

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL PERÚ

ESCUELA DE GRADUADOS



PONTIFICIA
UNIVERSIDAD
CATÓLICA
DEL PERÚ

ESTUDIO DEL SINTERIZADO DE MATERIALES COMPUESTOS DE POLIETILENO RECICLADO Y MADERA CAPIRONA RECUPERADA FABRICADOS MEDIANTE MOLDEO ROTACIONAL

Tesis para optar por el Título de
Magister en Ingeniería y Ciencia de los Materiales, que presenta
Adan Smith Arribasplata Seguin

Asesor:

Dr. Ing. Julio Acosta Sullcahuamán

Lima – Perú
Febrero del 2016

RESUMEN

En el 2012, el Ministerio del Ambiente presentó el cuarto informe sobre desechos sólido municipales y no municipales. Según este documento, durante el 2010, en nuestro país se generaron 613 toneladas de residuos sólidos plásticos por día. La región de Lima produce un 51,4% de los residuos plásticos totales y, dado que, solo un 31,6% de sus distritos reportaron sobre la gestión de sus residuos, entonces, la cantidad de desechos plásticos generados podría resultar ser más alta al de la cifra citada. Entonces, dado que Lima es la región que genera la mayor cantidad de desechos plásticos a nivel nacional y es, al mismo tiempo, la región donde se concentra mucha de la actividad industrial, es posible pensar en un sector industrial local que trate de reusar estos desechos y los transforme en productos con valor agregado. Así, uno de los procesos más usados a nivel industrial para la fabricación de productos huecos de gran volumen, libres de esfuerzos residuales y a bajo costo con respecto a otros procesos, es el proceso de moldeo rotacional.

En este sentido, el objetivo principal de esta investigación es estudiar el sinterizado de materiales compuestos de polietileno reciclado y madera capirona recuperada fabricados mediante moldeo rotacional con el fin de incentivar el uso de materiales alternativos, conformados a partir de materiales considerados como desechos, dentro del sector industrial.

Para cumplir con el objetivo principal, se ha estudiado el estado del arte referente al proceso de moldeo rotacional y a los materiales compuestos constituidos de plástico y madera. Se han identificado los parámetros críticos del proceso de moldeo de estos materiales tales como la temperatura y el tiempo de calentamiento y el tamaño y la proporción en volumen de las partículas de madera, a partir de los cuales, fue posible idear una metodología experimental. En base a esta metodología, se llevaron a cabo ensayos de moldeo rotacional en cuatro etapas diferentes y, en cada una de ellas, se elaboraron varios materiales compuestos según diferentes condiciones de moldeo. Al final de cada etapa, estos materiales fueron sometidos a ensayos de tracción a fin de evaluar el efecto de los parámetros del proceso sobre las propiedades mecánicas del material determinados en base a dicho ensayo de control. En la primera etapa, se determinaron las temperaturas y tiempos de calentamiento. Durante la segunda, tercera y cuarta etapa, se evaluaron el efecto de la proporción en volumen de las partículas de madera, del tamaño de partícula de madera de la temperatura, respectivamente. Los constituyentes también han sido caracterizados.

Se ha estudiado el sinterizado de materiales compuestos de polietileno reciclado y madera capirona recuperada fabricados mediante moldeo rotacional y se ha demostrado que el proceso de sinterización se realiza más eficazmente a mayor temperatura y mayor tiempo de calentamiento para una misma proporción de madera. El material de mejores propiedades mecánicas es aquel que está constituido por un 15 % en volumen de partículas de madera y ha sido moldeado a 300 °C durante 25 minutos. Asimismo, se probó que a medida que el contenido de madera aumenta, se dificulta el proceso de sinterización y disminuyen las propiedades mecánicas del material compuesto; mientras que, a medida que disminuye el tamaño de partículas de madera, las propiedades mecánicas mejoran.



DEDICATORIA

Para Maggie y Maggie Sofía

AGRADECIMIENTOS

Agradezco muy cordialmente al Fondo Nacional de Desarrollo Científico y Tecnológico (FONDECYT) que, a través del Convenio PUCP-FONDECYT 012-2013, me otorgó una beca integral para estudiar la Maestría de Ciencia e Ingeniería de los Materiales en la PUCP. Me siento orgulloso de haber formado parte de una de las primeras promociones, en nuestro país, que ha podido estudiar con fondos financiados y un sueldo justo. Esta experiencia ha sido de muy enriquecedora para mi formación profesional pues me ha permitido afianzar lo aprendido durante el pregrado y ver la ingeniería desde un punto más práctico, sin dejar de lado, el conocimiento científico y tecnológico. De la misma manera, gracias a esta oportunidad, he podido conocer a un grupo de personas maravillosas de diversas disciplinas, con quienes, he compartido aulas de clase y muchos momentos gratos.

También agradezco a INNOVATE PERÚ que, a través del Convenio 201-FINCYT-IA-2013, me dio la oportunidad de haber trabajado en un proyecto de investigación en la línea de los materiales compuestos y, con el cual, fue posible que esta investigación se llevase a cabo. En este sentido, deseo agradecer al Prof. Julio Acosta Sullcahuamán, a quien considero mi maestro y amigo, por haber depositado su confianza en mí para desarrollar la investigación, por los consejos dados y por su paciencia, dedicación y compromiso.

De la misma forma, agradezco al Sr. Jesús Gutarra, ingeniero de Alusud Perú .S.A.C., quien nos facilitó la adquisición de las tapas de polietileno, al Sr. Ignacio Ballester, gerente de la Empresa Unitrade S.A.C., quien nos brindó el servicio de pulverización de las tapas, al Sr. Eduardo Palomino, gerente de la empresa de New Imagine S.C.R.LTDA., quien nos permitió llevar a cabo los ensayos de moldeo de materiales compuestos y al Sr. Augusto Doy, gerente de la empresa R. Doy Industrial S.A.C., quien amablemente nos apoyó con la fabricación las probetas. Ellos son la prueba de que la vinculación entre empresa y universidad es posible. También Agradezco al CITE Materiales PUCP por habernos apoyado con los ensayos mecánicos y de caracterización.

De manera especial, agradezco a mi amigo, el cuasi ingeniero, Diego Méndez, por haberme apoyado a lo largo de toda la parte experimental de la investigación. A pesar de las dificultades, siempre ha mostrado mucho entusiasmo, tenacidad y ganas de trabajar. Sin su ayuda habría sido muy difícil llevar a cabo esta investigación. Gracias también a Daniel Poma, ingeniero del proyecto de investigación, quien nos apoyó con la adquisición de materiales e insumos y fabricación de los moldes.

Finalmente, agradezco a mi familia por su comprensión y paciencia. Mi gratitud hacia ustedes tiende al infinito; gracias por hacerme mejor persona.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

| | |
|-----------------------------------|-----|
| RESUMEN | i |
| DEDICATORIA | ii |
| AGRADECIMIENTOS | iii |
| ÍNDICE DE CONTENIDOS | iv |
| INTRODUCCIÓN | vii |

CAPÍTULO 1. Proceso de Moldeo Rotacional de Materiales Compuestos Constituidos por un Polímero Termoplástico y Partículas de Madera

| | |
|--|----|
| 1.1. Proceso de moldeo rotacional..... | 2 |
| 1.1. Etapas fundamentales del proceso de moldeo rotacional..... | 5 |
| A. Carga de material | 5 |
| B. Rotación de los moldes..... | 6 |
| C. Calentamiento del molde..... | 11 |
| C.1. Mecanismo de sinterizado | 15 |
| C.2. Mecanismo de densificación | 16 |
| D. Enfriamiento | 18 |
| E. Desmoldeo..... | 20 |
| 1.2. Mat. Comp. De un termoplástico y partículas de madera fabricados por rotomoldeo. | 21 |
| 1.2.1. Constituyentes de los materiales compuestos | 22 |
| 1.2.2. Materiales compuestos de plástico y madera..... | 23 |
| A. Ventajas y desventajas de los materiales compuestos de plástico y madera | 24 |
| B. Características generales de la madera como constituyente de origen natural | 25 |
| B.1. Constituyentes elementales de los materiales lignocelulosicos..... | 26 |
| B.2. Propiedades físicas y mecánicas de las fibras lignocelulosicas..... | 27 |
| B.3. Características geométricas de la madera en forma de fibras y partículas | 28 |
| C. Características generales de polietileno como matriz termoplástica | 29 |
| 1.2.3. Avances recientes en el campo de los WPC por fabricados moldeo rotacional | 31 |
| 1.3. Desechos sólidos municipales a nivel mundial y nacional | 33 |
| REFERENCIAS | 35 |

CAPÍTULO 2. Metodología Experimental

| | |
|---|----|
| 2.1. Parámetros del proceso de moldeo rotacional de materiales compuestos | 43 |
| 2.1.1. Definición de los parámetros del proceso..... | 43 |
| 2.1.2. Resumen de los parámetros con valores constantes..... | 45 |
| 2.2. Diseño de la metodología experimental | 46 |
| 2.2.1. Definiciones | 46 |
| 2.2.2. Metodología experimental..... | 46 |
| 2.3. Materiales, equipos e instrumentos. | 49 |
| 2.3.1. Materiales..... | 50 |

| | |
|---|-----------|
| A. Polietileno | 50 |
| B. Madera | 51 |
| 2.3.2. Equipos | 54 |
| A. Moldes | 54 |
| B. Equipos para caracterización de las partículas de plástico y madera | 55 |
| C. Equipo de moldeo rotacional..... | 57 |
| D. Equipo para mecanizado de probetas | 60 |
| E. Equipo de ensayo de tracción | 60 |
| 2.3.3. Instrumentos..... | 61 |
| A. Tamices..... | 61 |
| B. Balanza..... | 61 |
| C. Termocupla de espada | 62 |
| D. Termómetro infrarrojo (pirómetro) | 62 |
| 2.4. Procedimientos..... | 62 |
| 2.4.1. Caracterización de los constituyentes y materiales compuestos | 62 |
| A. Ensayo de densidad..... | 62 |
| B. Ensayos Calorimetría diferencial de barrido y análisis térmico gravimétrico | 63 |
| C. Ensayo de fotografías con microscopio electrónico de barrido..... | 64 |
| D. Ensayo de índice de fluidez..... | 65 |
| 2.4.2. Preparación de los materiales | 66 |
| A. Separación de los restos de madera capirona por tamaños | 66 |
| B. Análisis granulométrico | 67 |
| C. Cálculo de masa de partículas de plástico y madera según varias proporciones | 67 |
| D. Etiquetado | 68 |
| 2.4.3. Ensayos de moldeo..... | 70 |
| 2.4.4. Fabricación de probetas..... | 73 |
| 2.4.5. Ensayo de tracción | 77 |
| 2.4.6. Selección de valores atípicos..... | 80 |
| REFERENCIAS | 82 |

CAPÍTULO 3: Análisis y Discusión de los Resultados

| | |
|---|----|
| 3.1. Caracterización de los constituyentes..... | 86 |
| 3.1.1. Madera capirona..... | 86 |
| A. Ensayo de densidad..... | 86 |
| B. Distribución de tamaños | 87 |
| C. Forma y tamaño de las partículas | 89 |
| 3.1.2. Polietileno de alta densidad | 91 |
| A. Ensayo de índice de fluidez..... | 91 |
| B. Forma y tamaño de las partículas | 92 |
| C. Calorimetría diferencial de barrido..... | 93 |
| 3.2. Ensayos de moldeo y control..... | 96 |
| 3.2.1. Primera etapa de ensayos de moldeo..... | 96 |

| | |
|--|-----|
| 3.2.2. Segunda etapa de ensayos de moldeo | 100 |
| A. Módulo elástico..... | 108 |
| B. Resistencia máxima..... | 115 |
| 3.2.3. Tercera etapa de ensayos de moldeo | 120 |
| A. Modulo elástico..... | 122 |
| B. Resistencia máxima..... | 123 |
| 3.2.4. Cuarta etapa de ensayos de moldeo | 126 |
| A. Modulo elástico..... | 128 |
| B. Resistencia máxima..... | 130 |
| 3.3. Ensayos de caracterización de los materiales compuestos | 132 |
| 3.3.1. Análisis termogravimétrico | 132 |
| 3.3.2. Densidad | 132 |
| 3.3.3. Absorción de agua..... | 133 |
| REFERENCIAS | 134 |
| CONCLUSIONES | 139 |
| ANEXOS (Ver CD) | 141 |
| A. Resultados de los ensayos de tracción | 142 |
| A.1. Segunda etapa de moldeo..... | 142 |
| A.2. Tercera etapa de moldeo | 155 |
| A.3. Cuarta etapa de moldeo | 163 |
| B. Fotografías de la superficie interior de los materiales..... | 164 |
| B.1. Segunda etapa de moldeo | 164 |
| B.2. Tercera etapa de moldeo..... | 177 |
| B.3. Cuarta etapa de moldeo | 179 |
| C. Fotografías de la zona de fractura..... | 181 |
| C.1. Segunda etapa de moldeo | 181 |
| C.2. Tercera etapa de moldeo..... | 183 |
| C.3. Cuarta etapa de moldeo | 185 |

INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos constituidos de un polímero termoplástico como matriz y madera se conocen universalmente como materiales compuestos de plástico y madera (*wood plastic composites* - WPC). El uso de estos materiales nació como una idea innovadora en Italia en el año 1970, donde la empresa G.O.R. *Applicazioni Speciali SpA* fabricó, por primera vez, paneles para puertas de automóviles y paneles para techos constituidos en un 50% de un polímero termoplástico y un 50% de madera. En los años 90, el empleo de estos materiales se popularizó en los Estados Unidos y, para comienzos del siglo 21, su uso se propagó en mercados tan importantes como los de India, Singapur, Malasia, Japón y China. Desde entonces, esta clase de materiales compuestos se presentan, frente a los materiales compuestos convencionales, como materiales alternativos versátiles, ecológicos, sostenibles, durables y libres de componentes tóxicos [Pritchard, 2014].

