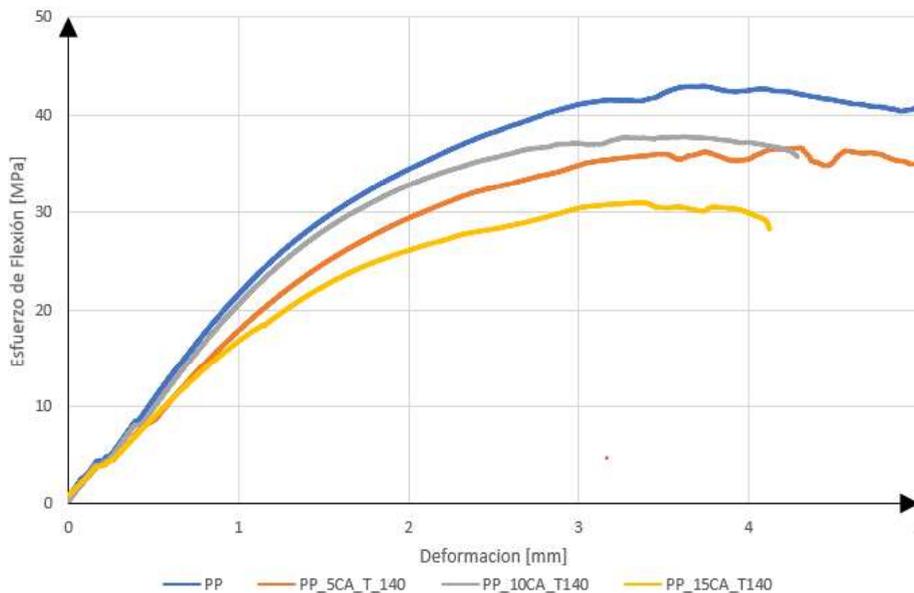


Figura 3. 21. Esfuerzo vs. Deformación a Flexión – Tamiz 140 al 5,10 y 15 % en peso (Fuente: Propia)

Como en el caso del ensayo de tracción, para este ensayo también se realiza el análisis ANOVA del porcentaje en peso sobre las propiedades mecánicas a flexión. En la Tabla 3.18. se observan los resultados del ANOVA del porcentaje en peso para la resistencia a la flexión, se utiliza un nivel de significancia de 0,05.

Tabla 3. 18. ANOVA porcentaje en peso sobre la resistencia a la flexión

Fuente	Grados de libertad	Suma de los cuadrados	Media de los cuadrados	Valor F	Valor p
Variación dentro de las muestras	2	173,4	86,70	3,14	0,054
Variación entre muestras	41	1130,4	27,57		
Total	43	1303,8			

(Fuente: Propia)

El valor crítico p resulta ser 0.04 veces mayor que el valor de significancia, por lo tanto, se podría aceptar la hipótesis que todas las medias no son significativamente diferente, con el objetivo de confirmar los resultados del ANOVA se realiza la prueba a posteriori del método de comparación de Fisher (Tabla 3.19.).

Tabla 3. 19. Comparación por parejas de porcentaje en peso para la resistencia a la flexión

% en peso	N	Media	Agrupación	
10	14	44,32	A	
5	15	41,173	A	B
15	15	39,49		B

(Fuente: Propia)

Los resultados de la comparación dan a notar que la media del 10 y 15% en peso resultan ser significativamente diferentes, eso se comprueba al observar la figura 3.22, observando que los intervalos de confianza de esta pareja no contienen al cero, entonces una diferencia de 4,83 MPa resulta ser significativamente diferente para las composiciones de 10 y 15% en peso.

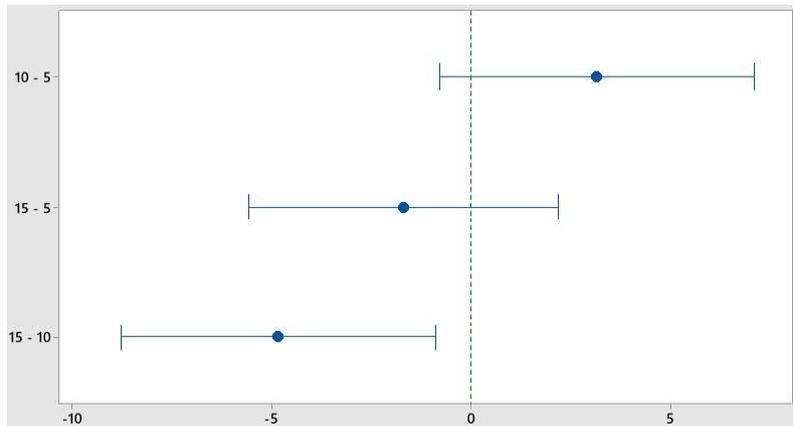


Figura 3. 22. Comparaciones de Fisher entre los grupos de % en peso para la resistencia a la flexión (IC de 95%)
(Fuente: Propia)

En la Figura 3.23, se observa un mayor traslape de los intervalos de confianza entre las composiciones 5-10% y 5-15%, mientras que los intervalos de las composiciones 10 y 15% tienen un menor traslape de sus intervalos.

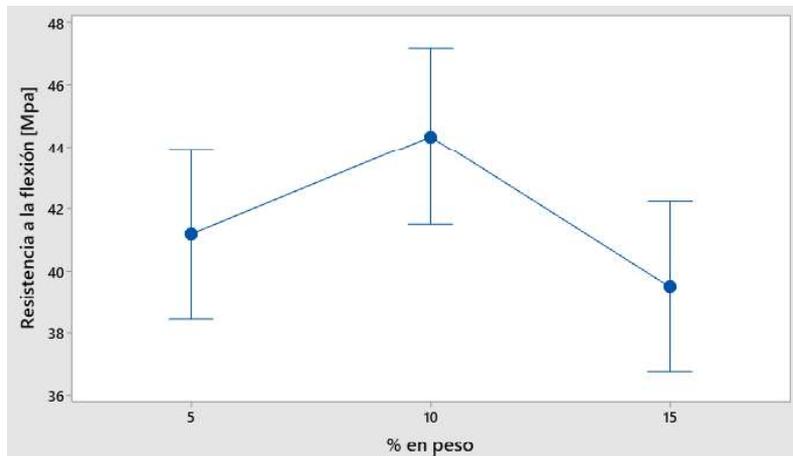


Figura 3. 23. Resistencia a la flexión variando el %en peso (IC de 95%)
(Fuente: Propia)

En la Tabla 3.20. se presentan los resultados del ANOVA del % en peso para la deformación, utilizando un nivel de significancia del 0,05.

Tabla 3. 20. ANOVA porcentaje en peso sobre la deformación

Fuente	Grados de libertad	Suma de los cuadrados	Media de los cuadrados	Valor F	Valor p
Variación dentro de las muestras	2	2,441	1,22068	14,58	0,000
Variación entre muestras	41	3,433	0,08373		
Total	43	5,874			

(Fuente: Propia)

De los resultados del ANOVA se observa que el valor crítico p es menor que el nivel de significancia, entonces se puede afirmar que existe suficiente evidencia estadística para aceptar que por lo menos una de las medias es significativamente diferente del resto. Por lo tanto, se realiza el método de comparación por parejas para observar que media es significativamente diferente, en la Tabla 3.21. se presentan los resultados de la comparación por parejas.

Tabla 3. 21. Comparación por parejas de porcentaje en peso para la deformación

% en peso	N	Media	Agrupación	
5	15	3,7500	A	
10	14	3,2771		B
15	15	3,2333		B

(Fuente: Propia)

En la Figura 3.24. se observa que las parejas que contienen el 5% en peso se diferencian del resto, además no contienen el cero en consecuencia estas parejas son significativamente diferentes.

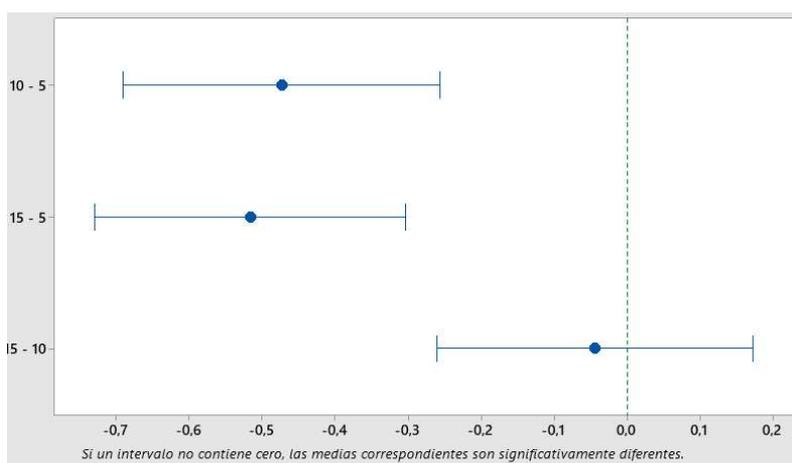


Figura 3. 24. Comparaciones de Fisher entre los grupos de % en peso para la deformación (IC de 95%)

(Fuente: Propia)

En la Figura 3.25. se observa que el 5% en peso difiere del resto de porcentajes con un incremento máximo de 0,52 mm que resulta ser significativamente diferente del resto de porcentajes.

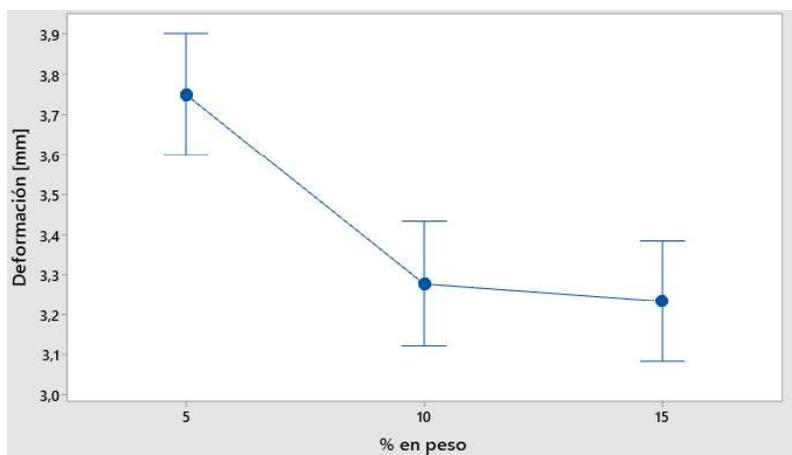


Figura 3. 25. Deformación variando el %en peso (IC de 95%)
(Fuente: Propia)

A continuación, se realiza el ANOVA del tamaño de partícula sobre las propiedades mecánicas a flexión. En la Tabla 3.22. se muestran los resultados del ANOVA del tamaño de partícula sobre la resistencia a la flexión, utilizando un nivel de significancia del 0,05.

Tabla 3. 22. ANOVA tamaño de partícula sobre la resistencia a la flexión

Fuente	Grados de libertad	Suma de los cuadrados	Media de los cuadrados	Valor F	Valor p
Variación dentro de las muestras	2	105,1	52,57	1,80	0,178
Variación entre muestras	41	1198,7	29,24		
Total	43	1303,8			

(Fuente: Propia)

El valor crítico p es mayor que el nivel de significancia, entonces se puede decir que hay suficiente evidencia estadística para aceptar la hipótesis de que las medias no son significativamente diferentes. Para asegurarse de este resultado se realiza la comparación de parejas mediante el método de Fisher, en la Tabla 3.23. se muestran los resultados de las comparaciones por parejas.

Tabla 3. 23. Comparación por parejas de tamaño de partícula para la resistencia a la flexión

Tamaño de partícula	N	Media	Agrupación
60	15	42,97	A
100	14	42,41	A
140	15	39,47	A

(Fuente: Propia)

En la Figura 3.26. se observa que los intervalos de las parejas a comparar contienen al cero, por lo tanto, se puede confirmar que para este caso ninguna de las medias resulta ser significativamente diferente del resto.

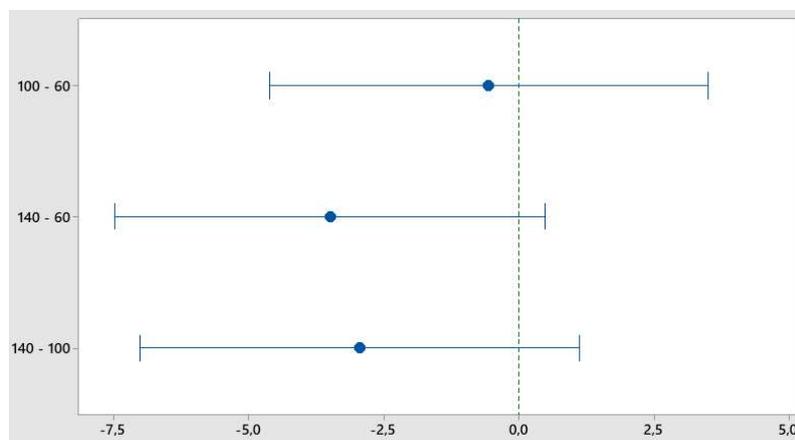


Figura 3. 26. Comparaciones de Fisher entre los grupos tamaño de partícula para la resistencia a la flexión (IC de 95%)
(Fuente: Propia)

En la Tabla 3.24. se presenta los resultados del ANOVA realizado sobre el tamaño de partícula sobre la deformación, el nivel de significancia utilizado es de 0,005.

Tabla 3. 24. ANOVA tamaño de partícula sobre la deformación

Fuente	Grados de libertad	Suma de los cuadrados	Media de los cuadrados	Valor F	Valor p
Variación dentro de las muestras	2	0,2528	0,1264	0,92	0,406
Variación entre muestras	41	5,6216	0,1371		
Total	43	5,8744			

(Fuente: Propia)

Para este caso el valor crítico es mayor que el nivel de significancia, por lo tanto, se puede decir que ninguna de las medias es significativamente diferente del resto. Con la comparación de parejas de Fisher se puede comprobar los resultados obtenidos en el ANOVA, en la Tabla 3.25. se observa los resultados de la comparación de las parejas.

Tabla 3. 25. Comparación por parejas de tamaño de partícula para la deformación

Tamaño de partícula	N	Media	Agrupación
100	14	3,531	A
60	15	3,397	A
140	15	3,3500	A

(Fuente: Propia)

En la Figura 3.27. se observa de mejor manera como los intervalos de cada pareja contienen al cero por lo que ninguna media resulta ser significativamente diferente del resto de las otras medias.

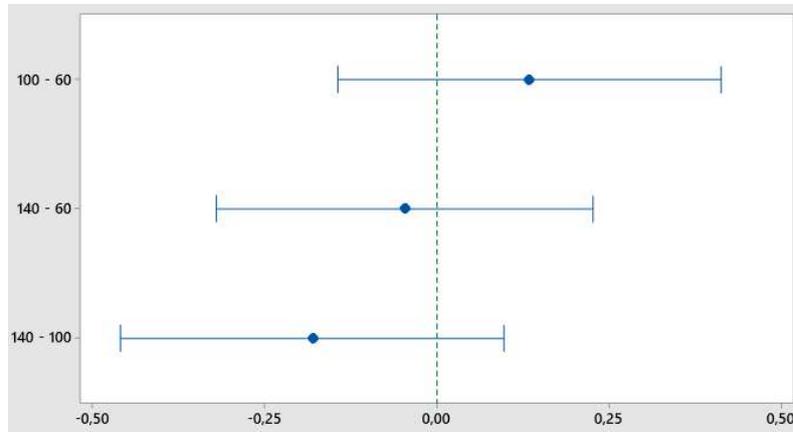


Figura 3. 27. Comparaciones de Fisher entre los grupos tamaño de partícula para la deformación (IC de 95%) (Fuente: Propia)

A partir del análisis estadístico presentado previamente, se puede observar que la variable % en peso posee influencia sobre la resistencia y la deformación a flexión, las composiciones con 10 % en peso obtienen los mejores resultados en cuanto a resistencia a la flexión y las composiciones con 5 % en peso poseen una mayor deformación. De la variable tamaño de partícula, se puede apreciar que no tiene mayor influencia sobre las propiedades a flexión, en el caso del tamaño de partícula más pequeña (tamiz N° 140) las composiciones presentaron la media más baja en todas las propiedades.