Dentro del contexto de la Pontificia Universidad Católica del Perú, se inicia una línea de investigación de WPC con el proyecto *Quachu Kullu*, que nace a raíz de la alarmante y creciente producción de residuos sólidos municipales en nuestro país, y cuyo objetivo principal es estudiar materiales compuestos de plástico reciclado y madera recuperada obtenidos por diversos procesos de conformado. En este sentido, el proyecto pretende propiciar el uso de estos materiales compuestos como una alternativa frente a los materiales convencionales de construcción tales como la madera y promover el uso de los residuos de plástico y de madera generados por la población. Los materiales compuestos de plástico y madera, en comparación con los materiales clásicos de construcción, tienen aceptables propiedades mecánicas, son de fácil conformabilidad y de alta disponibilidad. Asimismo, los productos fabricados con estos materiales tienen un buen acabado superficial, no necesitan ser pintados, son resistentes a las termitas y a la humedad, son estéticos y económicos.

Existen muchos procesos de conformado de plásticos; sin embargo, uno de los procesos más utilizados en la industria para fabricar piezas huecas de diversos tamaños y formas, libres de esfuerzos residuales y de poca responsabilidad mecánica es el proceso de moldeo rotacional. Para producir artículos de plástico mediante este proceso, se introduce una determinada cantidad de material plástico, que puede ser sólido (polvo o gránulos) o líquido, dentro de un molde. Luego, el molde se rota en dos ejes perpendiculares a bajas velocidades y, al mismo tiempo, se calienta para que el material pueda fluir, se adhiera a toda la superficie interior del molde y forme una capa delgada. Cuando el material está bien distribuido sobre toda la superficie y alcanza un estado en el que ya no puede seguir fluyendo, se enfría adecuadamente y el producto puede ser retirado del molde. La ventaja del proceso de moldeo rotacional es que se logra una distribución homogénea del material debido al movimiento biaxial del molde.

Para cumplir con el objetivo principal del proyecto de investigación *Quachu Kullu*, el cual es promover el uso de nuevos materiales frente a los materiales clásicos de construcción así como incentivar el uso de residuos sólido como materia prima para contribuir con el cuidado del medio ambiente y el desarrollo sostenible, el presente trabajo de tesis pretende:

Estudiar el sinterizado de materiales compuestos de polietileno reciclado y madera capirona recuperada fabricados mediante moldeo rotacional.

De la misma forma, los objetivos específicos de la presente investigación son:


- Investigar el estado del arte referido al proceso de moldeo rotacional y a los materiales compuestos de polímeros termoplásticos y madera, también conocidos como *wood plastic composites* (WPC).
- Elaborar una metodología experimental adecuada que contemple los parámetros del proceso de moldeo rotacional y los parámetros de fabricación del material compuesto.
- Caracterizar el polietileno reciclado y la madera capirona recuperada, que son los constituyentes esenciales del material compuesto, mediante ensayos normalizados.
- Realizar pruebas del moldeo rotacional para determinar los parámetros del proceso de sinterizado de muestras de sección cilíndrica de acuerdo a lo establecido en el metodología experimental y variando principalmente el contenido y tamaño de la partículas de la madera.
- Fabricar probetas a partir de las muestras obtenidas por proceso de moldeo rotacional para llevar a cabo la caracterización de los materiales compuestos moldeados según la metodología experimental.
- Evaluar las diferentes propiedades físicas del material compuesto, principalmente las propiedades térmicas y mecánicas, mediante ensayos normalizados.
- Analizar y discutir los resultados.

Para cumplir con los objetivos de la investigación, el presente trabajo se desarrollará en 3 capítulos: Capítulo 1: Proceso de Moldeo Rotacional de Materiales Compuestos Constituidos por un Polímero Termoplástico y Partículas de Madera, Capítulo 2: Metodología Experimental y Capítulo 3: Análisis y Discusión de los Resultados.

En el capítulo 1, se describirán los aspectos tecnológicos relacionados al proceso de moldeo rotacional. En este sentido, se definirá el proceso de moldeo, se especificaran sus ventajas y desventajas y describirán, con cierto detalle, las etapas del proceso y los parámetros asociados a cada etapa. Asimismo, se las características generales de los materiales compuestos de plástico y madera y de sus constituyentes. Al final del capítulo, se especificaran algunas cifras sobre desechos sólidos municipales a nivel mundial y nacional.

En el capítulo 2, se identificarán los parámetros importantes del proceso de moldeo rotacional de materiales compuestos de plástico y madera. En base, a estos se diseñará una metodología experimental que permita elaborar, ordenadamente, varios materiales compuestos bajo diferentes condiciones de moldeo. Se describirán los materiales, equipos, instrumentos y procedimientos necesarios para llevar a cabo la fabricación y estudio de dichos materiales.

En el capítulo 3, se analizarán y discutirán los resultados obtenidos. Del mismo modo, se identificarán aquellos materiales con las mejores propiedades y características y se especificaran las condiciones bajo las cuales deben ser fabricados.



Capítulo 1

Proceso de Moldeo Rotacional de Materiales Compuestos Constituidos por un Polímero Termoplástico y Partículas de Madera

En este capítulo, se llevará a cabo una revisión bibliográfica relacionada con el proceso de moldeo rotacional y los materiales compuestos constituidos por un polímero termoplástico y partículas de madera. En primer lugar, se describirán varios aspectos técnicos y fenomenológicos del proceso de moldeo rotacional de materiales en forma de partículas. Se hará una descripción de las etapas fundamentales del proceso y la transformación de la materia prima a lo largo de cada uno de ellos. Luego, se presentarán algunos aspectos importantes sobre los constituyentes de los materiales compuestos tales como sus características generales y propiedades. También se especificarán las ventajas y desventajas de los materiales compuestos de plástico y madera (*wood plastic composites - WPC*). Finalmente, se resumirán algunas investigaciones importantes en la línea de los WPC y se presentarán algunas cifras de residuos sólidos mundiales y nacionales.

1.1. Proceso de moldeo rotacional

El proceso de moldeo rotacional, conocido también como rotomoldeo, es un proceso de manufactura del área de los polímeros que se utiliza para la fabricación de productos huecos de plástico a bajas presiones y altas temperaturas [1]. Aunque dichos productos pueden ser manufacturados por otros procesos como el moldeo por inyección, el moldeo por soplado o el moldeo por termoformado, el proceso de moldeo rotacional permite la fabricación de piezas de gran volumen, hechas de un solo cuerpo y libres de esfuerzos residuales a costos relativamente bajos [2,3].

En esencia, el proceso de moldeo rotacional convencional consiste en introducir una determinada cantidad de polímero, cuyo aspecto puede ser pulverulento, granular o el de un fluido viscoso, dentro de un molde hueco de pared delgada; dicho molde se rota simultáneamente en dos ejes perpendiculares entre sí y a bajas velocidades de tal forma que el polímero suministrado siempre permanece en el fondo del molde; al mismo tiempo, el molde se calienta para que su contenido fluya y se adhiera sobre la superficie interior del molde hasta formar una capa uniforme; en este punto, se detiene el calentamiento del molde y este se enfría con agua, aire o una combinación de ambos; durante esta etapa, el molde debe permanecer girando para que el polímero conserve la forma deseada a medida que solidifica. Cuando el polímero tiene la rigidez suficiente, cesa la rotación y enfriamiento del molde y el producto obtenido puede ser retirado [4-8]. Según la descripción anterior, el proceso de moldeo rotacional está constituido de 4 etapas básicas: (a) Carga del material en el molde, (b) Calentamiento/Rotación del molde y su contenido, (c) Enfriamiento/Rotación del molde y su contenido y (d) Desmoldeo del producto. La figura 1.1 muestra esquemas de las etapas del proceso de moldeo rotacional convencional descrito.

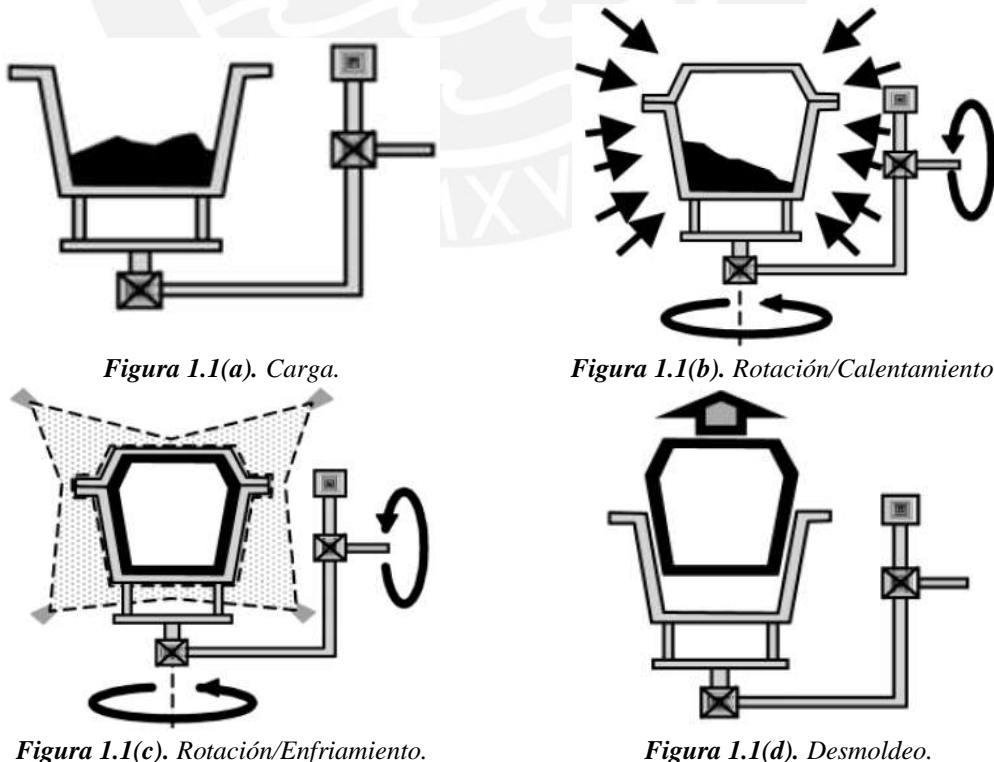


Figura 1.1. Etapas del proceso de moldeo rotacional [4].

A diferencia de los otros procesos de moldeo, el moldeo rotacional se caracteriza porque tanto el polímero como el molde se calientan desde la temperatura ambiente hasta la temperatura de fusión del material plástico; luego, el molde y su contenido se enfrían nuevamente hasta la temperatura ambiente. Con frecuencia, los únicos parámetros del control del proceso son la temperatura de la cámara de calentamiento, el tiempo de calentamiento y la velocidad de enfriamiento. Cada una de estas variables tiene cierta influencia sobre las propiedades del producto final; así por ejemplo, si la temperatura y tiempos de calentamiento son muy cortos, las partículas de plástico no se consolidarán adecuadamente y, consecuentemente, el producto final tendrá baja resistencia, poca rigidez y baja dureza. Por otro lado, si la temperatura y tiempo de calentamiento son altos, el polímero sufre degradación térmica y el producto final es frágil y poco resistente [3]. Por lo general en la industria, los parámetros de control del proceso se obtienen por ensayo y error [9]. Sin embargo, se ha demostrado que la medición de la temperatura del aire al interior del molde a lo largo del proceso es una herramienta que permite observar en tiempo real las etapas claves por las que pasa el polímero hasta consolidarse [10-12]; de esta manera es posible obtener productos de buenas características controlando adecuadamente este parámetro.

Es importante resaltar que durante proceso de moldeo, la fuerza centrífuga sobre el material polimérico tiene un efecto despreciable debido a las bajas velocidades con las que el molde gira. En este sentido, dicha fuerza no es la responsable de la adherencia del polímero sobre la superficie interna del molde. Como las velocidades son bajas, polímero tiende a quedarse en la parte inferior del molde y forma una especie de piscina que está, constantemente, mezclándose y revoloteando en un efecto tipo cascada. De esta manera, la adherencia del material, sobre una determinada área de la superficie interior del molde, dependerá de la frecuencia con la dicha área pase por el fondo de la piscina. Esta frecuencia depende un parámetro conocido como razón de velocidad, la cual relaciona las velocidades de giro principal y secundario del sistema de rotación [13].

Cuando el molde rota dentro de la cámara de calentamiento, y la superficie interior del mismo alcanza cierta temperatura, el material encerrado, en estado pulverulento o granular, se torna pegajoso (viscoso); en este punto, las partículas han empezado a adherirse unas con otras y a la superficie interior del molde como resultado del calor recibido y, poco a poco, van formando una película uniforme y porosa sobre la superficie. El mecanismo por el cual, las partículas pasan a formar una película homogénea y en donde se invierte buena gran parte del tiempo de calentamiento, se conoce como sinterizado [14-16]. Dentro de la película, existen cúmulos irregulares de gases que han quedado atrapados, los cuales adquieren, lentamente, forma esférica y, debido a la transferencia de calor, van desapareciendo a medida que el tiempo avanza. La viscosidad de la película impide que estas burbujas difundan por lo que éstas permanecen donde se formaron y van disminuyendo de tamaño a lo largo del tiempo [17,18]. Las burbujas también se usan como un indicador de calidad, así por ejemplo, si hay muchas a lo largo del espesor del producto, entonces, el tiempo de calentamiento fue muy corto. En caso contrario, si hay pocas burbujas, entonces, el tiempo de calentamiento fue muy largo. Lo adecuado es que el producto contenga un pequeño número de burbujas cerca de su superficie interior.

Aunque el tiempo de calentamiento es el adecuado, la forma de enfriamiento tiene una influencia significativa en la calidad del producto final. Dado que el enfriamiento, se da afuera hacia adentro es posible que el producto final se distorsione y encoja drásticamente debido a la diferencia de propiedades térmicas entre el molde y el polímero [19]. La microestructura del polímero se forma durante la etapa de enfriamiento, así un polímero enfriado con aire tendrá diferentes propiedades mecánicas a que si es enfriado con agua. Un enfriamiento lento, o con aire, mejora la resistencia del material, pero reduce su resistencia al impacto; en contraste, un enfriamiento rápido, o con agua, disminuye la rigidez del producto y la dureza del material, pero se mejora la resistencia al impacto [20,21].

Aunque el proceso de moldeo rotacional parece sencillo a simple vista, hay muchos aspectos complejos que deben ser entendidos para conseguir productos de buenas características. Para ello, es necesario conocer que ocurre en cada etapa del proceso y, más importante, es crucial no solo controlar los parámetros del proceso sino también monitorear la calidad del producto final, pues es el único indicador de que los parámetros empleados son los más adecuados. En la actualidad, es posible conocer y cuantificar lo que ocurre en cada etapa del proceso debido al avance tecnológico con lo cual el proceso de moldeo rotacional se sitúa en una etapa de apogeo [11].

El proceso de moldeo rotacional presenta una serie de ventajas respecto a otros procesos de manufactura de productos plásticos, las más importantes son [6]:

- Se pueden fabricar productos huecos y de gran tamaño volumen de una sola pieza sin emplear ningún tipo de unión.
- Los moldes para moldeo rotacional son menos costosos que los moldes de procesos de manufactura a altas presiones.
- Todo el material depositado en el molde se queda en el producto por lo que las mermas son mínimas o casi no existen. Existe un ahorro significativo de material debido a que el producto final es hueco.
- Formas complejas pueden ser moldeadas con buen acabado superficial.
- Es posible conseguir productos libres de esfuerzos residuales debido a que, durante la etapa de calentamiento, los esfuerzos cortantes sobre el material son muy bajos y, durante la etapa de enfriamiento, la temperatura se disminuye controladamente.
- Productos diferentes pueden ser moldeados juntos en el mismo equipo.
- Insertos prefabricados de plástico o metal se usan con frecuencia durante la etapa de moldeo y, dado que sus dimensiones no se ven afectadas, forman parte del producto final tal y como se ensamblaron al molde.
- Se pueden moldear productos de doble pared. Asimismo, el proceso permite la fabricación de productos compuestos por múltiples capas.
- No hay límites en cuanto a la forma del producto que se desea fabricar.

Sin embargo, este proceso también tiene una serie de limitaciones [6]:

- Los tiempos de manufactura son largos y la eficiencia térmica del proceso es baja dado que el molde se calienta y enfría cíclicamente.
- Las etapas de carga y descarga de los moldes pueden resultar muy complicadas y requieren mucha mano de obra.
- La variedad de materiales para moldes es limitada. No todas las resinas pueden ser moldeadas.
- El costo del material plástico es relativamente alto debido a que debe ser pulverizado a bajas temperaturas para obtener partículas finas.
- Algunos elementos geométricos, tales como nervios, son difíciles de moldear. Paredes planas y largas son propensas a sufrir alabeos.
- Variaciones drásticas de espesor en un mismo producto son difíciles de manejar. La variación promedio del espesor puede llegar a ser $\pm 5\%$ en el mejor de los casos.
- Se debe considerar la contracción del material plástico en el diseño del molde.
- La presencia de burbujas en un proceso de moldeo rotacional convencional es inevitable y un alto contenido de estas influye negativamente sobre las propiedades mecánicas. La eliminación completa de las burbujas implica largos tiempo de calentamiento y en ocasiones esto puede suponer la degradación parcial del material.

1.1.1. Etapas fundamentales del proceso de moldeo rotacional

El proceso de moldeo rotacional está constituido de 4 etapas básicas: 1.1.1. Carga del material en el molde, 1.1.2. Calentamiento/Rotación del molde, 1.1.3. Enfriamiento/Rotación del molde y 1.1.4. Desmoldeo del producto. Cada una será descrita con cierto detalle a fin de comprender mejor cómo funciona el proceso de moldeo e identificar los parámetros críticos que lo dominan.

A. Carga de material

Consiste en vaciar una determinada cantidad de material polimérico dentro del molde. Esto se lleva a cabo de forma manual o asistida y depende básicamente del estado físico del material. Si se conoce la cantidad de material a depositar y el material es pulverulento, se emplea una báscula para medir la masa necesaria; dicha masa se posita a mano dentro del molde como se muestra en la figura 1.2(a). En cambio, si el material es líquido se emplea un dosificador, como el de la figura 1.2(b), para vaciar el material dentro del molde; en este caso, la dosificación es asistida. Como el dosificador usa un pistón para desplazar el fluido hasta la tobera de salida, la cantidad de material se mide por volumen. Vale resaltar que también existen dosificadores para materiales pulverulentos.

Un paso crítico de esta etapa consiste en relacionar la masa necesaria para fabricar un producto cualquiera con su espesor. El espesor debe ser calculado siguiendo un análisis de esfuerzos mecánicos a fin de que el producto cumpla su función sin fallar. Según la complejidad del problema, es posible emplear el método de los elementos finitos para calcular el espesor mínimo de un producto [22]. Asimismo, si el molde ha sido diseñado con un software CAD, es posible conocer el área superficial interior del molde y como su valor

es casi idéntico al del área superficial exterior del producto¹, entonces, el volumen se puede aproximar multiplicando el espesor calculado y dicha área. Como la densidad del material tiene un valor conocido, la masa requerida puede ser calculada con bastante precisión. Por otra parte, si el producto tiene forma irregular, no es tan sencillo calcular la masa y, básicamente, se estima por ensayo y error [9]. Esto puede demandar mucho tiempo e implica desperdicio de material por lo que siempre es recomendable tratar de estimar la masa requerida. Lo práctico es simplificar la forma del producto para calcular el volumen y la masa; con esta masa, se moldea el producto y se verifica que cumpla con las características establecidas. En todo caso, ya sea que el producto tenga forma regular o irregular, lo recomendable es calcular el volumen, aunque no siempre es sencillo, y relacionarlo con la masa usando la densidad del material polimérico.



Figura 1.2(a). Carga manual [1].



Figura 1.2(b). Carga asistida [23].

Figura 1.2. Carga del material.

En general, la carga material es un proceso que requiere mucha mano de obra pues los moldes se abren y cierran sin el uso de equipos especiales. Para aliviar el trabajo, se suelen emplear pistolas neumáticas y dispositivos de sujeción rápida (*clamping devices*), pero a pesar de esto, el trabajo manual es arduo. Durante esta etapa, también se limpian e inspeccionan los molde, se agregan insertos metálicos o plásticos según se requiera y se instalan tubos de ventilación. También, se suelen emplear agentes desmoldantes [42] sobre la superficie interior del molde y moldes con ángulos de desmoldeo para facilitar la extracción del producto [50].

B. Rotación de los moldes

Una de las características que diferencia al proceso de moldeo rotacional es que los moldes giran simultáneamente en dos ejes mutuamente perpendiculares durante las etapas de calentamiento y enfriamiento; a esta forma particular de rotar también se le conoce como rotación biaxial. Durante la etapa de calentamiento, la rotación posibilita una distribución uniforme del material a lo largo de la superficie interior del molde, mientras que, durante la

¹ La diferencia de áreas se debe a la contracción volumétrica del producto después del enfriamiento. Asimismo, los redondeos y aristas del molde también contribuyen con esta diferencia ya que el material no puede fluir adecuadamente en dichas zonas y, por tanto, no es capaz de cubrir toda la superficie del molde [4, p.346-348].

etapa de enfriamiento, permite que el producto consolidado mantenga la forma que alcanzó al culminar la etapa de calentamiento.

El proceso de moldeo rotacional parece a simple vista un proceso de moldeo centrífugo debido al giro biaxial, pero no es así. Como el centro de masa de los moldes, en la mayoría de casos, no pasa por la intersección de los ejes de rotación y las superficies de los moldes no son equidistantes respecto del centro de rotación, el proceso de moldeo rotacional no es del tipo centrífugo. Sin embargo, si las masas y/o las velocidades de giro son altas, es posible que se generen fuerzas de magnitud considerable que obligarían al material a concentrarse en zonas donde dichas fuerzas son más altas, por lo que, el producto final carecería de un espesor uniforme. En estos casos, se debe tener mucho cuidado ya que la aparición de fuerzas inesperadas podría causar daños al equipo de moldeo y a las personas que lo operan. Asimismo, se debe asegurar que las velocidades de giro sean constantes a lo largo del proceso por lo cual es indispensable que sean monitoreadas continuamente con el fin de asegurar que se mantengan en el tiempo. Moldes con masas desbalanceadas pueden causar cambios en las velocidades de giro por lo que deben ser corregidos.

El giro biaxial de los moldes se logra con la combinación de un sistema de rotación principal (brazo o sistema polar) y un sistema de rotación secundario (plato o sistema ecuatorial). Ambos sistemas pueden ser combinados de dos formas como se muestra en la figura 1.3. En general, el sistema de brazo recto se usa para la producción en serie de piezas de bajo volumen ya que su configuración permite ensamblar varios moldes a la vez. En cambio, el sistema de brazo acotado se usa para la producción, en menor escala, de piezas de volumen considerable.

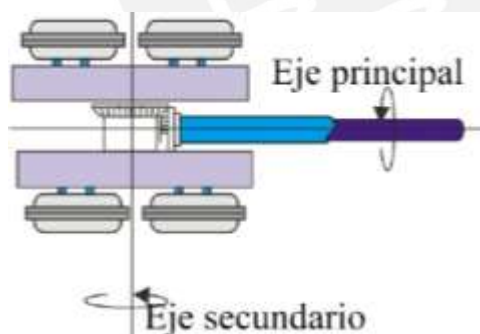


Figura 1.3(a). Brazo recto.

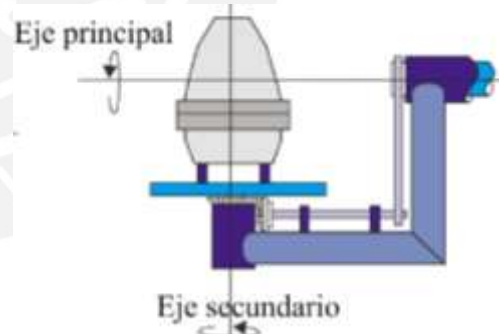


Figura 1.3(b). Brazo acotado.

Figura 1.3. Combinaciones de los sistemas de rotación principal y secundario [24].