Como ocurrió en el caso del ensayo de tracción la composición PP_10CA_T100, fue la que presentó los mejores resultados frente a las demás composiciones, pero en este caso hubo una mejora en las propiedades de flexión frente al polipropileno.

3.4.3. Ensayo de impacto

En la Tabla 3.26. se presenta los resultados de resistencia al impacto de tres composiciones, el procedimiento para el cálculo se muestra en el Anexo IV, para este análisis se tomó en cuenta las composiciones PP_15CA_T6 y PP_10CA_T140 las cuales presentaron los valores más bajos en los ensayos de tracción, y la composición PP_15CA_T140 que presentó el valor más bajo en el ensayo de flexión.

Tabla 3. 26. Resistencia al impacto de tres diferentes composiciones

	Energía de impacto [kJ/m ²]			
	1	0,75	0,5	0,25
PP_15CA_T60	18,88	19,88	19,80	4,48
PP_10CA_T140	16,10	21,37	10,13	0,02
PP_15CA_T140	15,91	13,78	8,49	0,55
Altura [m]	1	0,75	0,5	0,25

(Fuente: Propia)

Con los datos obtenidos anteriormente de la energía del proyectil en función de la altura y del área afectada por el impacto en las probetas, se puede calcular la cantidad de energía absorbida en el ensayo por cada espécimen.

Se analizó la variación de energía del primer grupo a la altura de 1 metro, la variabilidad entre probetas fue del 15%; la variación de energía entre las probetas del segundo grupo a la altura de 0,75 metros fue 21%.

En el tercer grupo de probetas a la altura de 0,5 metros la variación de energía entre probetas fue del 53%, y finalmente para el último grupo de especímenes a la altura de 0,25 metros se obtuvo una variación del 66% en la energía percibida.

En la Figura 3.28. se observa la interacción de las composiciones sometidas al ensayo de impacto.

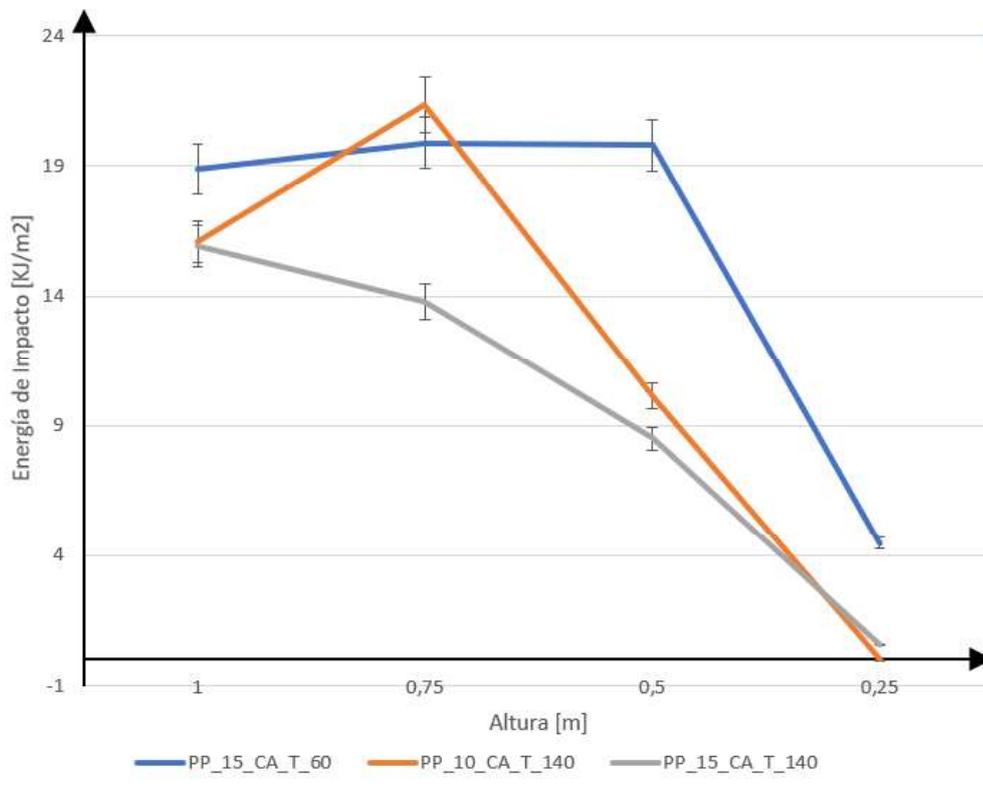


Figura 3. 28. Interacción de diferentes composiciones sometidas a impacto
(Fuente: Propia)

Las probetas de la denominación PP_15CA_T60 actuaron casi linealmente a excepción de la que trabajó a la altura de 0,25 metros debido a que esta presentó un área afectada por el impacto de una dimensión mayor comparada con las otras probetas a esta altura. En el espécimen se puede observar que había porosidades que afectaron estructuralmente a la probeta (marca roja Figura 3.29.).



Figura 3. 29. Probeta composición PP_15CA_T60
(Fuente: Propia)

Las probetas de la denominación PP_10CA_T140, actuaron similarmente lineal a excepción de la que presenta un pico de energía a la altura de 0,75 metros debido a que el espécimen ensayado presentó un área menor afectada por el impacto, donde se puede apreciar que existía una ínfima cantidad de porosidades (marca roja Figura 3.30.) que no afectaron en gran medida a la probeta comparada con las otras muestras a esta altura; el segundo caso con mejores resultados fue la probeta de la denominación PP_15CA_T60 a 0,5 metros su área afectada fue pequeña comparada con los otros especímenes a esta altura y la energía suministrada fue a media altura.



Figura 3. 30. Probeta composición PP_10CA_T140
(Fuente: Propia)

La denominación PP_15CA_T140 desempeñó un papel lineal a pesar de que en estas probetas se puede evidenciar más claro las porosidades (marca roja Figura 3.31.), comparada con las otras composiciones del material compuesto.



Figura 3. 31. Probeta composición PP_15CA_T140
(Fuente: Propia)

3.5. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Previa a la información descrita en el proceso de mezclado artesanal, se requirió determinar la temperatura de trabajo del polipropileno por medio del ensayo de calorimetría diferencial de barrido (DSC), con la finalidad de corroborar los datos de la ficha técnica (Anexo I) además de saber la temperatura de fusión del polímero.

En el Anexo V se pueden observar las gráficas obtenidas directamente de la máquina, estos datos serán empleados para la comparación, desarrollo y descripción de las diferentes composiciones ensayadas.

En el termograma DSC del polipropileno se obtuvieron datos como son el punto de fusión y entalpía; estos datos son indispensables para la determinación del tiempo y temperatura de trabajo.

En la Figura 3.32. se puede observar que el cambio de estado de sólido a líquido se produce a la temperatura 167,7 °C y la variación de entalpía en este caso es de 85,69 Joules/mol.

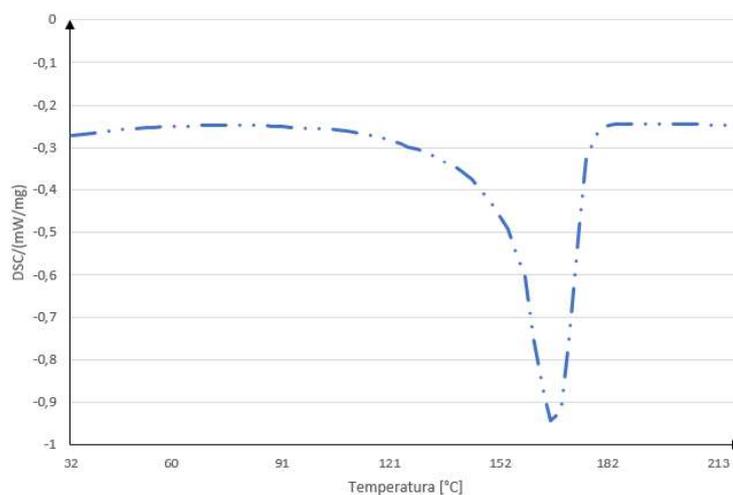


Figura 3. 32. Calorimetría diferencial de barrido del polipropileno
(Fuente: Propia)

Con el objetivo de estudiar el resultado de agregar el polvo de cascarilla se optó por realizar el ensayo sobre la composición PP_10CA_T100, la cual presentó las mejores propiedades mecánicas, esta composición contenía un tamaño de partícula intermedio (150 μm) y un porcentaje en peso del 10% de polvo de cascarilla. En la Figura 3.33. se presenta el termograma DSC de la composición PP_10CA_T100 donde se puede observar que el cambio de estado de sólido a líquido se produce a la temperatura 170,7 °C, y la variación

de entalpía es de 80,53 Joules/mol que se pueden observar en El Anexo V. Al incrementar la temperatura lo primero en degradarse es la materia orgánica, produciéndose un desplazamiento hacia la derecha de la curva del polipropileno, cambiando sus propiedades térmicas. Al modificar la estructura de la matriz, añadiendo polvo de cascarilla y variando el tamaño de la partícula de refuerzo, se determinó que cuanto mayor es el tamaño de partícula más tiempo demora en quemarse la materia durante el ensayo.

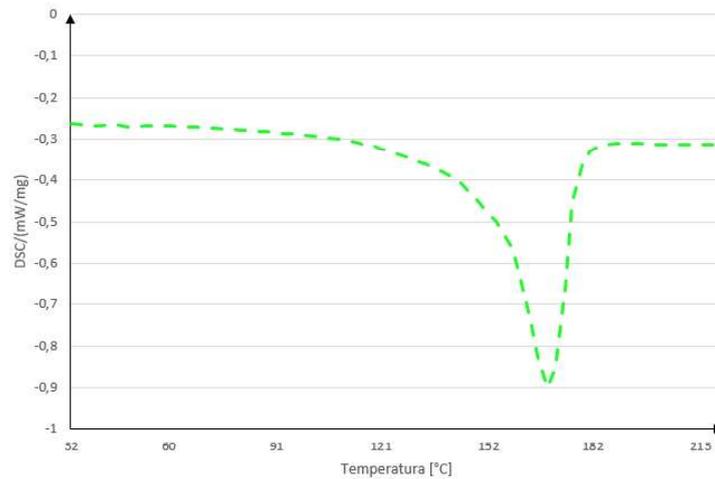


Figura 3. 33. Calorimetría diferencial de barrido de la composición PP_10CA_T100 (Fuente: Propia)

Para tener varios especímenes de comparación se optó por estudiar la composición PP_15CA_T140, la cual posee el menor tamaño de partícula (106 μm) y el mayor porcentaje en peso de polvo de cascarilla, en la Figura 3.34. se presenta el termograma DSC de la composición PP_15CA_T140, se puede observar que el cambio de estado de sólido a líquido se produce a la temperatura 169,8 °C, y la variación de entalpía es de 75,36 Joules/mol. Al incrementar el porcentaje en peso y disminuir el tamaño de partícula, la temperatura se incrementó levemente, debido a la cantidad acumulada de material de refuerzo, la energía se demora más en disiparse para que se combustione la materia orgánica en el material compuesto.

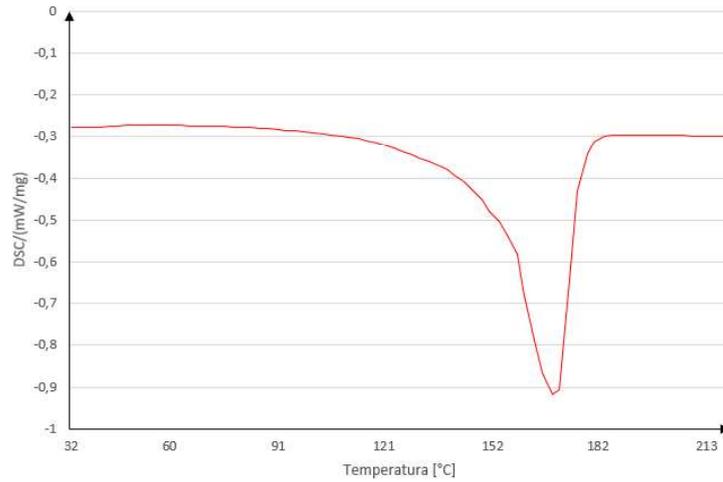


Figura 3. 34. Calorimetría diferencial de barrido de la composición PP_15CA_T140
(Fuente: Propia)

En la Figura 3.35. se presenta la compilación de los termogramas DSC de las tres composiciones, donde se puede apreciar el incremento de la temperatura de fusión en función de la composición.

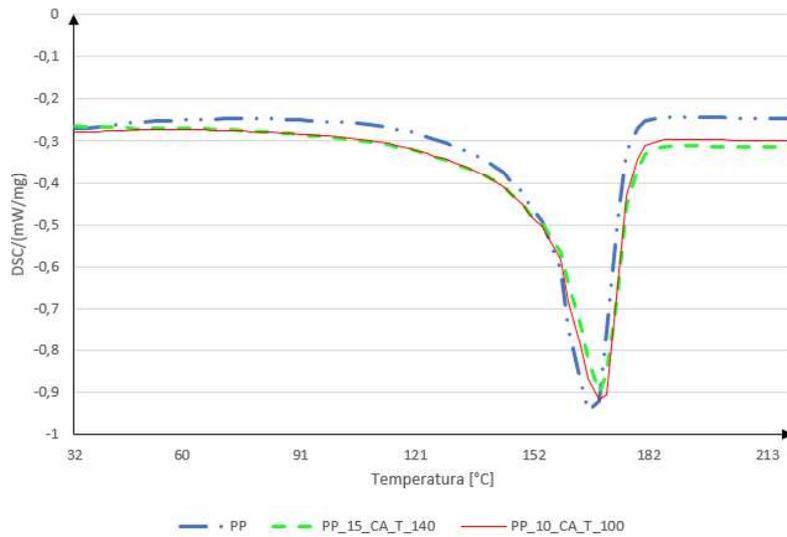


Figura 3. 35. Termogramas DSC de las tres composiciones analizadas
(Fuente: Propia)

En la Tabla 3.27, se presentan los valores de temperatura de fusión (T_m), entalpía de fusión (h_m) y el grado de cristalinidad (X_c).

Tabla 3. 27. Propiedades térmicas obtenidas en el ensayo DSC

Material	T_m (°C)	h_m (J/g)	X_c %
PP	167,7	85,69	50,44
PP10CAT100	170,7	80,53	47,41
PP15CAT140	169,8	75,36	44,36

(Fuente: Propia)

Se puede argumentar que al aumentar la cantidad de polvo de cascarilla de arroz existe un incremento de temperatura del 1,78% y 1,25% correspondientes a la composiciones PP_10CA_T100 Y PP_15CA_T140 respectivamente, superando así los 167,7°C de la temperatura de fusión de la matriz de polipropileno; la entalpía de fusión de la matriz es de 85,69 Joules/mol y va disminuyendo la energía en cada caso un 6,02% y 12,05%, estos valores están en función del aumento de porcentaje en peso y la disminución del tamaño de partícula del polvo de cascarilla.

En cuanto al porcentaje de cristalinidad se ve una disminución en función del aumento del tamaño de partícula y el porcentaje en peso del polvo de cascarilla, se toma como base la cristalinidad del polipropileno que es 50,44% y que se fue disminuyendo 3% y 6% en cada caso. Hay que acotar que debido a la velocidad de ensayo no se pudo observar la temperatura de transición vítrea, este parámetro podría determinarse en trabajos futuros.