Las velocidades del proceso son pequeñas y varían de 4 RPM a 20 RPM por lo que el material se queda en el fondo del molde y forma una especie de piscina a medida que el molde rota en el caso de materiales en estado pulverulentos y granulares [13]. Debido a esto el espesor del producto dependerá de la frecuencia con la que cada punto del molde pase por debajo de la piscina. Así las velocidades de rotación y la razón de velocidad serán los responsables de la variación de espesor a lo largo de la superficie del molde. La razón de velocidad (Ω) es un parámetro que relaciona las velocidades principal (N_p) y secundaria (N_s); se define según la ecuación 1.1:

$$\Omega = \frac{N_p}{N_S - N_p}$$
 Ecuación 1.1

La velocidad de rotación depende de las características reológicas del material en estado de fusión. Por ejemplo, un material en dicho estado con una viscosidad relativamente alta cubrirá toda la superficie interior del molde con un espesor uniforme siempre y cuando las velocidades de rotación sean bajas² [25,26]. Del mismo modo, dichas velocidades también tendrán un efecto sobre la temperatura y tiempo de calentamiento; así, una temperatura menor será necesaria para que tiempo de calentamiento sea lo suficientemente largo como para que el material pueda distribuirse uniformemente.

Por otra parte, la razón de velocidad no es un parámetro restringido a las propiedades reológicas del material, sino más bien, es un parámetro geométrico pues depende de la forma que se va a moldear. Sin embargo, debido a la naturaleza del proceso y, según la complejidad de los moldes, la razón de velocidad más adecuada para un producto se determina por ensayo y error [6]. A fin de tener una idea de las magnitudes de las velocidades y las razones de velocidad del proceso, la tabla 1.1 muestra una lista con valores típicos para estos parámetros.

Tabla 1.1. Velocidades y razones de velocidad típicas del proceso de moldeo rotacional [6]

| Formas | Razón de velocidad Ω [$\text{min}^{-1}/\text{min}^{-1}$] | Velocidad principal N_p [min^{-1}] | Velocidad secundaria N_S [min^{-1}] |
|---|--|--|---|
| Formas oblongas y cilíndricas montadas horizontalmente. | 8:1 | 8 | 9 |
| Ductos | 5:1 | 5 | 6 |
| Cubos, esferas, cajas rectangulares, formas simétricas e irregulares. | 4:1 | 8 | 10 |
| Toroides, pelotas, formas planas. | 2:1 | 6 | 9 |
| Formas moldeables con una razón 2:1 pero de espesor delgado. | 1:2 | 5 | 15 |
| Formas rectangulares chatas. | 1:3 | 4 | 15 |
| Pelotas moldeables con una razón 4:1 pero de espesor delgado. | 1:4 | 5 | 25 |
| Cilindros montados verticalmente. | 1:5 | 4 | 24 |

Debido a las bajas velocidades del proceso, un material en estado pulverulento o granular tiende a quedarse en el fondo del molde a medida que rota y forma una especie de piscina [13,27]. La piscina puede moverse de tres formas diferentes dentro del molde: (a) circulación en estado estable, (b) circulación en estado inestable y (c) circulación estacionaria; estas circulaciones se muestran en la figura 1.4. **(a) La circulación en estado estable** se caracteriza porque las partículas pueden moverse libremente una sobre otra; en este caso, la

² Aplica a polímeros en estado líquido pues presentan viscosidad. En los polímeros en estado sólido el mecanismo de formación de película es diferente y será descrito más adelante; en este caso, una velocidad baja permite que el polímero pulverulento siempre este en la parte inferior del molde.

piscina se mueve junto con el molde hasta superar el ángulo de reposo dinámico³. En este punto, una parte de la piscina se desprende de la pared del molde y cae en cascada a lo largo de la superficie de la piscina estable. Este tipo de flujo es continuo y solo puede ser alterado por la geometría del molde, fomenta una transferencia de calor óptima y permite que las partículas se mezclen bien; se observa cuando la superficie del molde es muy rugosa, las partículas de material son relativamente grandes y tienen forma esférica o de huevo cuadrado. **(b) La circulación en estado inestable o tipo avalancha** es similar a la circulación anterior, pero en este caso, el material que se desprende de la superficie del molde, después de que la piscina superó el ángulo crítico de reposo, cae sobre la superficie de la piscina estable y se forma una nueva piscina; luego, esta nueva piscina gira con el molde hasta alcanzar el ángulo crítico de reposo otra vez y todo lo anterior se repite. Este tipo de flujo es discontinuo, fomenta una transferencia de calor adecuada y permite que las partículas se mezclen relativamente bien; este flujo se observa con frecuencia cuando la piscina ha desaparecido durante la etapa de calentamiento. A diferencia de las otras, en **(c) la circulación estacionaria**, las partículas de polvo no se mueven una respecto de otra por lo que el material simplemente desliza sobre el molde. A medida que el molde gira, lleva a la piscina a un punto en el cual la fuerza fricción no es capaz de impedir que el material deslice por lo que el material regresa nuevamente al fondo del molde y lo anterior se repite otra vez. En este caso, la transferencia de calor así como la mezcla entre partículas son pobres.

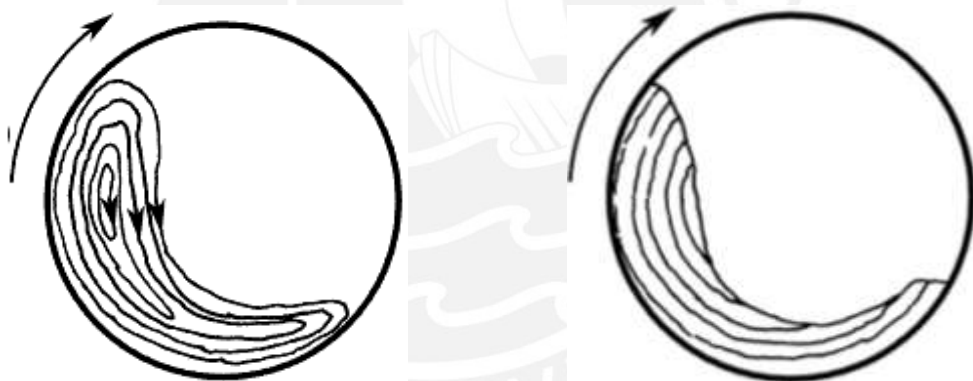


Figura 1.4(a). Circulación en estado estable

Figura 1.4(c). Circulación estacionaria

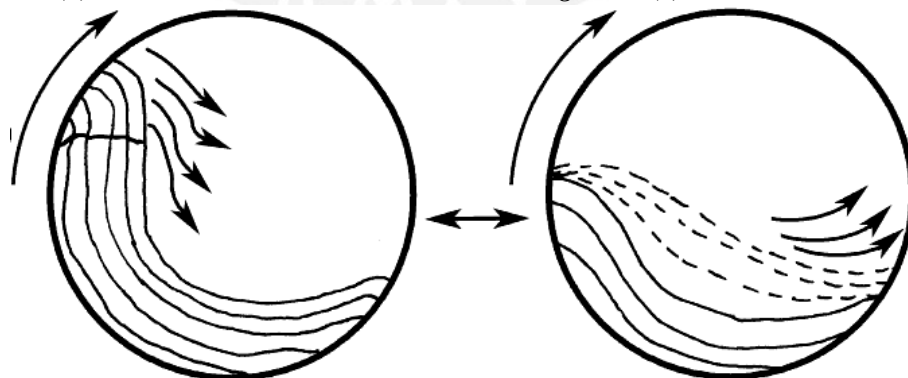


Figura 1.4(b). Circulación en estado inestable o tipo avalancha.

Figura 1.4. Tipos de flujo de material en estado pulverulento [13].

³Es el ángulo crítico, el cual es medido respecto de una línea horizontal, que alcanza un material pulverulento dentro de un cilindro giratorio sin desmoronarse [28].

Un material en estado pulverulento puede ser considerado como un sistema de múltiples partículas constituido de dos fases: aire y partículas de plástico. En este caso, los tipos de flujo que se presentan se deben a la forma y distribución de las partículas, la rugosidad del molde, la presencia de pigmentos, la rugosidad de las partículas, entre otros. Un polímero en estado líquido, en cambio, presenta solo una fase homogénea y debido a su viscosidad se adhiere a la superficie del molde desde que este último empieza a girar; por esta razón, no es posible hablar de tipos de flujo sino más bien de las etapas por las que pasa el material líquido a medida que el molde rota y se calienta⁴. Dichas etapas, las cuales se muestran en la figura 1.5, son: (a) Rotación de la piscina de material, (b) caída en cascada, (c) formación de capa, (d) fase de colapso y (e) rotación de sólido rígido [29].

Antes de la rotación, el material plástico forma una especie de piscina en el fondo del molde. Cuando el molde empieza a girar y, debido a fuerzas viscosas, **(a) la piscina rota** junto con el molde hasta alcanzar cierto nivel. En este punto, parte del material de la piscina **(b) cae en cascada** debido a que la fuerza gravitacional (peso de material que se desprende) es mayor a la fuerza viscosa. A medida que la viscosidad del material aumenta como resultado del incremento de la temperatura, **(c) una capa de material de espesor poco uniforme** se forma sobre la superficie del molde. En algunos casos, parte del material que forma el espesor del producto **(d) colapsa** en forma de hilos delgados que caen desde la parte superior del molde. Finalmente, cuando la viscosidad del material alcanza un valor tan alto que impide que el material siga fluyendo, se forma **(e) un sólido rígido**. A estas alturas, es imprescindible que todo el material que formaba la piscina líquida, esté adherido a la capa de material o en caso contrario formara bolas o cilindros.



Fig. 1.5(a). Rotación de piscina. Fig. 1.5(b). Caída en cascada. Fig. 1.5(c). Formación de capa.



Fig. 1.5(d). Fase de colapso.

Fig. 1.5(e). Rotación de sólido rígido.

Figura 1.5. Etapas de flujo de un polímero en estado líquido[29].

⁴ Las etapas de flujo en materiales en estado líquido dependen de la viscosidad del material. En este caso, la viscosidad es directamente proporcional a la temperatura y tiempo de calentamiento [25].

Ya sea que un material este en estado sólido o líquido, las velocidades de giro y la razón de velocidad tendrán un efecto directo sobre la homogeneidad del espesor a lo largo de la superficie del producto. Debido a la naturaleza del proceso, estos parámetros dependen de las características del material a emplear así como de la geometría del molde. Si bien existen recomendaciones de las velocidades que se deben usar para un determinado producto, no siempre brindan resultados satisfactorios. Así, factores como la distancia de los moldes respecto a los ejes de rotación así como la transferencia de calor en zonas intrincadas podrían repercutir en la homogeneidad del espesor de un determinado producto. En tal caso, las pruebas de ensayo y error siempre serán necesarias, con lo cual, la experiencia del moldeador es un factor crucial.

C. Calentamiento del molde

En la mayoría de casos, el proceso de moldeo rotacional implica el calentamiento de un **material pulverulento** dentro de un molde giratorio. Con mucha frecuencia, este calentamiento se da dentro una cámara de paredes aisladas⁵ tal y como se muestra en la figura 1.6. Si bien, con equipos de medición de temperatura adecuados, es posible conocer la temperatura del horno, las temperaturas superficial exterior, superficial interior y aire interior del molde, todas en función del tiempo, la curva de temperatura versus tiempo del aire interior del molde es la que proporciona la información más precisa sobre la transformación del material plástico durante el proceso [36,37]. Las curvas de temperaturas en función del tiempo que pueden ser registradas durante el proceso así como las diversas etapas por las que pasa el material plástico pulverulento hasta consolidarse, se muestran en la figura 1.7.



Figura 1.6. Equipo de moldeo rotacional en línea de la marca Ferry (in line-shuttle machine) [35]

En la figura 1.7, se observa que la temperatura de la cámara de calentamiento se fija en un valor nominal (curva N). Cuando el ciclo comienza, la temperatura del aire interior de la

⁵ El calentamiento también es posible en sistemas de moldeo sin cámara [7], los cuales se conocen como sistemas de llama abierta o *rock and roll* [30]. Otros sistemas emplean chaquetas de aceite adheridas al molde para las etapas de calentamiento/enfriamiento [31,32] o una serie de conductores eléctricos (calentamiento por efecto Joule) embebidos en un molde no metálico; dichos moldes también tienen canales que permiten el paso de fluido de enfriamiento [33,34].

cámara (curva R) crece progresivamente hasta alcanzar la temperatura nominal preestablecida. Aunque para fines prácticos, la temperatura real de la cámara se considere constante a lo largo del ciclo, en realidad, su valor fluctúa alrededor de la temperatura preestablecida, cae al abrir y cerrar las puertas y no es uniforme a lo largo de todo el volumen de la cámara; también se ha estimado que, en cámaras que emplean combustible fósil como portador de energía, solo 1,7% de la energía suministrada llega al polímero por lo que el proceso es muy ineficiente [38]. Por otro lado, en la misma figura, se observan tres curvas adicionales de temperatura en función del tiempo: temperatura exterior del molde (curva E), temperatura interior del molde (curva I) y temperatura del aire interior del molde (curva A). Dado que la superficie exterior del molde siempre está en contacto directo con el aire de la cámara, esta superficie alcanza las temperaturas más altas durante el calentamiento y las más bajas durante el enfriamiento. Asimismo, se observa que la curva I se retrasa respecto a la curva E durante el calentamiento pero dicha situación se revierte durante el enfriamiento; en ambos casos, esto se debe a que el molde ofrece una resistencia térmica al flujo de calor en todo momento. De todas las curvas, la curva de temperatura del aire interior es la más importante pues proporciona información sobre la transformación del material plástico pulverulento. Dicha transformación se desarrolla en seis, las cuales se muestran en la figura 1.7; estas etapas son: (a) Inducción (OA), (b) Sinterización (AB), (c) Densificación (BC), (d) Enfriamiento (CD), (e) Cristalización (DE) y (f) Enfriamiento (EF).

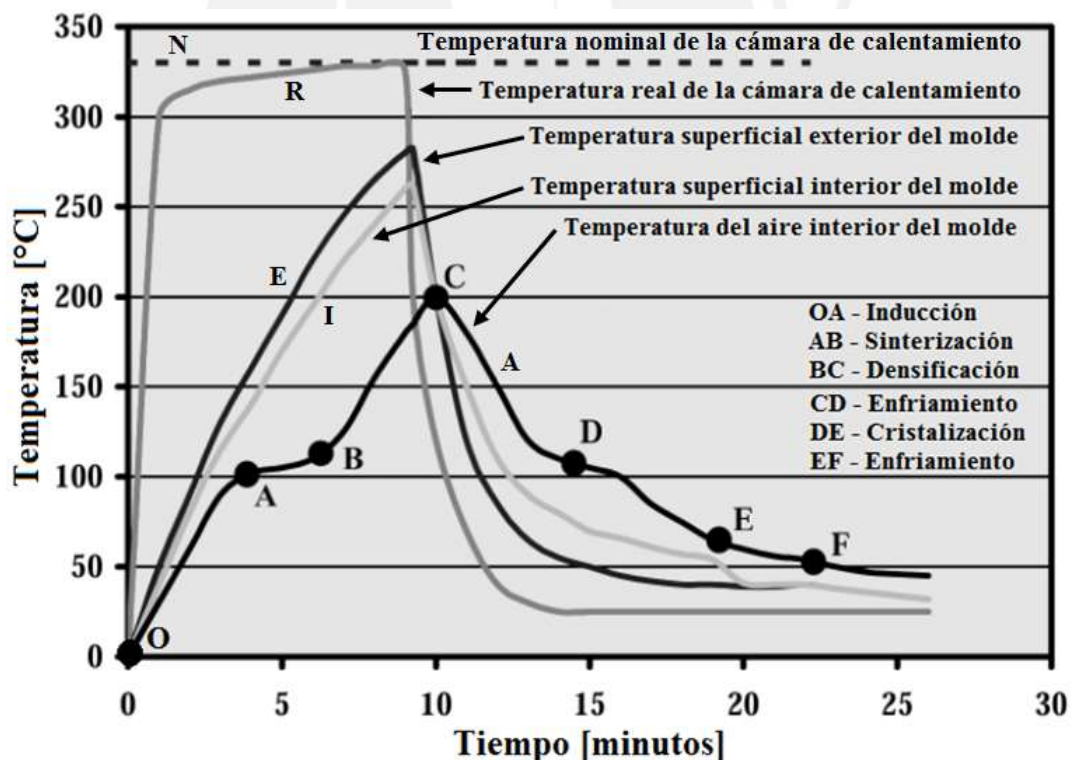


Figura 1.7. Temperaturas del proceso y etapas de la transformación de material en polvo [37].

Antes del punto A, esto es, durante la (a) **etapa de inducción (OA)**, el material no se ha adherido a la superficie del molde y solo aumenta su temperatura conforme avanza el tiempo. En esta etapa, las velocidades de rotación del molde no juegan un papel crucial ya que el material permanece en el fondo del molde y forma una especie de piscina que sigue

uno de los tres tipos de flujo descritos con anterioridad. Al alcanzar el punto A, empieza la **(b) etapa de sinterizado (AB)**, durante la cual, las partículas del material se adhieren a la superficie del molde y coalescen unas con otras; así, poco a poco, se va formando una capa de material sobre la superficie del molde. Para que dicha etapa inicie, es imprescindible que el molde y/o el material alcancen la temperatura de sinterizado o temperatura *tack* (T_s)⁶ cuyo valor corresponde a la intersección de una línea vertical que pasa por el punto A y la curva I. Por otra parte, se observa que la velocidad con la cual se incrementa la temperatura del aire interior del molde, cuyo valor está dado por pendiente de la curva A, disminuye durante esta etapa ya que la capa que se va formando es como una especie de recubrimiento que actúa como una resistencia térmica. Este proceso continúa hasta alcanzar el punto B donde todo el material se ha adherido a la superficie del molde y cualquier cúmulo de partículas que haya quedado suelto ha desaparecido; sin embargo la capa que se ha formado es porosa pues contiene inclusiones de aire. Dichas inclusiones se eliminan con un aumento de temperatura durante la **(c) etapa de densificación (BC)**. En dicha etapa, el proceso de sinterizado finaliza dado que las partículas terminan de coalescer y forman una capa uniforme como resultado de la eliminación de las inclusiones de aire. A medida que estas inclusiones van desapareciendo, la capa de material disminuye en espesor, con lo cual, la resistencia térmica también disminuye; esto último ocasiona que el incremento de temperatura sea más rápido por lo que la diferencia de temperaturas entre las curvas A y E disminuye.

Curvas, como las que se muestran en la figura 1.7, son muy útiles para identificar las etapas de la fase de calentamiento y enfriamiento. Sin embargo, un material en estado pulverulento pasa por una serie de estados antes de llegar a una etapa determinada; dichos estados se muestran en la figura 1.8. Al inicio de la fase de calentamiento, **(a) las partículas del material fluyen libremente** por lo que simplemente deslizan unas sobre otras y sobre la superficie del molde. Cuando la superficie interior del molde y algunas partículas del material alcanzan la temperatura de sinterizado, inicia la adhesión entre el molde y dichas partículas así como la adhesión entre partículas; esto implica la formación de una **(b) zona de contacto** donde, por primera vez, se constituye una capa delgada de material plástico. A medida que la temperatura aumenta y el tiempo avanza, se van depositando, una sobre otra, múltiples capas de material y, poco a poco, se va instaurando una **(c) red tridimensional**. Al cabo de un tiempo, cuando la red alcanza una temperatura bajo la cual la tensión superficial entre partículas es lo suficientemente grande como para promover la coalescencia, inicia la etapa de sinterizado. Entonces, en la **(d) zona de sinterizado**, el cuello o puente que se forma entre partículas adyacentes va creciendo como se muestra en la figura 1.9 (b) y, a medida que dicho proceso se desarrolla, restos irregulares de aire quedan atrapados en los intersticios. Cuando las partículas terminan de coalescer, esto es, cuando el crecimiento de los puentes cesa, se rompe la red tridimensional y el material pasa al **(e) estado de fusión**. A estas alturas, se ha formado una capa homogénea con **(f) inclusiones irregulares de aire** a lo largo de todo su volumen, las cuales constituyen una **(g) zona de tortuosidad**.

⁶ En general, para que inicie la adhesión entre las partículas del material y la superficie del molde, así como la adhesión entre partículas, la temperatura superficial del molde debe ser, aproximadamente, igual a la temperatura de fusión (T_F) cuando el polímero es semicristalino, o igual a la temperatura de transición vítrea (T_G) cuando el polímero es amorfo [4, p.220].

Eventualmente y debido al constante incremento de la temperatura, las inclusiones irregulares de aire se irán **(h) transformando en esferas**, las cuales se **(i) disolverán** a medida que el tiempo de calentamiento crezca. Con la desaparición de las burbujas de aire, la capa de material disminuye en volumen y aquellas burbujas que no lograron desaparecer, logran al menos, disminuir de tamaño y constituyen una zona de **(j) porosa**. Es deseable que al finalizar la etapa de calentamiento, la mayoría de poros desaparezca pues generan discontinuidades en la matriz y reducen la resistencia del material.

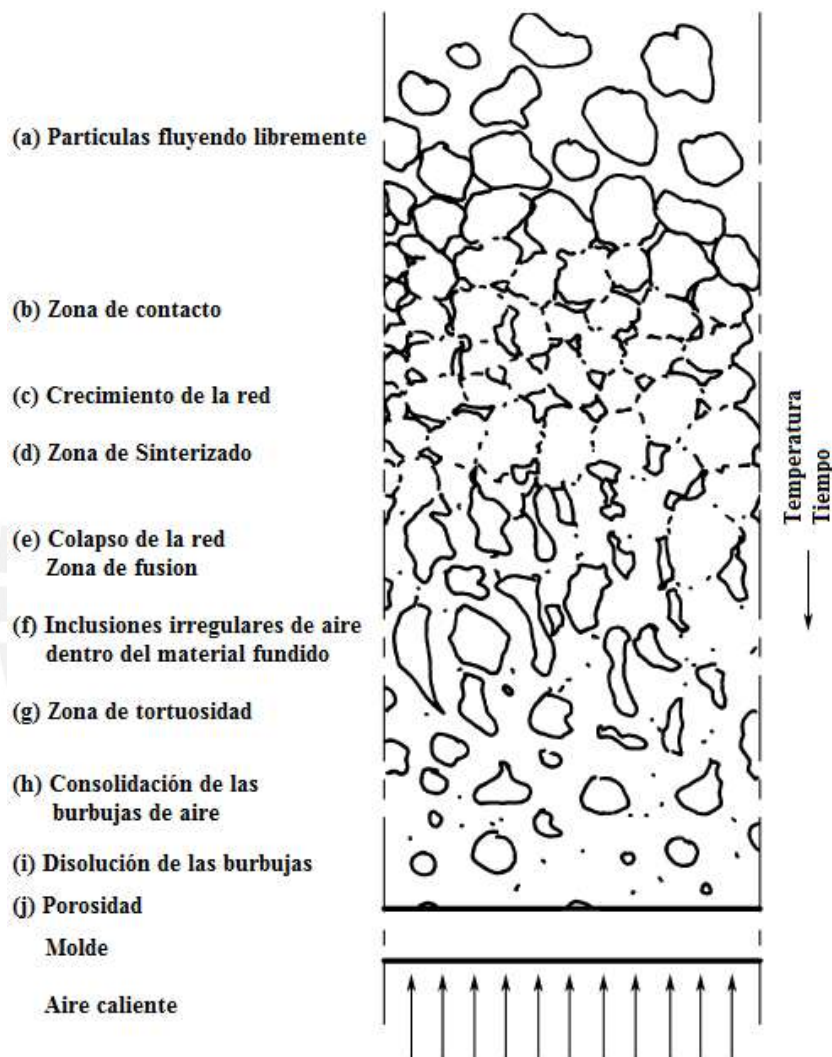


Figura 1.8. Transformación del material durante el calentamiento. Adaptado de [39, fig. 11.20].

Un **material en estado líquido** tiene un comportamiento diferente al de un material pulverulento durante el proceso de calentamiento. En ambos casos, el mecanismo de consolidación de la capa de material está influenciado por la transferencia de calor y la rotación biaxial del molde; sin embargo, en el primer caso, depende también de reacciones químicas [25], mientras que, en el segundo caso, depende además de la interacción física entre partículas; desde este punto de vista, ambos mecanismos son diferentes. Las etapas por las que pasa el material líquido a medida que rota dentro del molde y se calienta fueron descritas anteriormente y se pueden observar en la figura 1.5. Lo que está claro es que para que un material líquido forme una capa de espesor uniforme y alcance el estado de un sólido

rígido como el de la figura 1.5 (e), es necesario que la viscosidad del material sea tan alta como para evitar que siga fluyendo; esto ocurrirá conforme aumente la temperatura y tiempo como se muestra en la figura 1.9. Entonces, sin importar el tipo de material que se use, es imprescindible que el producto haya alcanzado un espesor uniforme antes de que se encuentre en el estado de sólido rígido. Durante esta etapa, es posible algo de aire quede atrapado y, eventualmente, pasará a formar burbujas. Algunas burbujas se disolverán dentro de la capa, pero las más pequeñas se estabilizarán debido a la viscosidad. Al igual que los materiales pulverulentos, burbujas pequeñas no afectan significativamente las propiedades mecánicas, pero muchas burbujas grandes pueden actuar como concentradores de tensiones.