3.6. Análisis de la zona de fractura

Considerando que al procesar materiales termoplásticos existe deformación térmica que puede afectar la estructura interna de la matriz añadiendo refuerzos de forma irregular se podrá apreciar por medio de este análisis de fractura la sección transversal interna de las probetas sometidas a los diferentes ensayos de tracción, flexión e impacto; verificando así que tipo de defecto o discontinuidad interna estuvieron presentes en los diferentes especímenes y no pudieron ser evidenciadas superficialmente.

3.6.1. Ensayo de tracción

En este ensayo se evidencia una mínima elongación de las probetas debido a la existencia de porosidades localizadas, las cuales pueden crear un concentrador de esfuerzos generando así cortes secos en las secciones fracturadas, por lo que se puede determinar que los especímenes actuaron de una forma frágil debido a su estructura interna.

En la gran mayoría de las probetas sometidas a los esfuerzos de tracción se generó una fractura recurrente de forma triangular como se indica en la Figura 3.36.

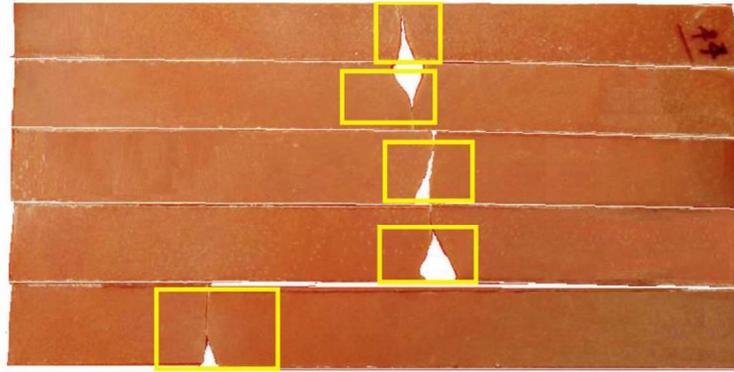


Figura 3. 36. Falla recurrente en los ensayos de tracción
Fuente (Propia)

En las secciones más opacas de la Figura 3.37. se pueden apreciar las porosidades y zonas huecas encontradas en el área transversal de la probeta, las cuales se generaron por fallas en el procesamiento de la materia prima o del material compuesto, con este gráfico se puede apreciar de una mejor manera las fallas recurrentes encontradas en los especímenes del material compuesto.

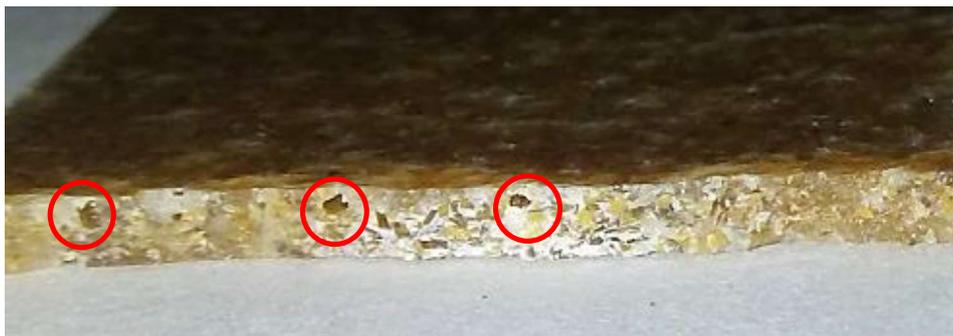
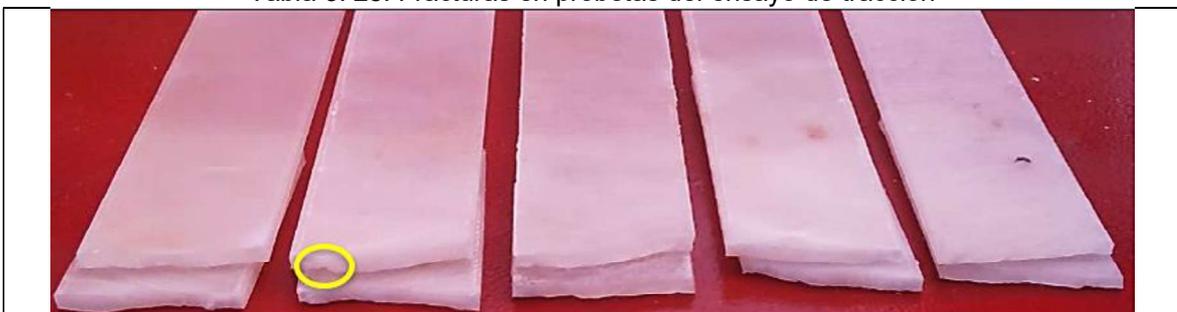


Figura 3. 37. Defectos encontrados en las probetas.
Fuente (Propia)

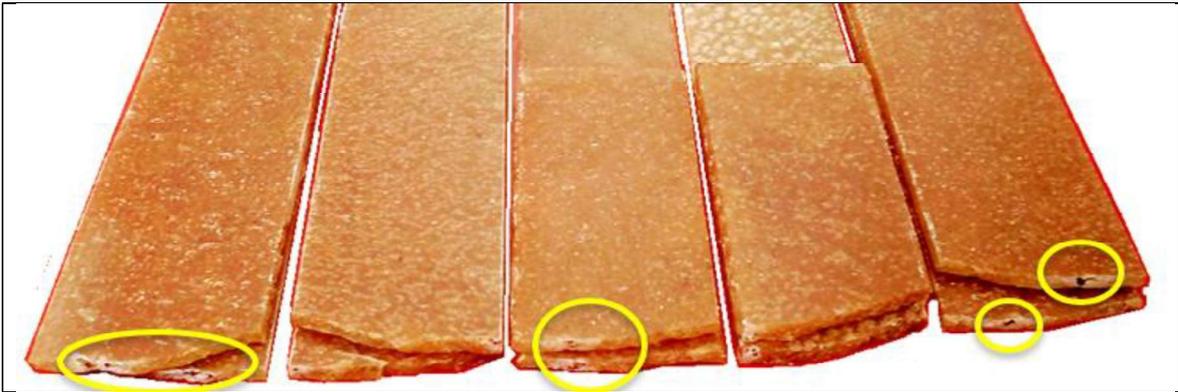
En la Tabla 3.28, se presenta como fallaron las probetas sometidas al ensayo de tracción según su composición.

Tabla 3. 28. Fracturas en probetas del ensayo de tracción

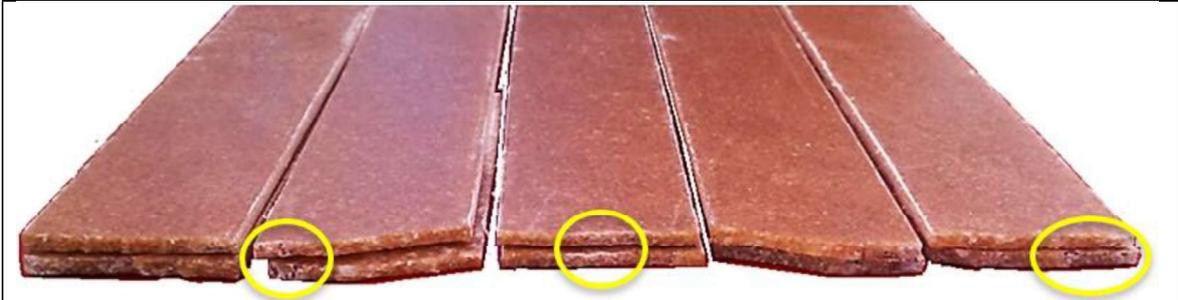


Probetas PP: Las probetas de material base fallaron debido a burbujas producidas durante el procesamiento del material, las mismas que actuaron como concentradores de esfuerzos, en este caso particular la ruptura se dio cercana a la mordaza móvil de la máquina universal de ensayos.

Continuación de la Tabla 3.28.



Probetas PP_5CA_T60: Al momento de someter los especímenes a esfuerzos de tensión, estos fallaron en las secciones más próximas a la mordaza fija, debido a burbujas que se encontraban en esa zona y a la falta de continuidad del material. Estos defectos se produjeron durante el procesamiento de los especímenes que actúan como concentradores de esfuerzos provocando la ruptura de las probetas.

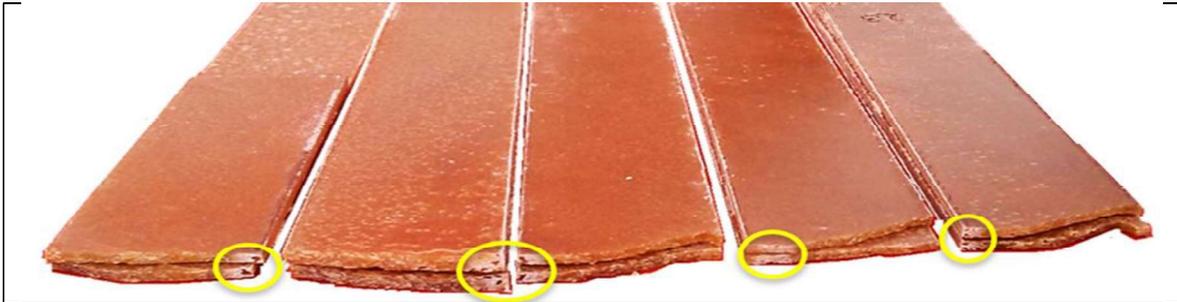


Probetas PP_15CA_T60: Al momento de someter los especímenes a los esfuerzos fallaron cerca a la mordaza móvil; para esta composición se redujeron la cantidad de defectos, debido a una disminución en el tiempo de presión ocasionado por un aumento en la temperatura de moldeo. El aumento en la temperatura de moldeo fue necesario ya que al aumentar la cantidad de material de refuerzo el punto de fusión se eleva (comprobado mediante el ensayo de DSC).

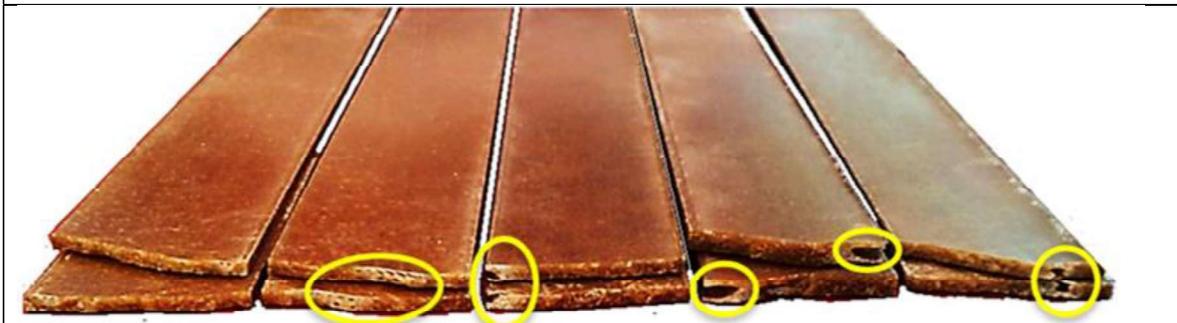


Probetas PP_5CA_T100: superficialmente las probetas no presentaban ningún defecto, sin embargo, al someterlas a esfuerzos de tensión los especímenes fallaron cerca de la mordaza móvil de la maquina universal de ensayos. En el caso de esta composición el número de defectos fue pequeño debido a que con una cantidad menor de material de refuerzo permitió una mejor unión entre refuerzo y matriz.

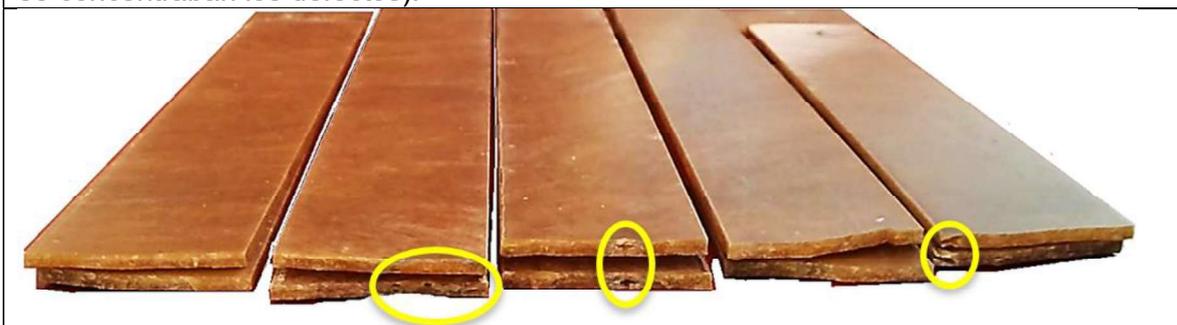
Continuación de la Tabla 3.28.



Probetas PP_10CA_T100: Para esta composición con 10% de porcentaje en peso y de tamaño de partícula intermedio (tamiz N°60) se obtuvo los mejores resultados en cuanto propiedades mecánicas. La zona de ruptura se localizó cerca al punto medio de las probetas, las fallas se encuentran a un costado de las probetas como se puede observar en la figura, notándose dentro de las zonas blancas espacios vacíos que actuaron como concentradores de esfuerzos que promovieron la prematura ruptura del material.



Probetas PP_15CA_T100: Para esta composición se observó que las probetas poseían un acabado superficial liso, donde a primera vista no se apreciaba alguna discontinuidad, sin embargo, al momento de someter los especímenes a esfuerzos de tensión se observó una serie de defectos como por ejemplo porosidades y zonas huecas (falta de continuidad en el material) produciendo la falla prematura de la probeta. La fractura se produjo cerca a la mordaza móvil de la máquina universal de ensayos (lugar en el que se concentraban los defectos).



Probetas PP_5CA_T140: Debido a la baja cantidad de material de refuerzo la matriz se compactó de manera homogénea con el refuerzo, ocasionando así la ruptura cercana al centro de las probetas.

Al someter los especímenes a los esfuerzos de tensión, se observó que hubo pocos especímenes que fallaron debido a la falta de continuidad ocasionada por la manifestación de zonas huecas presentes en los especímenes de ensayo.

Continuación de la Tabla 3.28.



Probetas PP_10CA_T140: Visiblemente no se divisaba alguna discontinuidad, pero al momento de someter las probetas a los esfuerzos de tensión se observaron pequeños poros, los cuales produjeron una falta de continuidad en el material ocasionando la ruptura de los especímenes como se aprecia en la figura. Los poros pueden haberse creado durante el proceso de mezclado artesanal.



Probetas P_15CA_T140: En esta composición como en las anteriores se aprecia especímenes con un acabado superficial liso sin alguna discontinuidad aparente, sin embargo, al momento de someter los especímenes a esfuerzos de tensión estos fallaron en su gran mayoría cerca de la zona central de la probeta. La falla se produjo en las zonas huecas próximas a la los extremos laterales que generan falta de continuidad en el material. Estos defectos se produjeron durante el procesamiento de la composición y en el proceso de corte láser

(Fuente: Propia)

En base al análisis realizado en la Tabla 3.28. Se evidencia que al generarse una fusión heterogénea entre la matriz polimérica y el material particulado se obtiene una descompensación en las propiedades del nuevo material lo cual conlleva a que se genere una elongación mínima ante la aplicación de una carga de tracción y por ende a la fractura de la probeta.

3.6.2. Ensayo de Flexión

Las fracturas o deformaciones obtenidas en las probetas sometidas al ensayo de flexión serán analizadas mediante la observación de como actuaron los especímenes con respecto al tipo de resultado obtenido.

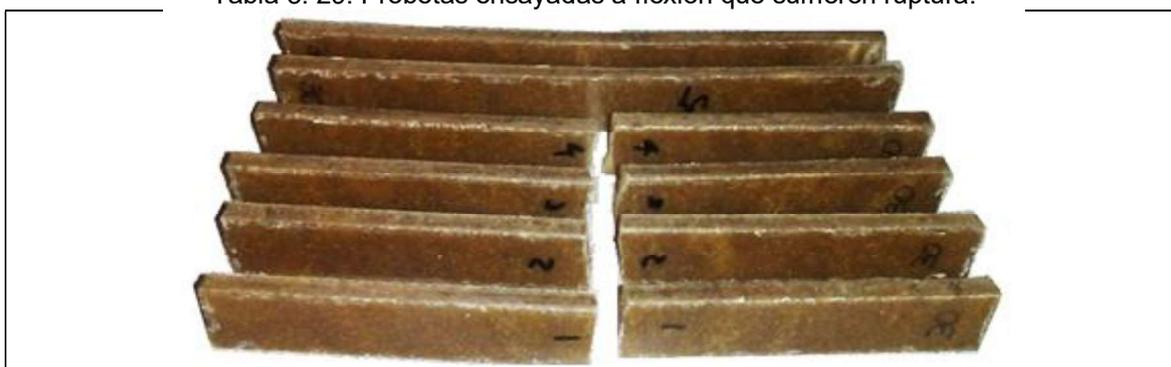
Los defectos más comunes encontrados en las probetas fracturadas fueron minúsculas zonas huecas y poros en la sección transversal, con este ensayo se deformó la estructura básica del polímero generando que las pequeñas discontinuidades de la materia se expandieran y así se produjera su ruptura, como se aprecia en la Figura 3. 38.



Figura 3. 38. Defectos encontrados en las probetas de flexión tras su ruptura.
Fuente (Propia)

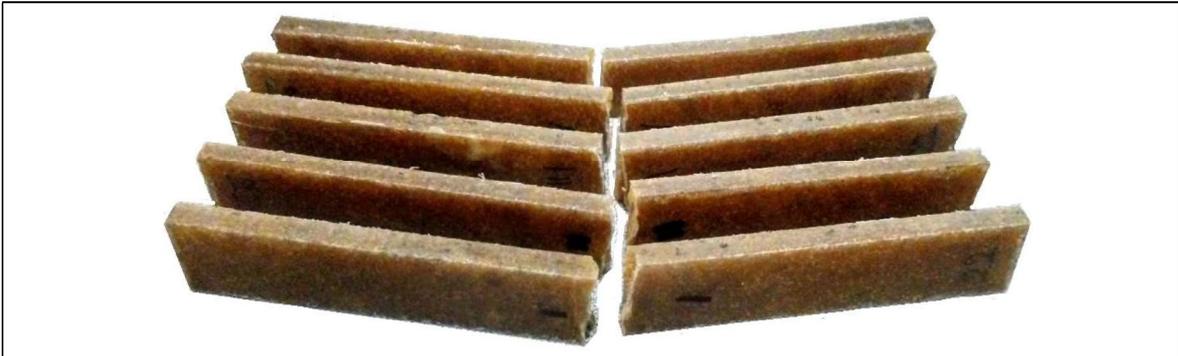
Las probetas que sufrieron fractura se pueden apreciar en la Tabla 3.29, las probetas presentaron estrías mientras se generaba el ensayo antes de que existiera la ruptura, la falla que se encontrase en el lugar donde se somete la carga directamente se incrementa mientras transcurre el tiempo, además la fractura del material ocurrió sin una deformación drástica.

Tabla 3. 29. Probetas ensayadas a flexión que sufrieron ruptura.



Probetas PP_5CA_T60: El 66,64% de los especímenes de esta composición llegaron a la fractura obteniendo una deformación del 3,65% antes de que se llegará a la fractura, donde se puede apreciar un cambio de coloración en el lugar de la ruptura, lo que demuestra que este material no tuvo una constitución uniforme.

Continuación de Tabla 3.29.



Probetas PP_10CA_T60: En esta composición se aprecia que todos los especímenes tienen un cambio de coloración en la zona de ruptura, producido por el efecto de separación de enlaces entre el polipropileno y el material base. Las probetas alcanzaron una deformación máxima de 2,91% antes de fracturarse, soportando 42,30 MPa, siendo el único con valores de resistencia última a la flexión más cercanos al material base.



Probetas PP_15CA_T60: El 80% de los especímenes obtuvieron una deformación del 3,46%, esta composición tiene los valores más bajos de las propiedades con respecto a las probetas del tamiz número 60, también se puede apreciar un cambio de coloración en el lugar de la ruptura.



Probetas PP_15CA_T100: En esta composición se observa que las probetas poseían un acabado superficial liso sin ninguna discontinuidad, pero, al momento de someter los especímenes a esfuerzos todos se fracturaron, siendo esta la única composición del tamiz número 100 en fracturarse, alcanzando una deformación máxima de 3,14%.

Continuación de Tabla 3.29.



Probetas PP_10CA_T140: Existió una deformación del 3,27% de los especímenes antes de llegar a la fractura, se puede apreciar que el 100 % de los especímenes se fracturaron, en la zona de ruptura existió un cambio de coloración, también se puede concluir que el material compuesto no tuvo una constitución uniforme.



Probetas PP_15CA_T140: El 100% de los especímenes se fracturaron, teniendo una deformación del 3,11% antes de que se llegará a la fractura. También se puede apreciar un cambio de coloración en el lugar de la ruptura.

Fuente (Propia)

Los elementos que no sufrieron ruptura tuvieron una deformación la cual llego a ser de 1 a 5 grados de inclinación alterando la forma original de la probeta como lo indica la Figura 3. 39.



Figura 3. 39. Deformación encontrada en las probetas de flexión tras su ensayo.
Fuente (Propia)

Las probetas según su composición que sufrieron una deformación se pueden apreciar en la Tabla 3.30. En estas probetas se pueden observar estrías en el lugar donde fue sometida

la carga, una vez retirada la carga el material se recuperó en un 90% a su forma original, actuando de manera dúctil.

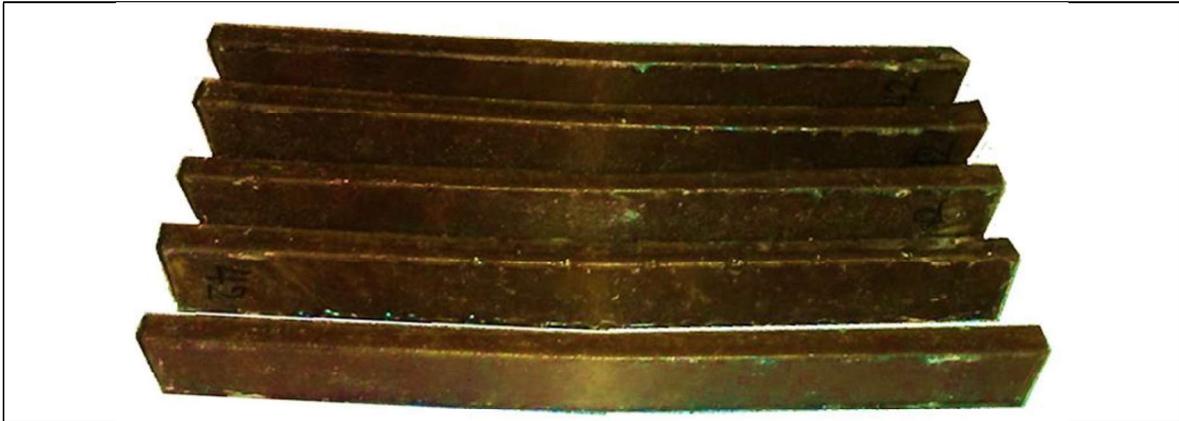
Tabla 3. 30. Probetas ensayadas a flexión que sufrieron deformación.


<p>Probetas PP: la composición de este material es de 100 el material de la matriz obteniendo una deformación del 4% siendo la más alta en los resultados obtenidos para el ensayo de flexión. Todas las probetas tuvieron una recuperación casi en su totalidad.</p>

<p>Probetas PP_5CA_T100: Los especímenes se deformaron generando un pandeo llegando a la deformación del 3,93%, siendo esta composición la de mayor deformación, recuperando casi en su totalidad su forma original, las probetas más afectadas llegaron a tener estrías pero que se perdieron un poco por su recuperación demostrando que el material tuvo una constitución uniforme.</p>

<p>Probetas PP_10CA_T100: Los especímenes llegaron a deformarse 3,58% y recuperando casi a totalidad su forma original, las probetas más afectadas llegaron a tener estrías pero que se perdieron un poco por su recuperación demostrando que el material tuvo una constitución uniforme.</p>

Continuación de Tabla 3.30.



Probetas PP_5CA_T140: Fueron los únicos especímenes de esta composición que se deformaron llegando a pandearse un 3,68%, recuperando casi a totalidad su forma original, las probetas más afectadas llegaron a tener estrías pero que se perdieron un poco por su recuperación demostrando que el material tuvo una constitución uniforme.

(Fuente: Propia)

En base a la Tabla 3.30, la interacción entre las partículas de oryza y la matriz de polipropileno es óptima cuando trabaja de forma dúctil sin llegar a la ruptura, este caso sucede cuando los porcentajes en peso del material particulado no superan el 10%, teniendo enlaces fuertes en la estructura interna del material. El material compuesto actúa frágil al utilizar porcentajes en peso superiores al 10% debido a que las partículas de oryza no se adaptan correctamente a la matriz de polipropileno.

3.6.3. Ensayo de impacto

Una vez analizada de forma frontal y transversal las probetas, se determinó que los especímenes de material compuesto de las diferentes composiciones porcentaje en peso actuaron de forma frágil debido a que no poseen una buena tenacidad al suministrar cargas súbitas a diferentes alturas.

Para el desarrollo de análisis de fractura de este ensayo se tomó en cuenta defectos, discontinuidades, área impactada de la probeta y el área del proyectil (1256,637 mm²); estas características servirán como precedente para las condiciones de uso a que podría ser sometido el material compuesto en un día de trabajo cualquiera.

En la Tabla 3. 31. se analizó el ensayo de impacto para la composición PP_15CA_T60 donde se encuentran las probetas de vista frontal y transversal ensayadas a diferentes alturas.

A la altura de 1000 milímetros la probeta falló únicamente por la energía suministrada por el proyectil, se puede aseverar esto observando la estructura compacta del espécimen y

por el tipo de ruptura en el material obteniendo cortes secos en las secciones transversales; analizando la zona de impacto se puede evidenciar que los fragmentos eran macizos sin defectos o discontinuidades lo que significa que la constitución interna del material era uniforme por lo que se presume que el proceso de moldeo es admisible en esta sección. El tamaño de la zona de impacto es 58% menor del área del proyectil, obteniendo como resultado que es la de mejor desempeño a esta altura comparada con los otros especímenes de diferentes composiciones en las mismas condiciones.

A la altura de 750 milímetros se puede constatar que en la probeta existieron defectos como son zonas huecas, actuando como concentradores de esfuerzos, los mismos que provocaron que el material en la zona de impacto se fragmentara formando pequeñas laminillas que se desprendieron con facilidad, este fenómeno fue influenciado por la falta de uniformidad del material compuesto correspondiente a una inadecuada fusión del material particulado. El tamaño de la zona de impacto es 70% menor del área del proyectil por lo que no tuvo gran injerencia los defectos al momento del sometimiento de la carga sobre la probeta.

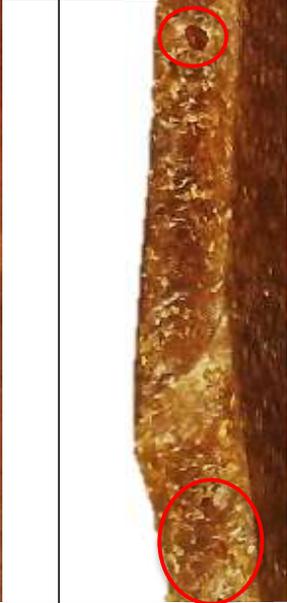
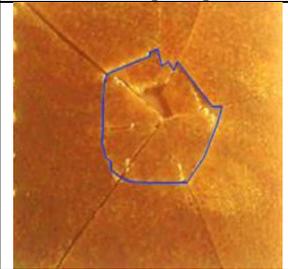
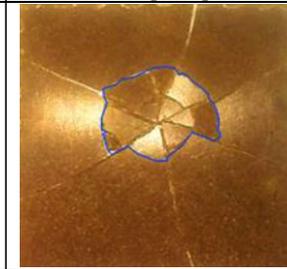
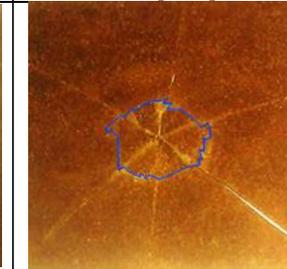
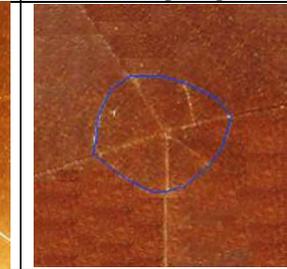
A la altura de 500 milímetros se puede constatar que la probeta presentó defectos como poros que generaron el desprendimiento de láminas delgadas al realizar el ensayo, uno de los motivos de este suceso se debe a la heterogeneidad del material compuesto producido a causa de la falta de fusión correcta del material a pesar de este suceso el tamaño de la zona de impacto es 80% menor del área del proyectil, obteniendo como resultado el mejor desempeño a esta altura comparada con los otros especímenes de otras composiciones en las mismas condiciones.

A la altura de 250 milímetros se encontró en fragmentos de la probeta microporosidades que generaron que el área de impacto sea 56 por ciento menor al área del proyectil. La energía suministrada para este espécimen es mínima en relación a las 3 alturas previas ya analizadas por lo que se esperaba que no se generara una gran zona de impacto, sin embargo, en función de la energía y la falta de uniformidad en el material existió una zona afectada considerable provocada por el impacto y no es admisible para el caso sujeto a estudio debido a los valores obtenidos de iguales condiciones de trabajo, pero de distintas composiciones.

Como conclusión para esta composición la probeta de 500 milímetros alcanzó una menor zona de impacto que todas las probetas ensayadas de esta composición a diferentes alturas, relacionando los valores obtenidos de esta composición se puede establecer que el área impactada a 1000 milímetros es 21,63% mayor que a la zona de 500 milímetros, de

igual manera a la altura de 750 milímetros la probeta obtuvo una mayor zona impactada de 9,74% comparada con el caso de 500 milímetros, finalmente la relación de áreas afectadas entre las alturas de 500 y 250 milímetros es de 23,86%, dándonos como resolución que la probeta que tuvo un mejor desempeño fue el espécimen ensayado a 500 milímetros.

Tabla 3. 31. Fracturas en probetas del ensayo de impacto de PP_15CA_T60.

			
Altura del Impacto			
1000 [mm]	750 [mm]	500 [mm]	250 [mm]
			
Área de la superficie impactada			
519,420 [mm ²]	370,009 [mm ²]	247,595 [mm ²]	547,495 [mm ²]
(Fuente: Propia)			

En la Tabla 3.32. se analizará la composición PP_10CA_T140 donde se encuentran las probetas de vista frontal y transversal ensayadas a diferentes alturas.

En la altura de 1000 milímetros se encontró que el material falló por zonas huecas presentes en la probeta generadas por los problemas en el proceso de moldeo provocados por heterogeneidad de los pellets del material compuesto y falta de fusión. La energía suministrada del ensayo de impacto a la probeta más los defectos encontrados generó desprendimiento de laminillas en la zona de colisión. La zona de choque producida por el impacto para este caso es intermedia cotejando valores de diversas composiciones de las

probetas ensayadas a esta altura donde el área de este espécimen es 51,53% del área del proyectil.