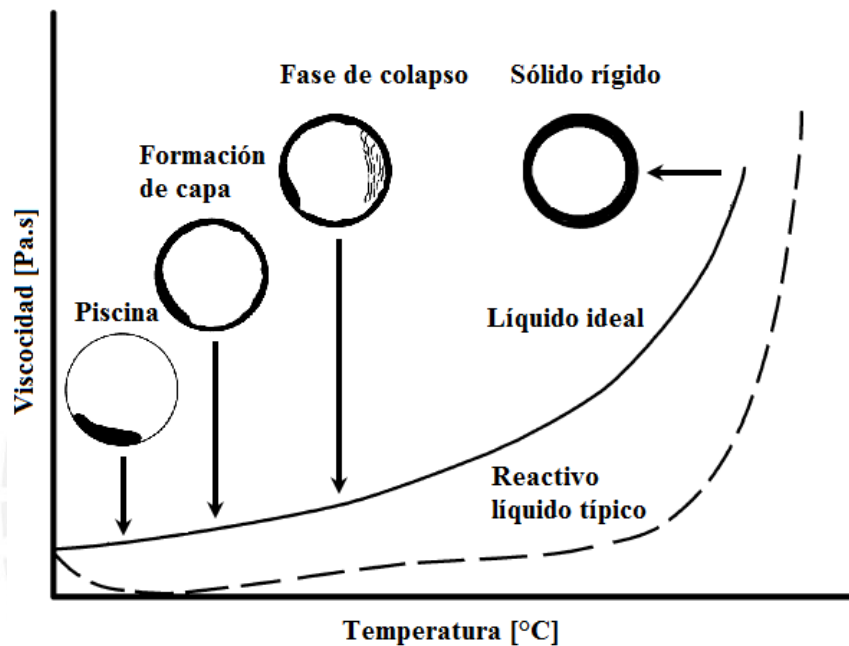


Figura 1.9. Viscosidad de un material líquido en función de la temperatura. Adaptado de [4]

C.1. Mecanismo de sinterizado

Cuando las partículas de un polímero, y en general de cualquier material sólido, se ponen en contacto a elevadas temperaturas tienden a disminuir su superficie total por coalescencia; a este proceso se le conoce como sinterizado [14-16;40,41]. En primer lugar, se desarrollan interfases entre partículas adyacentes, que van creciendo para formar puentes entre sí, tal y como se muestra en la figura 1.10. La disminución del área superficial de las partículas implica la disminución de la energía superficial, por tanto, la tensión superficial es la fuerza impulsora en este proceso. Dado que los espacios vacíos entre partículas se reducen debido a la coalescencia, la densidad aparente del material aumenta de valor.

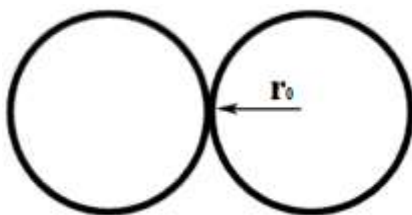


Figura 1.10(a). Contacto inicial

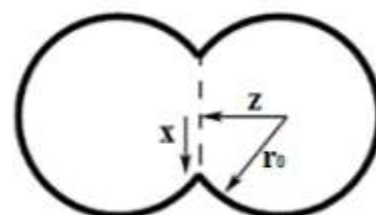


Figura 1.10(b). Crecimiento del puente

Figura 1.10. Crecimiento del puente entre partículas esféricas según el modelo Frenkel-Eshelby [41].

Una de las teorías clásicas para describir el fenómeno de coalescencia fue propuesta por Frenkel en 1945 [41], la cual describe la formación de una partícula (tipo pesa de gimnasia) a partir de dos partículas esféricas del mismo tamaño tal y como se muestra en la figura 1.9. Los mecanismos que controlan el proceso de sinterización son básicamente la difusión y el flujo viscoso. En el caso de las macromoléculas de un polímero la energía de activación para la difusión es muy alta, por lo que el proceso estará controlado principalmente por el flujo viscoso y, por tanto, por la temperatura. Entonces, según la ecuación de Frenkel-Eshelby, la velocidad con la que se forma el puente o cuello (x_{neck}) está dada por la ecuación 1.2, la cual está en función del radio inicial de las partículas (r_0), la tensión superficial (γ), la viscosidad del polímero (μ) y el tiempo (θ).

$$\frac{x_{neck}}{r_0} = \sqrt{\frac{\gamma\theta}{\mu r_0}} \quad \text{Ecuación 1.2}$$

La ecuación 1.2 muestra varios aspectos importantes del proceso de coalescencia. Primero, dado que la razón del crecimiento del puente (velocidad de coalescencia) es inversamente proporcional al tamaño inicial de la partícula, entonces, la coalescencia será más rápida cuando el radio de las partículas sea más pequeño. Segundo, la velocidad de coalescencia es inversamente proporcional a la viscosidad, por tanto, a menor viscosidad mayor velocidad; indirectamente, esto implica que el peso molecular del polímero tiene influencia sobre el proceso, pues, a mayor peso molecular mayor viscosidad. Tercero, como la razón de crecimiento es directamente proporcional a la tensión superficial, su valor será afectado con el uso de ciertos aditivos o agentes desmoldantes pues reducen la tensión superficial [42].

Si bien este mecanismo explica el fenómeno de sinterizado de dos partículas independientes y permite identificar las variables críticas de esta etapa, durante un proceso real, se tienen muchísimas partículas interactuando unas con otras. En este caso, se ha demostrado recientemente que los modelos propuestos para dos partículas no son capaces de predecir la coalescencia de un sistema de partículas [43].

C.2. Mecanismo de densificación

A medida que las partículas del material van coalesciendo, atrapan paquetes irregulares de gas (estado 1). Estos paquetes se transforman gradualmente en esferas (estado 2) y, al cabo de un periodo de tiempo, difunden o se disuelven en el material (estados 3 y 4). Se ha observado que los paquetes de gas no pueden salir hacia la superficie a través de la capa de material dado que la viscosidad del material en estado de fusión es alta [44]. Cada uno de los estados descritos se puede observar en la figura 1.11.

Por razones prácticas, se busca que el material alcance el estado 4; esto implica que si se corta una tajada del material y se observa una cantidad pequeña de burbujas en la superficie interior, esto se considera como un nivel de cocción⁷ adecuado. Ya que las burbujas afectan negativamente sobre las propiedades mecánicas del material, se prefiere que todas

⁷ El término nivel de cocción se usa coloquialmente como una expresión general que implica calentamiento del material bajo una temperatura y un tiempo preestablecidos.

desaparezcan por completo después del calentamiento [18,46]. Sin embargo, en este caso, no es posible saber si las burbujas han desaparecido justo al cese de la etapa de calentamiento o si desaparecieron mucho antes. Una vez que las burbujas desaparecen, el proceso de degradación toma lugar por lo que no es recomendable cocinar el material en exceso; así por ejemplo, en el caso del polietileno, esto implica una disminución de la resistencia al impacto a niveles catastróficos [47,48].

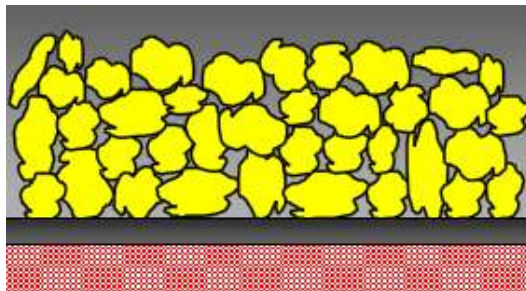


Figura 1.11(a). Estado 1

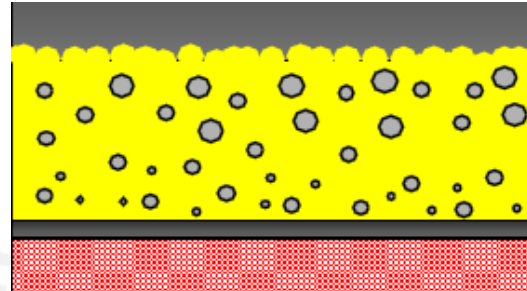


Figura 1.11(b). Estado 2

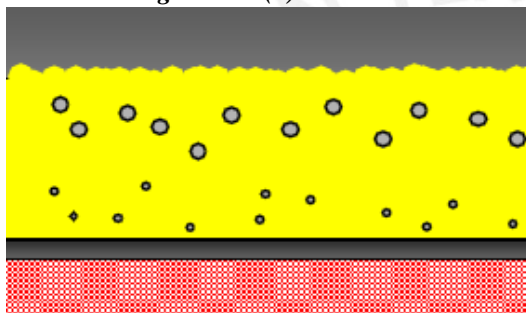


Figura 1.11(c). Estado 3

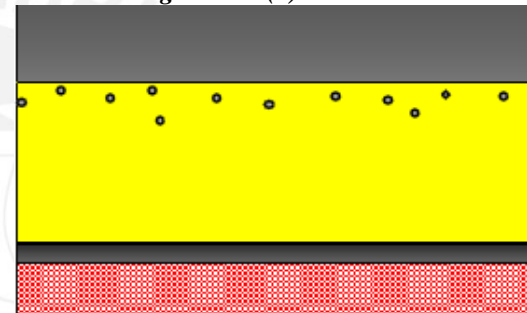


Figura 1.11(d). Estado 4

Figura 1.11. Formación y desaparición de las burbujas de aire [1].

Se han planteado diversos modelos que explican la forma en la que desaparecen las burbujas de aire [17,18;44-47]. En todos los casos, se emplean mecanismos de disolución y difusión para explicar el fenómeno. Así por ejemplo, se ha demostrado experimentalmente que para el caso de polietileno a altas temperaturas, las burbujas de aire tienden a disolverse dentro de dicho polímero [49]. Dentro de una matriz de polietileno, el oxígeno tiene el doble de solubilidad que el nitrógeno. A altas temperaturas, el oxígeno se va consumiendo en una reacción de oxidación junto con el polietileno que lo rodea; de esta manera, la cantidad de oxígeno contenido en la burbuja disminuye y, por ende, el diámetro de la burbuja también disminuye. Esta reducción de tamaño ocasiona un aumento de la presión dentro de la burbuja que fuerza al oxígeno y nitrógeno a disolverse en el polímero. La disminución de dichos gases promueve un aumento de presión dentro de la burbuja y todo lo anterior se repite hasta que esta última desaparece. En este caso existe un tamaño crítico sobre el cual no es posible la disolución de aire sin importar el tiempo o temperatura; esto se debe a que la tensión superficial no puede generar la presión suficiente dentro de la burbuja

Por otra parte, desde el punto de vista de la mecánica de fluidos, Kontopoulou et al [46] demostraron que la velocidad con la que se reduce el radio de la burbuja (\dot{R}) (segunda ecuación de Rayleigh), la cual está en función del radio instantáneo de la burbuja (R), la

diferencia de presiones entre el interior y el exterior de la burbuja (ΔP), la tensión superficial (γ) y la viscosidad del polímero (μ), es:

$$\dot{R} = \frac{dR}{dt} = \frac{1}{4\mu}(R\Delta P - 2\sigma) \quad \text{Ecuación 1.3}$$

Asimismo, desde el punto de vista de la transferencia de masa, la velocidad con la que se reduce el radio de la burbuja es una función directa del gradiente de concentración de aire y según la ley de Henry, dicha concentración es mucho mayor en la interface de la burbuja respecto a la masa de polímero. Luego, combinando ambos puntos de vista, si hay un gradiente de concentración debido a la solubilidad del aire en el polímero, habrá difusión de aire desde la burbuja hacia el polímero sin importar cuan pequeña sea dicha concentración. Esto implica una disminución del tamaño de la burbuja y, por tanto, un aumento de la presión interna dentro de esta según la ecuación de Rayleigh. Nuevamente, la concentración de aire en la periferia de la burbuja aumenta, lo cual origina un gradiente de concentración y todo lo anterior se repite hasta que la burbuja desaparece. En este caso, no importa el tamaño inicial de la burbuja pues el gradiente de concentración es el responsable de la disminución del tamaño.

Ambos mecanismos explican coherentemente la desaparición de las burbujas y han sido evaluados experimentalmente [46,49]; ambos se desarrollan de manera espontánea y al mismo tiempo durante la etapa de densificación por lo que es imposible separarlos debido a la naturaleza transitoria del proceso. Según esto, la cantidad de burbujas remanentes dependerá de las condiciones del proceso. Más, es posible acelerar su desaparición con el uso de aire a presión dentro del molde [17]. Cuando se incrementa la presión exterior, el volumen de la burbuja se reduce según la ley de los gases ideales; con esto, el radio es menor, se genera un gradiente de concentración, el aire difunde y la burbuja desaparece. Con el uso de aire a presión es posible acortar el tiempo de calentamiento, mejorar las propiedades mecánicas y conseguir productos con dimensiones más precisas.