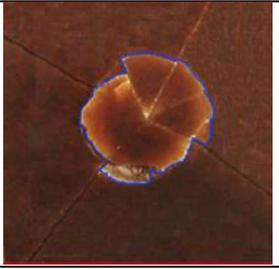
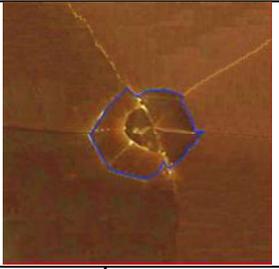
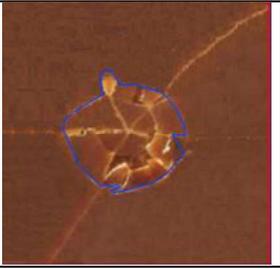
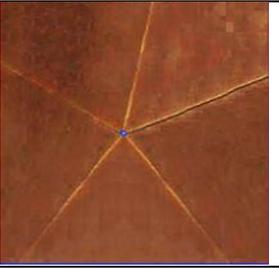
A la altura de 750 milímetros se observó en los fragmentos del espécimen microporosidades que afectaron la zona de impacto, generando el desprendimiento de laminillas. Se observa que para esta altura la superficie afectada por la colisión es 72% menor al área del proyectil, estos datos se corroboraran en la tabla de imágenes al final de las descripciones de esta composición a diferentes alturas.

A la altura de 500 milímetros el área dejada por el impacto del proyectil fue mayor a la zona de choque generada a una altura de 750 milímetros, debido a que se encontraron defectos que produjeron el incremento de la zona de impacto. La zona de impacto es 61% menor al área del proyectil.

A la altura de 250 milímetros se constata en la probeta la existencia de defectos como poros que facilitaron que el espécimen fallará y se fragmentará, el tamaño de la zona de impacto es 99,9% menor del área del proyectil, lo que significa que, a pesar de las discontinuidades presentes, se observa una probeta con buenas características de homogeneidad para trabajar a bajas cargas de impacto, corroborando en este caso que el tamaño del refuerzo es menor en esta composición lo que permitió determinar que el polipropileno se asoció de una manera aceptable con la cascarilla de arroz.

Podemos concluir en esta sección que para esta composición las mejores propiedades se presentaron en la probeta ensayada a 250 milímetros, demostrando que al momento del impacto la zona de contacto entre la probeta y el proyectil dejaron una huella mínima, donde el área de impacto central no supera ni el 1 por ciento del área del proyectil indicando con esto que el material tuvo una buena consistencia presumiendo que el material compuesto se compaginó correctamente en el proceso de moldeo; con este caso se obtuvo los mejores resultados esperados a comparación con elementos de otras composiciones a estas mismas condiciones.

Tabla 3. 32. Fracturas en probetas del ensayo de impacto de PP_10CA_T140.

			
Altura del Impacto			
1000 [mm]	750 [mm]	500 [mm]	250 [mm]
			
Área de la superficie impactada			
608,9815 [mm ²]	344,0938 [mm ²]	483,9519 [mm ²]	1,213 [mm ²]

(Fuente: Propia)

Finalmente, en la Tabla 3.33. se analizará la composición PP_15CA_T140 donde se encuentran las probetas de vista frontal y transversal ensayadas a diferente altura.

A la altura de 1000 milímetros la probeta impactada se fragmento encontrando porosidades en el espécimen de esta composición, estos defectos habrían sido provocados por falencias en el proceso de elaboración. La zona de impacto afectada se comparó con probetas de otras composiciones a esta altura, observando que la zona de impacto tuvo un incremento ínfimo de 50,93% comparada con el área del proyectil.

A 750 milímetros la probeta presentó el menor desempeño a esta altura, para corroborar la información se verifico el área de impacto de otros especímenes de diversas composiciones ensayadas a estas condiciones, donde el área afectada por el proyectil no supera el 57% del tamaño del proyectil. En este caso también se encontraron

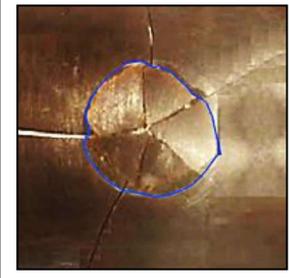
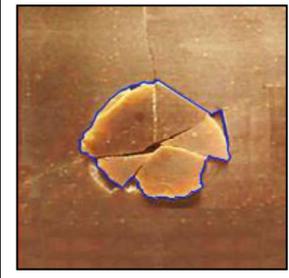
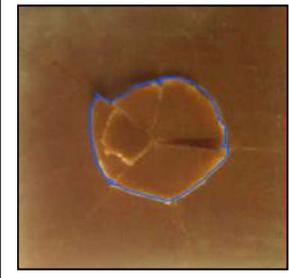
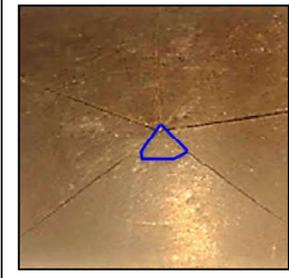
microporosidades visibles fácilmente, pero una vez analizando la sección transversal se corroboró que se mejoró el proceso de moldeo.

A la altura de 500 milímetros en la probeta ensayada se encontraron zonas huecas, que ocasionan una mayor área de impacto comparada con probetas de diferente composición ensayadas a estas condiciones, los defectos encontrados se habrían generado debido a la falta de difusión del material compuesto, la sección analizada por el impacto no excede el 54% del tamaño del proyectil.

A la altura de 250 milímetros se observó en la probeta fracturada microporosidades que facilitaron que el material fallara, en este ensayo con el espécimen se comprobó que el área del impacto no supera el 3,5% área del proyectil. A pesar de las microporosidades el desempeño de la probeta fue admisible pero no supero a la probeta de composición PP_10CA_T140 donde la zona de impacto no supera el 0,097% del proyectil, en cambio la composición PP_15CA_T140 presento un incremento del área impactada en 3,471%.

Para finalizar esta sección las probetas PP_15CA_T140 tienen un desempeño más bajo comparando los valores obtenidos de las zonas impactadas a diferentes alturas, uno de los casos más aceptables es el espécimen que se empleó para el análisis a 250 milímetros, donde el área dejada por el impacto es teóricamente esperada aproximada a la ensayada, generando así que se realice una observación de la sección transversal refutando alguna disconformidad de material presente, para este caso tenemos así microporosidades que no se distinguían o se apreciaban fácilmente a excepción que se magnifique la imagen como se realizó en este estudio.

Tabla 3. 33. Fracturas en probetas del ensayo de impacto de PP_15CA_T140.

			
Altura del Impacto			
1000 [mm]	750 [mm]	500 [mm]	250 [mm]
			
Área de la superficie impactada			
616,5725 [mm ²]	533,6289 [mm ²]	577,1304 [mm ²]	44,842 [mm ²]

(Fuente: Propia)

En base a la Tabla 3.33, se determinó la influencia del incremento del porcentaje en peso, el tamaño de partícula del refuerzo y el proceso de moldeo, demostrado que estos parámetros son variables importantes para la elaboración de los especímenes de diferente composición; corroboramos esto diciendo que en los casos donde existió leves o casi indistinguibles discontinuidades en el material se encontró que las partículas de oryza se adaptan correctamente a la matriz de polipropileno teniendo una estructura fuerte y estable. En algunos casos existieron algún tipo de falencia en el proceso de producción de los especímenes provocando defectos en las planchas de material compuesto generando discontinuidades que afectan directamente en la estructura interna disminuyendo su capacidad de absorber impactos y fallar como un material frágil.

3.7. Comparación de las propiedades obtenidas por otros autores

En esta sección se presenta una comparación de los resultados obtenidos en el presente estudio con otras investigaciones. Se debe considerar que la composición y las condiciones empleadas en este estudio no son las mismas que las realizadas en otros trabajos. En la Tabla 3.34, se presentan las propiedades mecánicas de la composición PP_10CA_T100, la cual presentó las mejores propiedades.

Tabla 3. 34. Propiedades mecánicas de la composición PP_10CA_T100

Resistencia última a la tracción [MPa]	Resistencia última a la flexión [MPa]
22,40	46,40

(Fuente: Propia)

En el estudio realizado por Vallejos [41] en el que utiliza fibra de cáñamo para el refuerzo del polipropileno, se puede notar que con 40% de fibra y 6% de polipropileno maleizado (MAPP), se obtuvo una resistencia a la tracción de 33,8 MPa lo cual supera en 50% al valor reportado por este estudio, mientras que el valor de la resistencia a la flexión supera en 33% al valor de 46,4 MPa obtenidos en este mismo trabajo.

Por otra parte, en el trabajo realizado por Ochoa [42] en el cual se utilizó fibras de eucalipto de refuerzo a una matriz de polipropileno con 1,5% de material acoplante (MAPP). Con 50% de fibra de refuerzo y utilizando los procesos de extrusión e inyección obtuvieron los siguientes resultados: resistencia a la tracción 51,82 MPa, resistencia a la flexión 86,83 MPa. Estos resultados superan en 130% y 87% a los resultados obtenidos en el presente estudio.

Según Mutjé et al. [43], al utilizar 40% de fibras de tallo de maíz como refuerzo a una matriz de polipropileno con el 6% de material acoplante (MAPP), para obtener un material compuesto mediante los procesos de extrusión e inyección, se obtiene 49 MPa de resistencia a la tracción y 72 MPa de resistencia a la flexión, indicando que superan en 118% y 55% a la resistencia a la tracción y a la flexión obtenidas en el presente trabajo.

En la Figura 3.40. se puede observar la comparación de los trabajos realizados a nivel internacional y el presente proyecto.

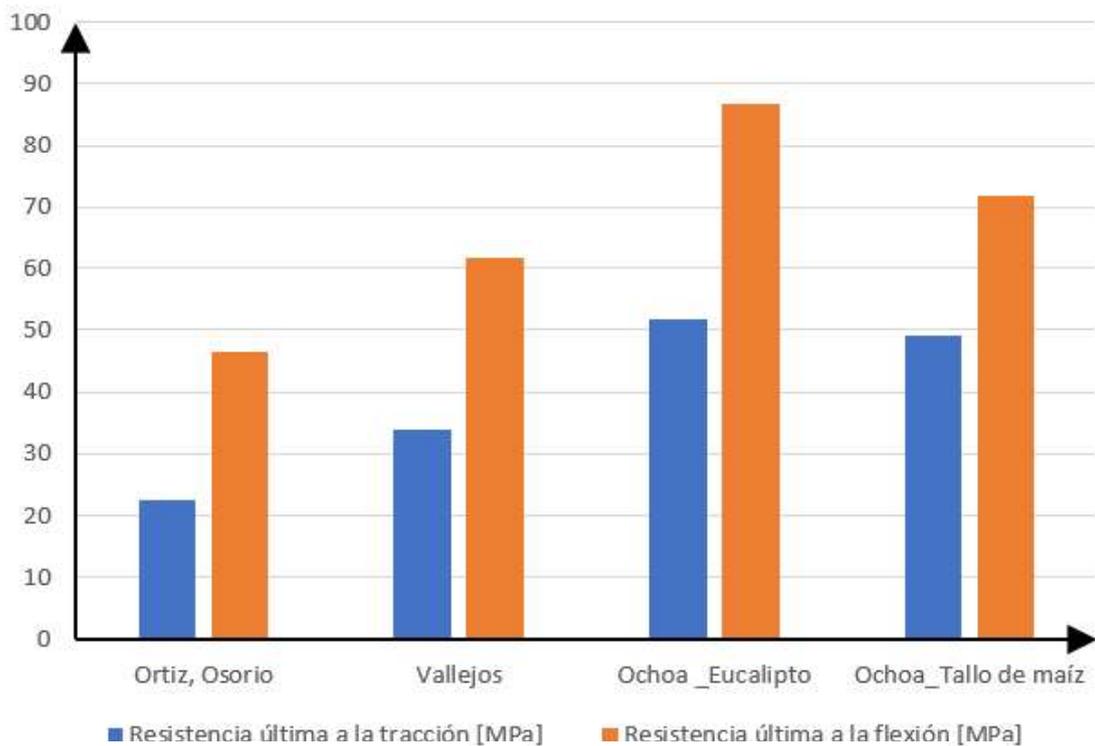


Figura 3. 40. Comparación con otros trabajos
(Fuente: Propia)

Los trabajos seleccionados para la comparación fueron superiores en los valores de resistencia tanto a tracción como a flexión. Cabe señalar en todos los estudios presentados optaron por utilizar el polipropileno maleizado (MAPP) como compatibilizante, mientras que este estudio no se utilizó ningún agente compatibilizante.

Por lo tanto, sería interesante saber hasta qué punto se produce una mejora en las propiedades al optimizar el proceso de obtención de los pellets de material compuesto y el uso de algún tipo de agente compatibilizante.

3.8. Trabajos futuros

Para posteriores trabajos relacionados a esta tesis, se podría hacer el diseño y adaptación de un sistema mecánico para realizar la etapa de mezclado de una forma semiautomática o automática que se ajuste a las necesidades de un método alternativo para la formulación de materiales compuestos.

Como trabajo adicional se podría sustituir las partículas por las fibras de la cascarilla de arroz, así como también se podría emplear otro tipo matriz polimérica. Para analizar su comportamiento y compararlo con otros estudios ya desarrollados sobre materiales compuestos.

Se debería realizar ensayos normalizados que permitan determinar la degradabilidad del material compuesto. Además, se debe realizar un estudio para la adecuada gestión de residuos y el reprocesamiento de este material compuesto.

Al calcinar la cascarilla de arroz se obtiene una ceniza, que en su mayoría está conformada por sílice, por lo que sería de interés realizar un estudio comparativo con las arenas bentoníticas empleadas en procesos de fundición.

Mediante ensayos de termogravimetría, se debe estudiar la estabilidad térmica del material compuesto. Además de otro tipo de estudios que permitan determinar el comportamiento del material ante condiciones extremas medioambientales.

4. CONCLUSIONES

Conclusiones

- Se lograron cumplir los objetivos general y específicos planteados para el presente proyecto de titulación.
- El material compuesto comparado con el polipropileno, presentó un comportamiento frágil al someterlo a esfuerzos de tracción, ya que el aumento de material de refuerzo produce un endurecimiento del material, obteniendo un menor porcentaje de deformación que el material base.
- Al elaborar probetas normalizadas se obtuvo parámetros geométricos establecidos, que redujeron el número de variables a controlar durante el proceso de elaboración de especímenes de ensayo, obteniendo en la mayoría de los resultados un coeficiente de variación menor al 20%.
- La presencia de partículas de cascarilla de arroz ejerce un efecto en los parámetros de moldeo por ende al aumentar el porcentaje en peso de la cascarilla se incrementan la temperatura y presión de moldeo.
- Mediante la experimentación se determinó que los parámetros de moldeo por compresión adecuados para el procesamiento del material compuesto fueron: temperatura de precalentamiento 120 °C, tiempo de precalentamiento 6 minutos, temperatura de moldeo 168 °C y presión de moldeo 100 kgf/cm² para probetas de tracción y 40 kgf/cm² para probetas de flexión.
- En todas las formulaciones de material compuesto con un porcentaje superior al 20% en peso, el comportamiento difiere del obtenido con porcentajes inferiores, además su composición presenta grumos y material particulado no humectado, por lo tanto, el máximo porcentaje a utilizar fue de 15% en peso.
- La composición PP_10CA_T100 con 10% en peso de refuerzo y con un tamaño de partícula de 150 µm, fue la que presentó mejores propiedades tanto a tracción como a flexión respecto al resto de composiciones. Comparado con el material base, la resistencia a la tracción fue 11% menor, pero fue superior un 8% en la resistencia a la flexión.

- Con 15% en peso de refuerzo, se nota una disminución de las propiedades mecánicas, debido a que mayor porcentaje de refuerzo afecta a la homogeneidad del compuesto, lo que influye directamente sobre las propiedades mecánicas.
- Mediante el análisis de la zona de la fractura, se comprobó que el método para el mezclado del refuerzo y el material base, generó una pequeña cantidad de poros, los cuales disminuyeron la resistencia del material.
- Las composiciones al 5% y 10% en peso, presentaron una fractura del tipo dúctil, mientras que las composiciones al 15% en peso presentaron una fractura tipo frágil debido a que mayor cantidad de refuerzo provoca un endurecimiento del material.
- El material realizado en el presente trabajo presentó propiedades menores en comparación con estudios realizados en otros países
- A través del análisis estadístico ANOVA, realizados sobre las variables, porcentaje en peso y tamaño de partícula, se determina que la variable porcentaje en peso presentó mayor influencia sobre las propiedades mecánicas a tracción y flexión.
- Al incrementar el porcentaje en peso, la densidad del material aumenta, generando un leve incremento en la temperatura de fusión, debido a que la energía tarda más en disiparse.