D. Enfriamiento

Una vez que empieza la etapa de enfriamiento, las temperaturas del proceso empiezan a disminuir como se observa en la figura 1.7. Al alcanzar el punto C, empieza la **(d) etapa de enfriamiento inicial (CD)**, por lo que la etapa de densificación ha culminado y el molde puede ser retirado de la cámara de calentamiento. Sin embargo, el material todavía está en estado de fusión debido al nivel de temperatura que ha alcanzado. Ya que el aire exterior a la cámara tiene un nivel de temperatura mucho menor al del aire interior de la misma, se observa una disminución abrupta de la temperatura en todas las curvas, la cual no es instantánea. Como era de esperarse la superficie interior del molde se enfría más lentamente que la superficie exterior debido a la resistencia térmica del molde; asimismo, el aire interior se enfría mucho más lentamente ya que, a la resistencia térmica del molde, se le debe sumar la resistencia térmica del material consolidado. Por otra parte, la forma redondeada de la curva A en el punto C, se debe a la inversión térmica de la capa de material; esto significa que, cuando el molde sale de la cámara, la porción de material plástico próxima a la superficie interior del molde está más caliente que aquella porción en contacto con el aire

interior y, por tanto, se enfría más rápidamente. Estrictamente, la etapa de enfriamiento culmina en el punto F; sin embargo, en el caso de los polímeros semicristalinos se observa una **(e) etapa de cristalización (DE)** o de crecimiento de la fase cristalina. Debido a que la cristalización es un proceso exotérmico, la curva A muestra un cambio de pendiente en la zona DE. En el caso de los polímeros amorfos, el cambio de pendiente no se identifica con facilidad pues la cantidad de fase cristalina es muy pequeña. A medida que la **(f) etapa de enfriamiento final (EF)** continua, con frecuencia, se observa otro cambio de inflexión en el punto E. Dicho cambio de inflexión no siempre se identifica con facilidad y se le atribuye a la contracción del material plástico dentro del molde. Esta contracción implica que la superficie exterior del producto se desprende de la superficie interior del molde y se forma una capa de aire entre el molde y el material que actúa como una especie de aislante; así, el enfriamiento exterior se vuelve menos eficiente. Se observa que después de alcanzar el punto E, las curvas E e I se vuelven iguales. Luego, al llegar al punto F, se alcanza la temperatura de desmoldeo y el material puede ser retirado.

La velocidad con la que decrece la temperatura del aire interior del molde depende, esencialmente, del tipo de enfriamiento, del espesor del producto y de las propiedades térmicas molde. Un enfriamiento con agua implica una disminución rápida de la temperatura, mientras que, un enfriamiento con aire disminuye la temperatura más lentamente, lo que se debe a que el aire tiene un coeficiente convectivo menor [51]. La forma de enfriamiento influye directamente sobre las propiedades mecánicas del material, las cuales, al mismo tiempo, están influenciadas por la cantidad y tamaño de las esferulitas⁸ formadas durante la fase de cristalización. Así, en un material enfriado lentamente, las esferulitas que se forman son más grandes respecto a las esferulitas que se forman en el mismo material enfriado rápidamente [20] y mientras mayor sea el tamaño de las esferulitas, el polímero será más resistente, duro, frágil y poco resistente al impacto [20,52]. Asimismo, un enfriamiento rápido, impide el crecimiento de las esferulitas pues las macromoléculas del material no tienen tiempo suficiente para alinearse y formar estructura cristalina; en este caso, el material tendrá menor resistencia y dureza, pero será más tenaz y resistente al impacto [53]. Por otro lado, debido a que la transferencia de calor se da principalmente por conducción a través de las paredes del molde y del producto, mientras más grande sea el espesor del producto mayor será el tiempo de enfriamiento, con lo cual, la disminución de la temperatura del aire interior del molde será más lenta [54].

Durante la etapa de enfriamiento, el producto sufre una inevitable contracción volumétrica. Si el molde no presenta restricciones, tales como nervios, protuberancias o insertos, dicha contracción será uniforme en todas las direcciones; en caso que tales restricciones formen parte del molde, entonces, la contracción natural del producto se verá afectada. Debido a que el producto no se contraería homogéneamente, este sería susceptible a alabearse y distorsionarse o podría almacenar esfuerzos residuales que, a corto o largo plazo, ocasionarían que el material falle [1]. La existencia de un gradiente de temperaturas a lo

⁸ Cuando los polímeros cristalizan desde el estado de fusión, las cristalitas (estructuras planas y ordenadas de macromoléculas) se organizan formando estructuras esféricas o esferulitas [52, p.385]. Las esferulitas forman la parte cristalina del polímero.

largo del espesor del producto, origina esfuerzos que terminan distorsionando el producto como resultado de una contracción no uniforme; este fenómeno se conoce como alabeo y se da, principalmente, en superficies planas. Según esto, la velocidad de enfriamiento no es responsable de las distorsiones en el producto sino la diferencia de temperaturas [55]. En una etapa de enfriamiento convencional, la superficie exterior del molde se enfría más rápidamente que el aire interior del molde, lo cual origina un enfriamiento asimétrico como se muestra en la figura 1.12(a). Si el enfriamiento fuese simétrico como en la figura 1.12(b), es decir, que la superficie interior y la superficie exterior del producto se enfriasen con la misma velocidad, el producto no tendría razones para distorsionarse en ninguna dirección pues no existirían esfuerzos desbalanceados como resultado de una diferencia de temperaturas entre ambas superficies del producto [1]. Asimismo, el producto conservaría su forma debido a la ausencia de esfuerzos desbalanceados dentro del material.

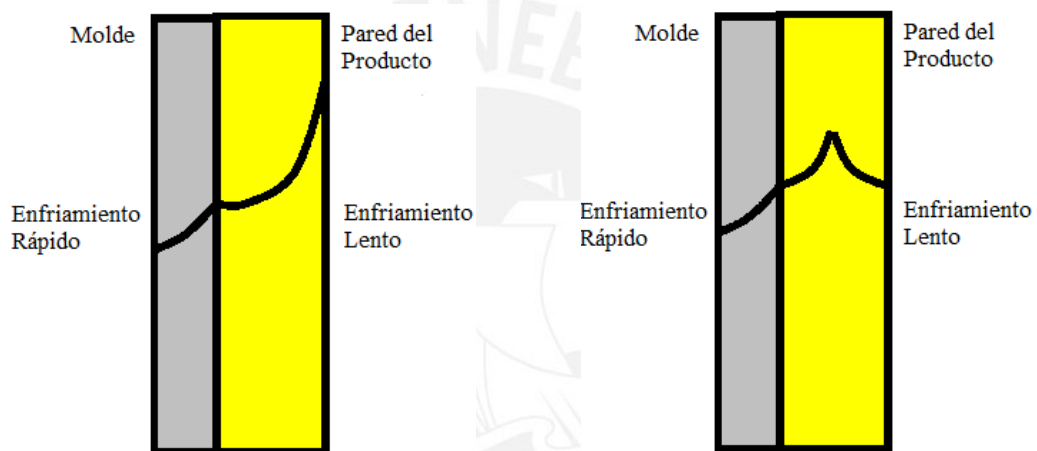


Figura 1.12(a). Enfriamiento asimétrico

Figura 1.12(b). Enfriamiento simétrico

Figura 1.12. Formas de enfriamiento. Adaptado de [1]

En la práctica y con el fin de optimizar el tiempo de enfriamiento, dicha etapa se lleva a cabo con una combinación de agua y aire para el caso de los polímeros semicristalinos como el polietileno, polipropileno y varios tipos de nylon [4]. Para fomentar el crecimiento de la estructura cristalina, constituida por esferulitas, el molde y su contenido se enfrían con aire desde que salen de la cámara de calentamiento hasta que finalizar la etapa de cristalización; en este punto, se puede emplear agua para acelerar el enfriamiento y, antes de que la superficie exterior del molde llegue a la temperatura ambiente, se vuelve a usar aire para secar la superficie del molde.

E. Desmoldeo

Por lo general, las estaciones en donde se llevan la carga del material y desmoldeo del producto se ubican en el mismo lugar y, con frecuencia, una etapa es la inversa de la otra. Por otro lado, según la complejidad del molde o del arreglo de moldes, el trabajo manual puede ser exhaustivo por lo que se debe establecer una secuencia de operaciones o protocolo para optimizar los tiempos de desmoldeo del producto y reensamble del molde y minimizar el trabajo físico. Asimismo, el producto y su molde se diseñan con ciertas recomendaciones para facilitar el desmoldeo [50]. Para ilustrar la complejidad de los moldes, en las figuras 1.13(a) y 1.13(b) se observa un molde de dos partes y otro de múltiples partes.

Adicionalmente, se suelen emplear agentes desmoldantes durante la etapa de carga de material para facilitar el desmoldeo del producto. La función de estos agentes es interferir con la adhesión del material sobre la superficie interior del molde a fin de facilitar la extracción del producto a través de una reducción de la tensión superficial en la zona de contacto [42]. Sin embargo, un mal uso de dichos agentes podría implicar la aparición de deformaciones (alabeo) indeseadas sobre el producto final. Si el producto se desprende prematuramente o no se desprende durante la etapa de enfriamiento, dicho producto no enfriaría adecuadamente y el material contraería de forma no homogénea, con lo cual, el producto es susceptible a sufrir deformaciones inesperadas. En ambos casos, un desprendimiento prematuro se asocia a un exceso de agente desmoldante, mientras que, un desprendimiento tardío se asocia a una insuficiencia del mismo [4]. Cualquiera sea el caso, un uso inadecuado del agente desmoldante, resulta en una variación de contracción de volumétrica entre productos iguales y moldeados bajo las mismas condiciones.



Figura 1.13(a). Molde de dos partes [1].

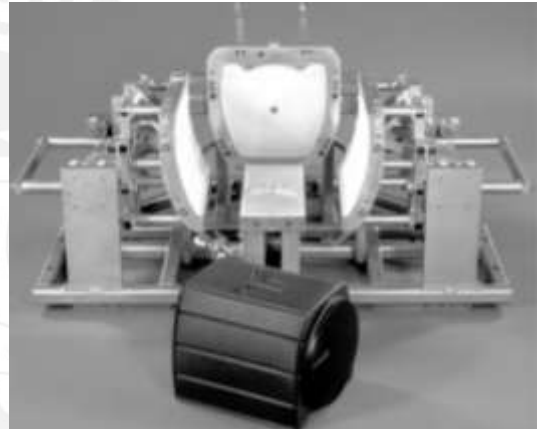


Figura 1.13(b). Molde de seis partes [4].

Figura 1.13. Tipos de Moldes empleados en proceso de moldeo rotacional.

1.2. Materiales compuestos constituidos por un polímero termoplástico y madera fabricados por moldeo rotacional

Un material compuesto es una combinación de dos o más materiales, cada uno con diferentes características y propiedades, que se lleva cabo a través un proceso de conformado específico y donde cada constituyente conserva sus propiedades químicas, físicas y mecánicas; este material no solo conserva las características de sus constituyentes sino también presenta nuevas características que sus componentes⁹ originales no poseían por separado [56]. En este sentido, los elementos que conforman un material compuesto se combinan de tal manera que es posible hacer un mejor uso de sus virtudes y minimizar, hasta cierto punto, sus deficiencias [57]. Según lo anterior, un material compuesto debería tener las siguientes características [58]: (a) Microscópicamente, no es un material homogéneo que posee una interface; (b) Hay grandes diferencias entre los desempeños (características, propiedades, funciones, etc.) de cada constituyente; (c) Debería tener un mayor desempeño respecto a sus constituyentes por separado; y, (d) La fracción en volumen de cualquiera de sus constituyente debe ser mayor al 10%. Algunos ejemplos que encajan con la definición

⁹ Constituyente, componente o elemento se usan como sinónimos.

anterior son: la madera [59] y el hueso [60], ambos de origen natural, materiales compuestos de matriz polimérica como los CFRP (*Carbon Fiber Reinforced Plastics*) [61], materiales compuestos de matriz metálica como los Al-SiC (*Silicon Carbide fibers Reinforced Aluminum Alloys*) [62] y materiales compuestos de matriz cerámica como los C-Glass (*Carbon Fiber Reinforced Glass Matrix Composites*) [63], todos estos de origen sintético.

1.2.1. Constituyentes de los materiales compuestos

Un material compuesto está constituido por una fase continua denominada **matriz**, una fase discreta, que está dispersa y embebida en la matriz, denominada **refuerzo** y una fase intermedia entre la matriz y el refuerzo denominada **interfase**. La **matriz**¹⁰ [56], que puede ser un polímero, un metal o un cerámico, mantiene al refuerzo en una posición y orientación determinadas y lo protege del medio ambiente. Se encarga de transferir la carga mecánica al refuerzo a través de esfuerzos cortantes en la interfase y le otorga tenacidad, resistencia al impacto y a la abrasión al material compuesto. Asimismo, propiedades del material compuesto como temperatura máxima de trabajo, la resistencia a la humedad y a cierto tipo de fluidos, así como, la resistencia térmica y a la oxidación, se definen por las propiedades de la matriz. De especial interés son las matrices poliméricas que pueden ser termoplásticas y termoestables. Las matrices termoestables están constituidas por monómeros que, a través de una reacción química de curado, forman estructuras reticuladas y tridimensionales que no se pueden fundir y son insolubles. Las matrices termoplásticas, que están constituidas por macromoléculas, no están reticuladas y, por tanto, se pueden fundir, consolidar (adquirir una determinada forma) y enfriar varias veces.