Recomendaciones

- Al momento de realizar la etapa de mezclado artesanal, se debe contar con todas las protecciones del caso como son guantes, lentes y mascarilla ya que el polipropileno al ser fundido genera gases que son nocivos para la salud además la temperatura de trabajo puede ocasionar fácilmente quemaduras de segundo grado.
- Se recomienda utilizar algún tipo de un agente acoplante y observar hasta qué punto se modifican las propiedades mecánicas y térmica del material compuesto.
- Para tener mejores resultados en los ensayos de impacto se debería encontrar una forma más efectiva para cerciorarse que las probetas contenga la menor cantidad de fallas, mejorar o tecnificar el proceso de producción para que se obtenga un material más uniforme y disminuya sus discontinuidades.

Referencias Bibliográficas

- [1] ESPAC, E. D. (2017). Estadísticas Agropecuarias. Instituto nacional de estadística y censo INEC.
- [2] INIAP. (2015). Producción de semillas categoría certificada para el Proyecto Nacional de Semillas de Agro cadenas Estratégicas del MAGAP.
- [3] Askeland, D. R., Fulay, P. P., & Wright, W. J. (2011). Ciencia e ingeniería de materiales. EUA: Cengage learning
- [4] Clyne, T. W., & Hull, D. (2019). An introduction to composite materials. Cambridge university press.
- [5] Besednjak, A. &. (2005). Materiales compuestos. Univ. Politèc. de Catalunya.
- [6] Shackelford, J. F., Gordo, G., & Martín Piris, N. (2010). Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros. Pearson.
- [7] Bouza, R. (2008). Diseño y caracterización de nuevos materiales compuestos polipropileno y madera: estudio del viniltrimetoxisilano como agente de acoplamiento.
- [8] Cevallos Espinosa, J. P., & Tenesaca Bravo, J. G. (2012). Obtención y caracterización de materiales compuestos Híbridos de matriz de polipropileno reforzadas con fibra de vidrio y abacá mediante moldeo por compresión. Escuela Politécnica Nacional.
- [9] Lisperguer, J., Bustos, X., Saravia, Y., Escobar, C., & Venegas, H. (2013). Efecto de las Características de Harina de Madera en las Propiedades físico-mecánicas y térmicas de Polipropileno Reciclado. Maderas. Ciencia y tecnología, 15(3), 321-336.
- [10] Dávila, J. L., Galeas, S., Guerrero, V. H., Pontón, P., Rosas, N., Sotomayor, V., & Valdivieso, C. (2011). Nuevos materiales: aplicaciones estructurales e industriales. Quito.
- [11] Tipanluisa, L., Moreno, G., Guasumba, J., Celi, S., & Molina, J. (2015). Estudio experimental de la combustión de la cascarilla de arroz en una cámara de lecho fijo.
- [12] ESPAC, E. D. (2018). Estadísticas Agropecuarias. Instituto nacional de estadística y censo INEC.
- [13] MAGAP. (2014). RENDIMIENTOS DEL ARROZ EN EL ECUADOR. Obtenido de: http://sinagap.agricultura.gob.ec/pdf/estudios_agroeconomicos/rendimiento_arroz_1er_cuatrimestre.pdf

- [14] Cadena, C. G., & Bula Silvera, A. J. (2011). Estudio de la variación en la conductividad térmica de la cascarilla de arroz aglomerada con fibras vegetales. *Revista Científica Ingeniería y Desarrollo*, 12(12), 1-9.
- [15] Páez, J. E., Pinto, D. M., & Arcos, C. A. (2014). La cascarilla de arroz como fuente de SiO₂. *Revista Facultad de Ingeniería*, (41), 7-20.
- [16] Alvares, A., Salgado, R., Garcia, E., & Dominguez, M. (2012). Aprovechamiento integral de los materiales lignocelulósicos. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 13(4).
- [17] Imai, M., Ikari, K., & Suzuki, I. (2004). High-performance hydrolysis of cellulose using mixed cellulase species and ultrasonication pretreatment. *Biochemical Engineering Journal*, 17(2), 79-83.
- [18] Lach, J., Sadowski, K., & Poskrobko, S. (2008). Mathematical formalism for blending to obtain formed fuels from wasted. *Fuel*, 87(12), 2677-2685.
- [19] Demirbas, A. (2008). Biofuels sources, biofuel policy, biofuel economy and global biofuel projections. *Energy conversion and management*, 49(8), 2106-2116.
- [20] Ramírez, P., & Cocha, J. M. (2003). Degradación enzimática de celulosa por actinomicetos termófilos: aislamiento, caracterización y determinación de la actividad celulolítica. *Revista Peruana de Biología*, 10(1), 67-77
- [21] Siota, S. R. (2014). Valorización de hemicelulosas de biomasa vegetal (Tesis Doctoral, Universidade de Vigo).
- [22] Moriana Torró, R. (2010). Desarrollo y caracterización de biocomposites enfibrados procedentes de recursos renovables. Estudio de su degradación en tierra (Tesis Doctoral).
- [23] Valverde, A., Sarria, B., & Monteagudo, J. P. (2007). Análisis comparativo de las características fisicoquímicas de la cascarilla de arroz. *Scientia et Technica*, 1(37).
- [24] El Mansouri, N. E. (2007). Despolimerización de lignina para su aprovechamiento en adhesivos para producir tableros de partículas (Tesis Doctoral, Universitat Rovira i Virgili).
- [25] Kalpakjian, S., & Schmid, S. R. (2002). *Manufactura, ingeniería y tecnología*. Pearson Educación.
- [26] Arellano Castillo, L. E. (2005). Mejoramiento de calidad: aplicación de un caso en una planta de termoformado de plástico en Quito (Bachelor's thesis, Quito: USFQ, 2005).

- [27]Gómez, J. J. G., & Gutiérrez, J. (2007). Diseño de una extrusora para plásticos (Doctoral dissertation, Universidad Tecnológica de Pereira. Escuela de Tecnologías. Tecnología Mecánica).
- [28]Varón, D. J., Gimeno, R. A. B., Bou, S. F., & Rasero, M. Á. P. (2012). Estudio y análisis del moldeo por inyección de materiales poliméricos termoplásticos. *3c Tecnología*, 1(3), 3.
- [29]Ochoa Mendoza, A. (2005). Reciclado mecánico de materiales compuestos con fibras de celulosa (Doctoral dissertation, Industriales).
- [30]Mireya, Matos, Sánchez, Johan J., Jiménez, María C., Salas, Laura, Santana, Orlando O, Gordillo, Antonio, Maspoch, María LI., & J. Müller, Alejandro. (2005). Propiedades Mecánicas y Comportamiento a Fractura de un Polipropileno Homopolímero comparado con un Copolímero de impacto grado comercial. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 25(1-2), 31-45. Recuperado de: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0255-69522005000100005&lng=es&tlng=es.
- [31]Correa Pillajo, G. M., & Tuárez Navarrete, D. H. (2019). Caracterización de un compuesto de madera plástica obtenido mediante extrusión y reforzado con polvo de bambú y nanoarcillas (Trabajo de titulación previo a la obtención del título de ingeniero mecánico). Quito: Escuela Politécnica Nacional.
- [32]Herrera Terán, M. P. (2018). Obtención de nanocelulosa a partir de celulosa de puntas de abacá (Tesis previa a la obtención del título de Ingeniero Agroindustrial). Quito: Escuela Politécnica Nacional.
- [33]Oña, M. (2017). Estudio del efecto de la incorporación de partículas provenientes de los residuos de tagua (*Phytelephas aequatorialis macrocarpa*) a una matriz de poliestireno.
- [34]ASTM International. (2006). Standard test method for acid-insoluble lignin in wood ASTM D 1106-96. Annual book of ASTM standards, 4(01).
- [35]ASTM International. (2007). Standard test methods for direct moisture content measurement of wood and wood-base material, method B. ASTM D4442. Annual Book of ASTM Standards.
- [36]Linseis Messgeraete GmbH. (2019). Calorimetría diferencial de barrido. Recuperado el 18 de 06 de 2019, de Linseis: <https://www.linseis.com/es/productos/calorimetria-diferencial-de-barrido/>

- [37]Herrera, G. M. D., Anaguano, A. H., & Suarez, D. G. (2011). Cascarilla de arroz: material alternativo y de bajo costo para el tratamiento de aguas contaminadas con cromo (vi). *Gestión y ambiente*, 14(1), 73-83.
- [38]Dagnino, E. P., Chamorro, E. R., Felissia, F. E., & Area, M. C. (2014). Obtención de bietanol a partir de la celulosa presente en cascarilla de arroz y aserrín de algarrobo.
- [39]Vargas, J., Alvarado, P., Vega-Baudrit, J., & Porras, M. (2014). Caracterización del subproducto cascarillas de arroz en búsqueda de posibles aplicaciones como materia prima en procesos. *Revista científica*, 25.
- [40]Agunsoye, J. O., Isaac, T. S., & Samuel, S. O. (2012). Study of mechanical behaviour of coconut shell reinforced polymer matrix composite. *Journal of minerals and materials characterization and Engineering*, 11(8), 774-779.
- [41]Fu, S. Y., Feng, X. Q., Lauke, B., & Mai, Y. W. (2008). Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, 39(6), 933-961.
- [42]Vallejos, M. E. (2006). Aprovechamiento integral del Cannabis sativa como material de refuerzo/carga del polipropileno. *Universitat de Girona*.
- [43]Ochoa Mendoza, A. (2005). Reciclado mecánico de materiales compuestos con fibras de celulosa (Doctoral dissertation, Industriales).
- [44]Mutjé, P., Méndez, J. A., Vilaseca, F., López, J. P., Flández, J., Barberà, L., ... & Pèlach, M. A. (2008). Residuos de tallo de maíz como refuerzo de polipropileno. In *I Simposio Iberoamericano de Ingeniería de Residuos Castellón* (pp. 23-24).
- [45]Abril, D., Navarro, E., & Abril, A. (2009). La paja de arroz. Consecuencias de su manejo y alternativas de aprovechamiento. *Revista virtual Agronomía*, 17(2).
- [46]Ahumada, L. M., & Rodríguez-Páez, J. E. (2006). Uso del SiO₂ obtenido de la cascarilla de arroz en la síntesis de silicato de calcio. *Revista Acad. Coloma. Cien*, 30(117), 581-594.
- [47]Borysiak, S., & Doczekalska, B. (2006). Influence of chemical modification of wood on the crystallisation of polypropylene. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 64(6), 451-454.
- [48]Castro, C., & Delgado, F. (2016). Obtenido de La nanocelulosa: Propiedades y Aplicaciones: www.ineel.mx/boletin022016/divulga.pdf
- [49]Franco, A. G., Yépes, N. M., & Sánchez, A. V. (2009). Pretratamientos de la celulosa y biomasa para la sacarificación. *Scientia et technica*, 15(42), 284-289.
- [50]Groover, M. P. (2007). *Fundamentos de manufactura moderna: materiales, procesos y sistemas*. México: McGraw-Hill.

- [51] Klein, P. (2009). Fundamentals of plastics thermoforming. *Synthesis Lectures on Materials Engineering*, 1(1), 1-97.
- [52] Miravete, A., & Castejón, L. (2002). Materiales compuestos. *Temas de disseny*, 123-139.
- [53] Guanochanga, P., Guillermo, J., Caisatoa, V., & Julio, P. (2017). Caracterización de Compuestos de Polipropileno Reforzados con Polvo de Bambú y Nanoarcillas Obtenidos Mediante Extrusión e Inyección (Bachelor's thesis, Quito, 2017.).
- [54] Villamar Cabezas, D. E. (2013). Caracterización de materiales compuestos lignocelulósicos obtenidos mediante extrusión (Bachelor's thesis, QUITO/EPN/2013).
- [55] Castro Revelo, J. F., & Fajardo Pruna, C. A. (2014). Obtención y caracterización de compuestos de polipropileno reforzado con nanoarcillas mediante extrusión e inyección (Bachelor's thesis, Quito: EPN, 2014.).
- [56] ASTM International. ASTM D3039/D3039M-17 Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. West Conshohocken, PA; ASTM International, 2017. doi: https://doi.org/10.1520/D3039_D3039M-17
- [57] ASTM International. ASTM D7264/D7264M-15 Standard Test Method for Flexural Properties of Polymer Matrix Composite Materials. West Conshohocken, PA; ASTM International, 2015. doi: https://doi.org/10.1520/D7264_D7264M-15
- [58] ASTM International. ASTM D5420-16 Standard Test Method for Impact Resistance of Flat, Rigid Plastic Specimen by Means of a Striker Impacted by a Falling Weight (Gardner Impact). West Conshohocken, PA; ASTM International, 2016. doi: <https://doi.org/10.1520/D5420-16>
- [59] ASTM International. ASTM C373-18 Standard Test Methods for Determination of Water Absorption and Associated Properties by Vacuum Method for Pressed Ceramic Tiles and Glass Tiles and Boil Method for Extruded Ceramic Tiles and Non-tile Fired Ceramic Whiteware Products. West Conshohocken, PA; ASTM International, 2018. doi: <https://doi.org/10.1520/C0373-18>

ANEXOS:

**ANEXO I.
FICHA TÉCNICA DEL POLIPROPILENO**

PH 1310

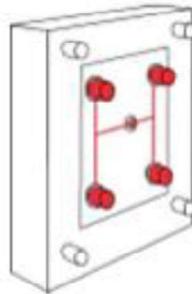
www.petroquim.cl

POLIPROPILENO HOMOPOLIMERO

Indicado para moldeo por inyección. De fácil procesabilidad, posee una adecuada estabilidad durante el proceso, buena rigidez y balance de propiedades mecánicas. Recomendado para piezas de uso general con mediano espesor de pared.

APLICACIONES

INYECCION



Artículos domésticos, utensilios de cocina
Potes y bandejas para alimentos
Tapas y juguetes

RECOMENDACIONES DE PROCESAMIENTO

INYECCION

Alimentación	180 °C
Tornillo	190 a 220 °C
Molde	20 a 60 °C

PROPIEDADES	ENSAYOS ASTM	UNIDADES	VALOR
Índice de Fluidez 2,16 kg/230 °C	D-1238/95	g/10 min	13
Temperatura de Ablandamiento VICAT (1 kg)	D-1525/97	°C	154
Temperatura de Deformación Térmica – HDT (455 kPa)	D-648/97	°C	95
Resistencia al Impacto IZOD a 23 °C	D-256/93	J/m	34
Resistencia a la Tracción (en el punto de fluencia)	D-638/97	MPa	34
Elongación (en el punto de fluencia)	D-638/97	%	12
Módulo de Elasticidad en Flexión	D-790/97	MPa	1.500

La Densidad de todos los grados de polipropileno producidos por Petroquim S.A. se encuentran en el rango de 0,905 +/- 0,005 g/cc

ANEXO II.
PLANOS DEL MOLDE

ANEXO III.

DENSIDAD TEÓRICA DEL MATERIAL COMPUESTO

A continuación, se presenta la Ecuación 6.1 con la que se calculó la densidad teórica del material compuesto.

$$\rho_T = \vartheta_{CA} * \rho_{CA} + \vartheta_{PP} * \rho_{PP} \quad (6.1)$$

Donde:

ρ_T = Densidad teórica

ϑ_{CA} = Fracción volumétrica de la cascarilla de arroz

ρ_{CA} = Densidad promedio de la cascarilla de arroz

ϑ_{PP} = Fracción volumétrica del polipropileno

ρ_{PP} = Densidad del polipropileno

Ejemplo de cálculo:

Densidad de cascarilla de oryza sativa; tamiz número 140 - tamaño de partícula 106 μm .

$m_1 = 49$ [g] Masa del picnómetro

$m_2 = 56,1$ [g] Masa del picnómetro + polvo de cascarilla seco

$m_3 = 102,9$ [g] Masa del picnómetro + polvo de cascarilla seco + agua destilada

$m_4 = 100,4$ [g] Masa del picnómetro + agua destilada

Según la norma ASTM C373 – 88 se asume que 1 gramo de agua equivale a 1 centímetro cúbico.

$$Volumen_{CA} = (m_4 - m_1) - (m_3 - m_2)$$

$$V_{CA} = (100,4 - 49) - (102,9 - 56,1)$$

$$V_{CA} = (51,4) - (46,8)$$

$$V_{CA} = 4,6$$

$$\rho_{CA} = \frac{m \text{ [g]}}{V_{CA} \text{ [cm}^3\text{]}}$$

$$\rho_{CA} = \frac{49}{4,6} \left[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right]$$

$$\rho_{CA} = 10,652 \left[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right]$$

Para un compuesto al 5% en peso.

$$\rho_T = \vartheta_{CA} * \rho_{CA} + \vartheta_{PP} * \rho_{PP}$$

$$\rho_T = 0,05 * 10,652 \left[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right] + 0,85 * 0,905 \left[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right]$$

$$\rho_T = 1,302 \left[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right]$$

ANEXO IV.

RESEULTADOS DE LOS ENSAYOS MECÁNICOS

ANEXO V.

RERESULTADOS DEL ENSAYO DE CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

COMPOSICIÓN: Polipropileno 100%

Sin título - Microsoft Office OneNote

Instrument:	NETZSCH DSC 204 F1 Phoenix	Sample name:	PP
Project:		Sample Mass:	18.22 mg
Filename:	DC-OTI-0126-2019-PP.ngb-sd7	Reference name:	
Sample identity:	DC-OTI0126-2019	Reference Mass:	0 mg
Date/Time:	13/03/2019 11:14:53	Reference Crucible Mass:	0 mg
End Date/Time:	13/03/2019 12:28:07	Material:	
Laboratory:	CIAP	Temp.Calib.:	Calibracion febrero 2019.ngb-td7
Operator:	Iván Ch	Sensitivity:	Cal marzo 2012 entalpia.ngb-ed7
Mode:	DSC	Crucible:	Pan Al, open
Measurement Type:	Sample		

Remark:

Furnace:	Standard DSC 204F1	Furnace TC:	E
Sample carrier:	DSC 204F1 1-sensor	Sample TC:	E
Measurement End:	Normal end	Crucible Mass:	39.58 mg

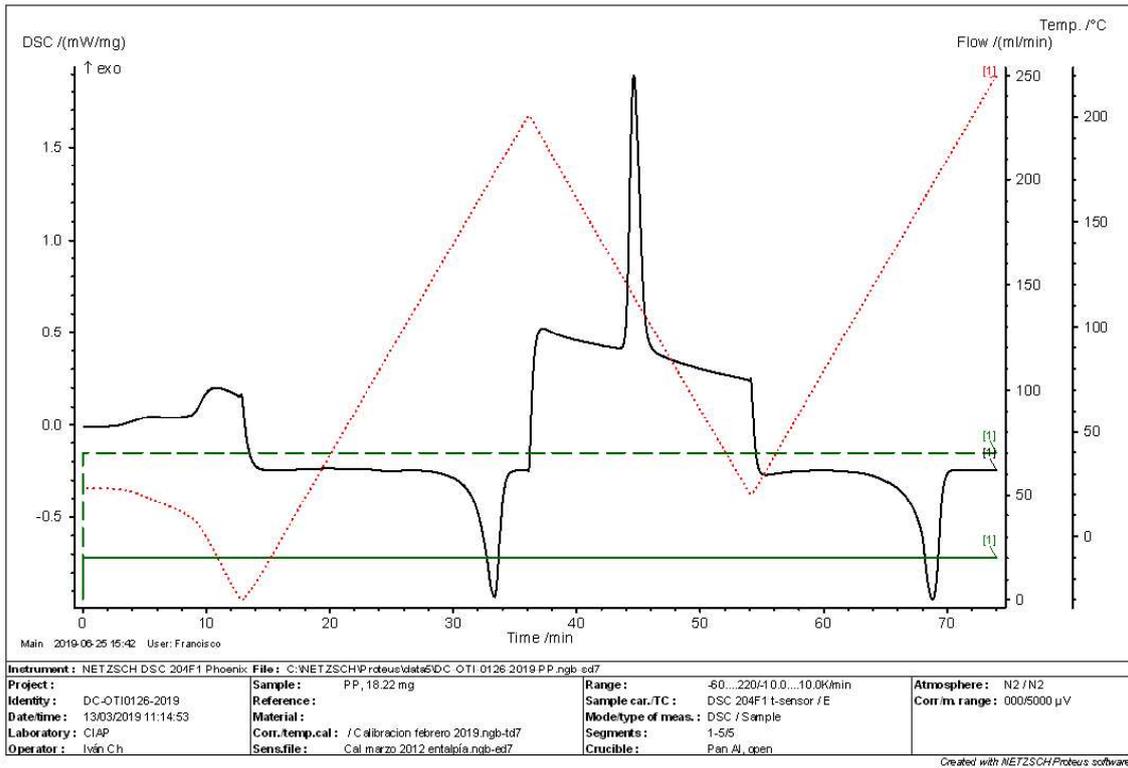
Purge 2 MFC: NITROGEN **Flow range:** 250.0 ml/min **predefined**
Protective MFC: NITROGEN **Flow range:** 250.0 ml/min **predefined**

Start criteria

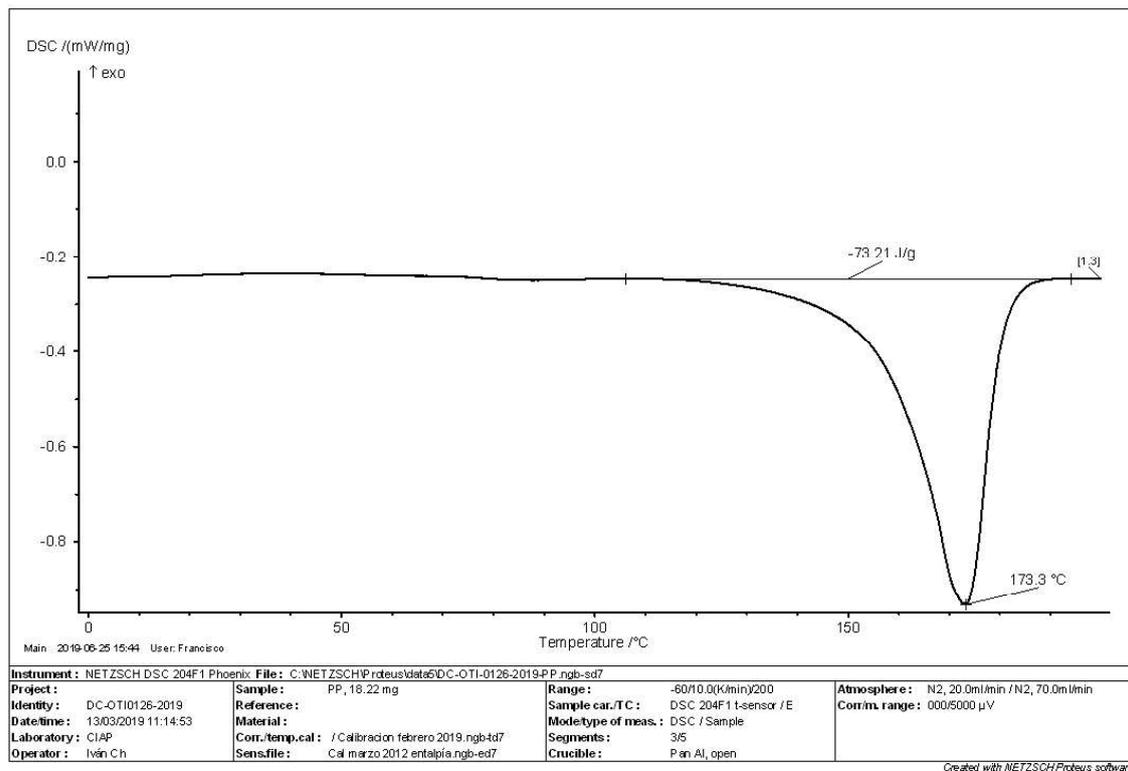
Reset after maximum standby time: No

List of temperature steps:

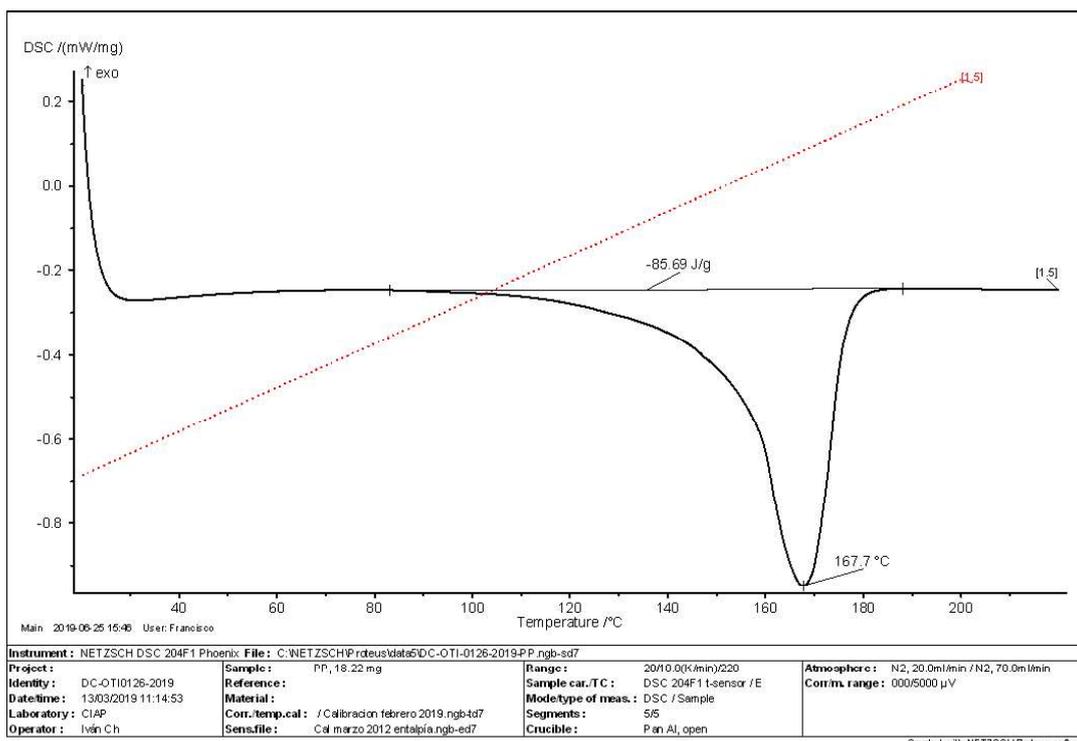
Num	Mode	Temp. °C	HR K/min	Acq Rate pts/min	Duration hh:mm	STC	P2:N2	PG:N2	IC	BC
---	Stand-by heating	20.0	40.000			1	0.0	0.0	1	0
---	Stand-by isothermal	20.0			02:00	1	0.0	0.0	1	0
1	Isothermal	20.0		150.00	00:02	1	20.0	70.0	1	0
2	Dynamic	-60.0	10.000	300.00	00:08	1	20.0	70.0	1	0
3	Dynamic	200.0	10.000	300.00	00:26	1	20.0	70.0	1	0
4	Dynamic	20.0	10.000	300.00	00:18	1	20.0	70.0	1	0
5	Dynamic	220.0	10.000	300.00	00:20	1	20.0	70.0	1	0
---	Emergency	230.0				1	20.0	70.0	1	0
---	Final stand-by heating	20.0	40.000		00:05	1	20.0	70.0	1	0
---	Final stand-by isothermal	20.0			02:00	1	20.0	70.0	1	0



Primer barrido (Borrando historial térmico)



Segundo barrido (Caso de Estudio)



COMPOSICIÓN: Tamiz 140 al 15%

¶ Sin título - Microsoft Office OneNote

Instrument:	NETZSCH DSC 204 F1 Phoenix	Sample name:	1-0-15
Project:	DC-OTI0126-2019 140-15.ngb-sd7	Sample Mass:	36.17 mg
Filename:	DC-OTI0126-2019	Reference name:	0 mg
Sample identity:	DC-OTI0126-2019	Reference Mass:	0 mg
Date/Time:	21/06/2019 9:51:22	Reference Crucible Mass:	0 mg
End Date/Time:	21/06/2019 11:04:37	Material:	
Laboratory:	CIAP	Temp.Calib.:	Calibracion febrero 2019.ngb-4d7
Operator:	Iván Ch	Sensitivity:	Cal marzo 2012 entalpia.ngb-ed7
Mode:	DSC	Crucible:	Pan Al, open
Measurement Type:	Sample		

Remark:

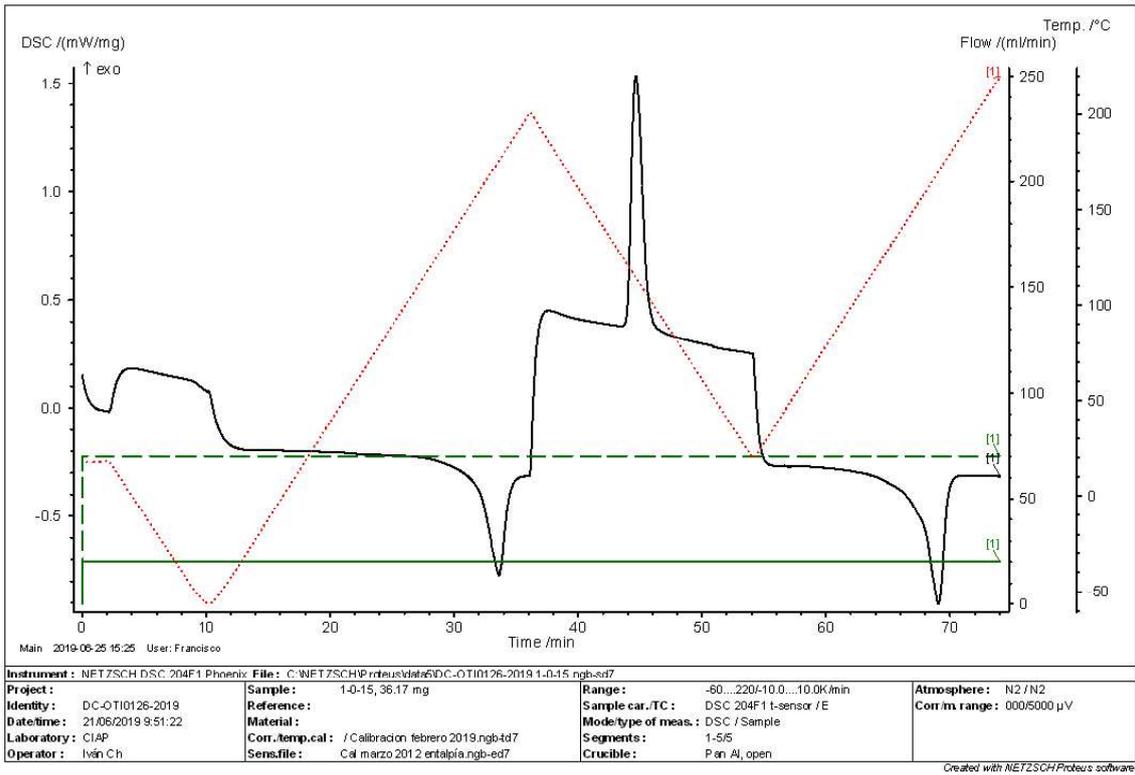
Furnace:	Standard DSC 204F1	Furnace TC:	E
Sample carrier:	DSC 204F1 t-sensor	Sample TC:	E
Measurement End:	Normal end	Crucible Mass:	39.69 mg

Purge 2 MFC: NITROGEN Flow range: 250.0 ml/min predefined
Protective MFC: NITROGEN Flow range: 250.0 ml/min predefined

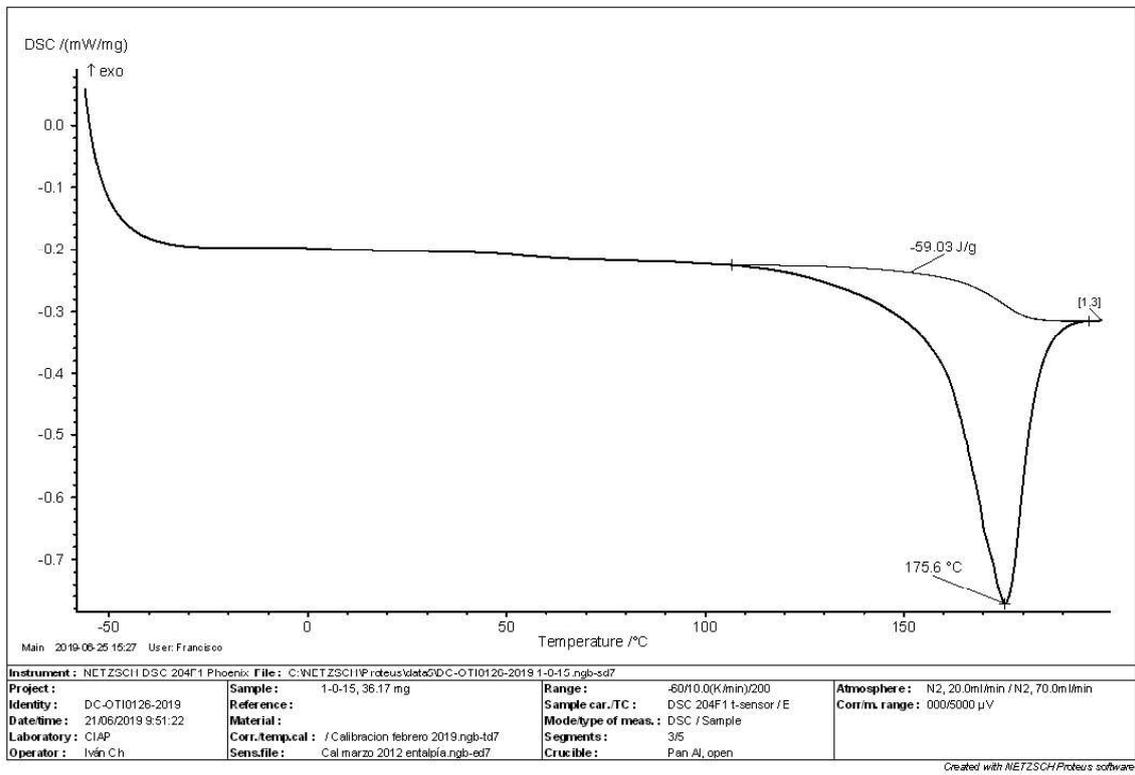
Start criteria
 Reset after maximum standby time: No

List of temperature steps:

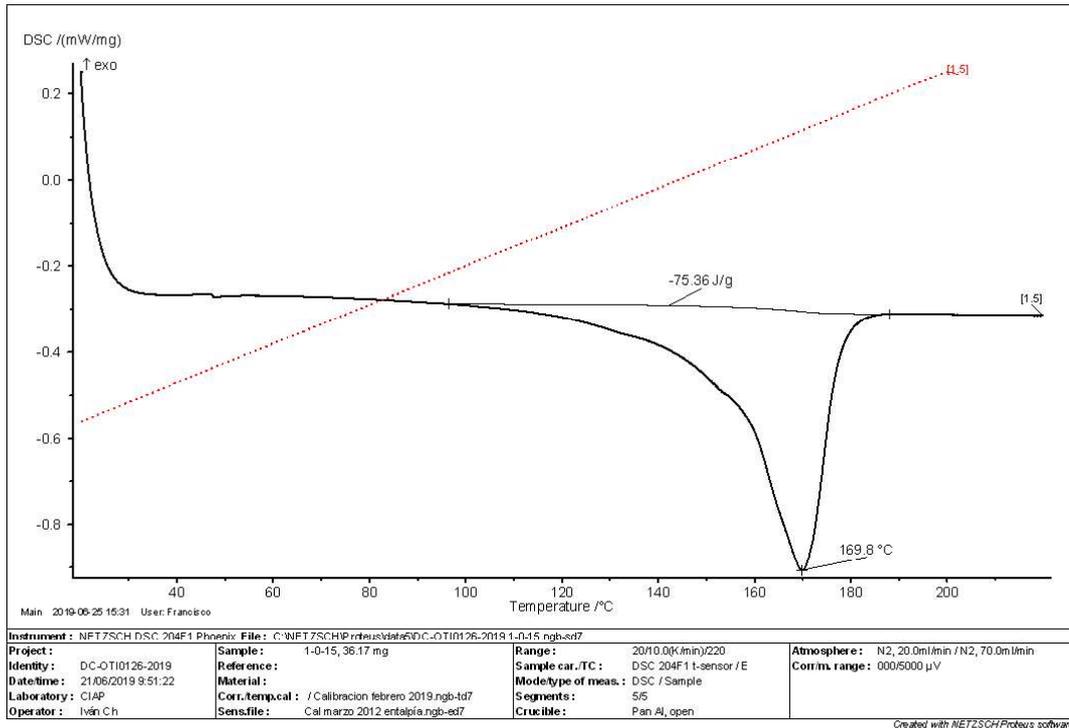
Num	Mode	Temp. °C	HR K/min	Acq.Rate pts/min	Duration hh:mm	STC	P2:N2	PG:N2	IC	BC
---	Stand-by heating	20.0	40.000			1	0.0	0.0	1	0
---	Stand-by isothermal	20.0			02:00	1	0.0	0.0	1	0
1	Isothermal	20.0		150.00	00:02	1	20.0	70.0	1	0
2	Dynamic	-60.0	10.000	300.00	00:08	1	20.0	70.0	1	0
3	Dynamic	200.0	10.000	300.00	00:26	1	20.0	70.0	1	0
4	Dynamic	20.0	10.000	300.00	00:18	1	20.0	70.0	1	0
5	Dynamic	220.0	10.000	300.00	00:20	1	20.0	70.0	1	0
---	Emergency	230.0				1	20.0	70.0	1	0
---	Final stand-by heating	20.0	40.000		00:05	1	20.0	70.0	1	0
---	Final stand-by isothermal	20.0			02:00	1	20.0	70.0	1	0



Primer barrido (Borrando historial térmico)



Segundo barrido (Caso de Estudio)



COMPOSICIÓN: Tamiz 100 al 10%

Sin titulo - Microsoft Office OneNote

Instrument:	NETZSCH DSC 204 F1 Phoenix	Sample name:	100-10
Project:		Sample Mass:	26.80 mg
Filename:	Mireya 100-10.ngb-sd7	Reference name:	
Sample Identity:	Mireya	Reference Mass:	0 mg
Date/Time:	21/06/2019 8:30:11	Reference Crucible Mass:	0 mg
End Date/Time:	21/06/2019 9:43:25	Material:	
Laboratory:	CIAP	Temp.Calib.:	Calibración febrero 2019.ngb-td7
Operator:	Iván Ch	Sensitivity:	Cal marzo 2012 entalpia.ngb-ed7
Mode:	DSC	Crucible:	Pan Al, open
Measurement Type:	Sample		

Remark:

Furnace:	Standard DSC 204F1	Furnace TC:	E
Sample carrier:	DSC 204F1 t-sensor	Sample TC:	E
Measurement End:	Normal end	Crucible Mass:	39.45 mg

Purge 2 MFC: NITROGEN **Flow range:** 250.0 ml/min **predefined**
Protective MFC: NITROGEN **Flow range:** 250.0 ml/min **predefined**

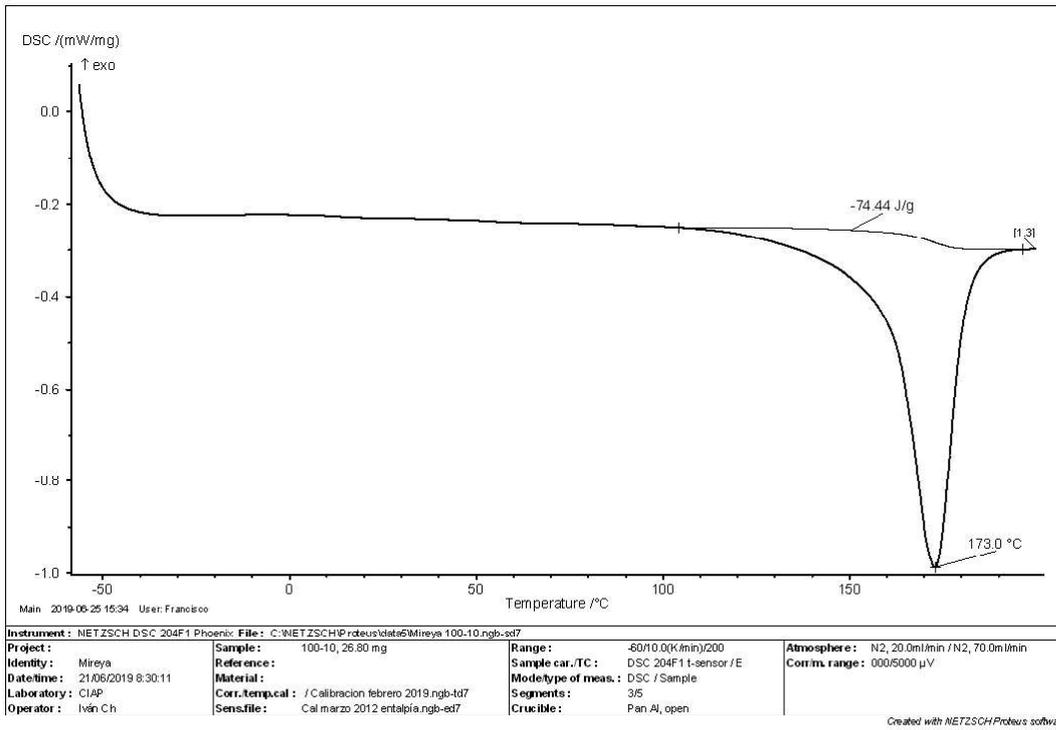
Start criteria

Reset after maximum standby time: No

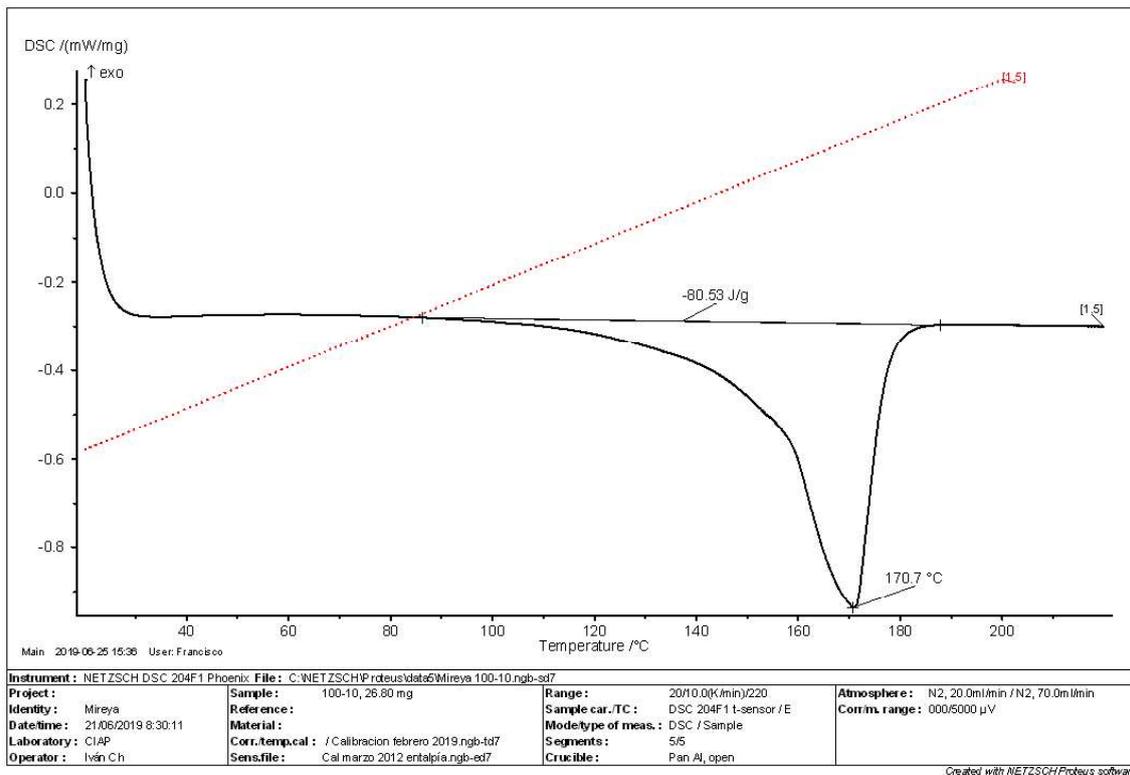
List of temperature steps:

Num	Mode	Temp. °C	HR K/min	Acq.Rate pts/min	Duration hh:mm	STC	P2:N2	PG:N2	IC	BC
---	Stand-by heating	20.0	40.000			1	0.0	0.0	1	0
---	Stand-by isothermal	20.0			02:00	1	0.0	0.0	1	0
1	Isothermal	20.0		150.00	00:02	1	20.0	70.0	1	0
2	Dynamic	-60.0	10.000	300.00	00:08	1	20.0	70.0	1	0
3	Dynamic	200.0	10.000	300.00	00:26	1	20.0	70.0	1	0
4	Dynamic	20.0	10.000	300.00	00:18	1	20.0	70.0	1	0
5	Dynamic	220.0	10.000	300.00	00:20	1	20.0	70.0	1	0
---	Emergency	230.0					20.0	70.0	1	0
---	Final stand-by heating	20.0	40.000		00:05	1	20.0	70.0	1	0
---	Final stand-by isothermal	20.0			02:00	1	20.0	70.0	1	0

Primer barrido (Borrando historial térmico)



Segundo barrido (Caso de Estudio)



ANEXO VI.

RESISTENCIA EL IMPACTO DEL MATERIAL COMPUESTO

Para calcular la resistencia al impacto se utilizó la ecuación 7.1 que corresponde a la energía absorbida por el impacto, obtenido este valor se usa la ecuación 7.2 donde se divide la energía absorbida por el impacto para el área impactada de la probeta y se obtiene el valor de resistencia el impacto.

$$MFE = hwf \quad (7.1)$$

Donde:

MFE= energía absorbida en el impacto

h= altura empleada para cada probeta

w= constante de la masa del striker (proyectil)

f=factor de confesión a Joules

f=9,80665*10⁻³

$$I = \frac{MFE(KJ)}{A(m^2)} \quad (7.2)$$

Ejemplo de cálculo:

Probeta PP_15_CA_T_60

h = 1[m]

w = 1 [Kg]

f = 9,80665 * 10⁻³ $\left[\frac{m}{s^2}\right]$

$$MFE = 1 * 1 * 9,80665 * 10^{-3} \left[\frac{m * Kg * m}{s^2}\right]$$

$$MFE = 9,80665 * 10^{-3} \left[\frac{Kg * m^2}{s^2}\right]$$

$$Joule [J] = 1 \left[\frac{Kg * m^2}{s^2}\right]$$

$$A = 0,00051942[m^2]$$

$$I = \frac{MFE(KJ)}{A(m^2)}$$

$$I = \frac{9,80665 * 10^{-3} [J]}{0,00051942[m^2]}$$

$$I = 18,87998623 \left[\frac{KJ}{m^2} \right]$$