Por otra parte, el **refuerzo** [56] es la fase que confiere resistencia y rigidez al material compuesto por lo que, en la mayoría de casos, es más resistente, duro y rígido que la matriz. Los refuerzos pueden ser de tres tipos: partículas, *whiskers* o fibras. Las **partículas** se caracterizan por ser equiaxiales y pueden tener forma regular o irregular. Los materiales compuestos reforzados con partículas suelen ser mucho menos resistente que los reforzados con fibras, pero son menos costosos y, por tanto, se usan frecuentemente como rellenos. Debido a que estos materiales presentan dificultades de fabricación y resultan ser frágiles, la fracción en volumen de este tipo de refuerzo suele estar entre 40% y 50%. Los *whiskers*, cuyo diámetro y longitud son pequeños comparados con las fibras, son filamentos cristalinos que se caracterizan por ser extremadamente resistentes, pero son muy difíciles de dispersar en la matriz. Finalmente, las **fibras**, cuya longitud (l) es mucho mayor que su diámetro (d) (relación de aspecto (l/d) muy alta), se caracterizan por ser muy resistentes en la dirección longitudinal dado que se fabrican por procesos de extrucción o trefilado (orientan las moléculas en la dirección longitudinal). Dado que se ha demostrado que su resistencia es directamente proporcional a la inversa de su diámetro, las fibras suelen tener diámetros pequeños [64]. Las fibras pueden ser continuas o discontinuas; en el primer caso, se orientan de una manera particular, mientras que, en el segundo caso se orientan al azar.

¹⁰ La resistencia y la rigidez de las matrices poliméricas tienen valores bajos, mientras que, en las matrices metálicas (muy dúctiles) dichas propiedades tienen valores medios y, en el caso de las matrices cerámicas (muy frágiles), estas propiedades tienen valores altos.

La **interfase** [57] es una zona entre la matriz y el refuerzo que tiene propiedades bastantes diferentes respecto a las propiedades dichos constituyentes. En dicha zona la matriz y el refuerzo forman una fase compleja que se diferencia de ambos y cuya estructura y morfología tiene un gran impacto sobre el desempeño macroscópico del material compuesto. Su varía según la naturaleza química y física de los constituyentes y se forma debido a los procesos térmicos o químicos que se emplean para unir dichos elementos. La interfase es una región de suma importancia pues determina la forma en la que la carga es transferida de la matriz al refuerzo y, consecuentemente, determina también muchas de las propiedades químicas, físicas y químicas del material compuesto.

1.2.2. Materiales compuestos de plástico y madera – *Wood plastic composites (WPC)*

Un material compuesto de plástico y madera es aquel que está constituido de un plástico (termoplástico o termoestable) reciclado o virgen y residuos de madera recuperados que se consolida bajo un determinado proceso de manufactura [65]. Estos materiales se usan en numerosas aplicaciones tales como parqué exterior e interior, barandas, cercas, vigas para jardinería, bancos de tablillas, mesas de pícnic, marcos de puertas y ventanas, muebles para interiores e inclusive tienen aplicaciones el área automotriz [67]. La idea de usar este tipo de materiales no es invención de este siglo pues Rolls Royce, para el año 1916, ya los empleaba en la fabricación de palanca de cambios para autos; sin embargo, su uso renace como una idea moderna en los años 70 en Italia, más tarde en los años 90, se populariza en U.S.A., y para comienzos del siglo 21, se extiende a países como India, Singapur, Malasia, Japón y China [68]. La figura 1.14 muestra algunos productos fabricados con WPC.



Figura 1.14(a). Barandas y parqué de WPC [68]



Figura 1.14(b). Productos varios [69;70]

Figura 1.14. Productos de WPC

En los últimos años, se han llevado a cabo muchas investigaciones con el fin de manufacturar materiales compuestos de plástico y madera [67-71]. Esto se debe a que el uso de refuerzos de origen natural tiene una serie de beneficios como bajo costo de materia

prima, baja densidad, altas propiedades específicas, biodegradabilidad, naturaleza renovable y no abrasiva [72]. Debido a esto, los WPC se muestran como una alternativa económica a muchos otros materiales compuestos de matriz plástica o metálica [73]. Los refuerzos de madera no son abrasivos, lo que significa que pueden ser usadas en grandes concentraciones dentro del material compuesto sin causar un desgaste serio en los equipos usados para mezclar o fabricar WPC. A pesar de su alto costo¹¹ [74], el uso de WPC vuelve cada vez más aceptable debido a las ventajas que tiene frente a la madera como la retención de color, la resistencia a la degradación, hongos y termitas así como un reducido mantenimiento y promueven la utilización de residuos de madera [75,76]. Resinas termoplásticas como el polietileno (PE), el polipropileno (PE), el Policloruro de vinil (PVC) y el poliestireno (PS) son las más usadas como matrices debido a su baja temperatura de fusión y buena conformabilidad [66]. Sin embargo, la baja compatibilidad entre la naturaleza hidrofílica de la madera e hidrofóbica de la matriz es una de las más grandes restricciones para el uso de la madera como refuerzo. En muchos casos, una baja resistencia mecánica en este tipo de materiales, se asocia a una pobre adhesión interfacial causada por la baja compatibilidad de ambos constituyentes [77]. Se ha demostrado que cuando la madera es tratada superficialmente con agentes de acoplamiento tipo anhídrido maleico o siloxanos, las propiedades mecánicas de los WPC mejoran significativamente [78]. Otra desventaja de la madera es la absorción y desorción de agua debido a cambios de humedad relativa [79]. La presencia de humedad puede tener efectos adversos durante la etapa de procesamiento y sobre el producto final como aparición poros indeseables que interfieren con la adhesión de los constituyentes y, por tanto, reducen las propiedades mecánicas del material.

A. Ventajas y desventajas de los materiales compuestos de plástico y madera

Comparados con los materiales compuestos convencionales, los WPC tienen buena resistencia y módulo específicos, baja densidad, bajo costo y presentan bajo coeficiente de fricción durante el proceso de conformado [80]. Debido a que están constituidos por una matriz polimérica son fácilmente moldeables, son impermeables a ciertos fluidos, gases y químicos y tienen un tiempo de vida aceptable en ambiente interiores. Comparados con la madera, los WPC, tienen buena estabilidad térmica en ambientes húmedos y secos, requieren menos mantenimiento ya que no necesitan ser pintados ni tratados superficialmente, tienen buena resistencia a las termitas y hongos, son más saludables para el medio ambiente que la madera tratada con preservantes y se pueden fabricar formas complejas sin la necesidad de mecanizar [66]. Los WPC también se pueden fabricar a partir de termoplásticos reciclados y restos de madera recuperada, lo cual es una ventaja adicional sobre otros materiales compuestos.

Una las principales limitaciones de los WPC es la incompatibilidad entre la resina (naturaleza apolar o hidrofóbica) y el refuerzo (naturaleza polar o hidrofílica) que resulta en una pobre adhesión interfacial y bajas propiedades mecánicas [81]. Otra limitación importante de los WPC es la temperatura a la cual empiezan a degradarse las fibras durante la conformación del material compuesto, con lo cual, se restringe el uso de resinas de altas

¹¹ Madera: \$0,95 – \$2,25; WPC: \$1,50 – \$3,60 y Plástico puro: \$2,00 – \$5,00. Costos por pie lineal.

temperaturas de fusión. En el caso de la madera, esta temperatura es 200 °C [72,82] por lo que la mayoría de las resinas termoestables pueden ser usadas sin mayores inconvenientes. Por otro lado, si bien los WPC se comercializan en la actualidad, su uso potencial ha sido limitado por su fragilidad, baja resistencia al impacto y alta densidad comparados con los polímeros sin reforzar [83]; asimismo, son altamente inflamables debido la naturaleza orgánica de sus constituyentes. Sin embargo, se han llevado a cabo varias investigaciones con el fin de mejorar esta deficiencia y fabricar productos más seguros [84].

B. Características generales de la madera como constituyente de origen natural

La madera es un tejido duro y fibroso de origen natural que ha sido usado como combustible y material de construcción por muchos siglos [85]. Se encuentra presente en tallos, ramas y raíces de árboles y arbustos en donde cumple funciones vitales como transportar agua, proporcionar un soporte mecánico, almacenar comida y producir secreciones [59]. Asimismo, es un material compuesto y orgánico constituido por fibras de celulosa, capaces de resistir cargas tracción, embebidas en un matriz de lignina que puede resistir cargas de compresión [65]. Debido a su origen natural, las fibras obtenidas a partir de la madera se caracterizan, a diferencia de las fibras de origen sintético, por ser biodegradables, no tóxicas ni peligrosas para la salud, fáciles de manipular, no abrasivas, renovables, de baja densidad y altas propiedades específicas [86,87]. En general, las fibras naturales y sobre todo las fibras de madera son refuerzos de alta disponibilidad, como se muestra en la tabla 1.2, por lo que presentan un gran potencial como materiales alternativos. Igualmente, son más económicos que muchos otros refuerzos sintéticos y naturales [92]. Así por ejemplo, la fibra de vidrio y carbonato de calcio llegan a costar 0,90 \$/lb y \$0,70 \$/lb, respectivamente, mientras que, la fibra de madera y otras fibras naturales tan solo llega a costar 0,10 \$/lb y 0,20 \$/lb [99]. Sin embargo, también presentan una serie de limitaciones como baja resistencia a la humedad, baja estabilidad térmica, alta higroscopicidad, tendencia a formar agregados durante el procesamiento, dificultad para ser almacenadas por largos periodos de tiempo y, sobre todo, su mayor desventaja es la pobre compatibilidad que tienen con las matrices poliméricas debido a la extensa cantidad de enlaces puentes de hidrogeno presentes en las macromoléculas de este tipo matrices, lo que resulta en una pobre adhesión interfacial y pobre transferencia de carga de la matriz hacia el refuerzo [86].

Tabla 1.2. Inventario de fuentes de fibra en el mundo [65]

| Origen de fibra | Toneladas (Masa Seco) |
|--|------------------------------|
| Madera | 1 750 000 000 |
| Paja (arroz, trigo, avena, cebada, etc.) | 1 145 000 000 |
| Tallos (maíz, sorgo, algodón) | 970 000 000 |
| Bagazo de caña de azúcar | 75 000 000 |
| Cañas | 30 000 000 |
| Bambú | 31 000 000 |
| Algodón | 15 000 000 |
| Yute, kenaf y cáñamo | 10 900 000 |
| Papiro | 5 000 000 |
| Total | 4 033 560 000 |

B.1. Constituyentes elementales de los materiales lignocelulosicos

En general, las células de la madera y de las plantas están constituidas de un material compuesto formado por **celulosa**, **hemicelulosa** y **lignina**¹² [88]. Estos elementos son polímeros de origen natural que en conjunto forman una estructura denominada lignocelulosa. La **celulosa** es un biopolímero lineal de alta cristalinidad (hasta 80%) formado por monómeros de D-glucosa unidas entre sí con enlaces glicosídicos [89]. La presencia de celulosa en los WPC puede ser beneficiosa o no, pues, la celulosa de toda planta viviente tiene en su estructura cristalina dos tipos de celdas unitarias I_{α} e I_{β} . Durante un proceso de despulpado y en medios alcalinos, la celulosa I_{α} se transforma en I_{β} . Dado que la celulosa I_{β} es más termodinámicamente estable que I_{α} , esto propicia una mayor resistencia mecánica y térmica a los WPC [65]. La **hemicelulosa**, en cambio, está constituida por un conjunto de biopolímeros (xilanos, arabinoxilanos, glucuronoxilano, glucomanano, galactomanano, entre otros) que forman estructuras tridimensionales amorfas en las paredes de la fibra y, por tanto, desempeñan un rol estructural [66]. En este sentido, la resistencia y dureza de los refuerzos de madera están intrínsecamente ligadas con la cantidad de uno y otro monómero en la hemicelulosa. De la misma forma, debido a la abundancia de grupos hidroxilos dentro de estas estructuras amorfas, los refuerzos tienen a hincharse en presencia de humedad o agua [90], con lo cual, las propiedades mecánicas y la estabilidad dimensiones de los refuerzos se ven afectados negativamente [91]. Adicionalmente, la hemicelulosa contiene algunos azúcares ácidos que son extraídos con sustancias para aumentar la resistencia de la madera frente a las bacterias y, mejorar de este modo, la durabilidad y tiempo de vida de los WPC [65]. A diferencia de los otros constituyentes, la **lignina** es una macromolécula amorfa que contiene estructuras aromáticas combinadas con cadenas alifáticas y debido a la presencia de dichas estructuras y al grado de entrecruzamiento de entre macromoléculas de lignina, esta última es hidrofóbica [59], lo cual contrasta con la naturaleza hidrofílica de la celulosa. La lignina es muy rígida por lo cual actúa como una barrera protectora de la celulosa durante la formación de paredes celulares, llena los espacios vacíos entre las fibras polisacáridas y las aglutina; de este modo, las protege de ataques químicos y físicos y le da rigidez a la madera [92]. La lignina también es fotosensible por lo que es la responsable de que la madera pierda brillo cuando se exponen a radiación UV. Por otra parte, la madera también contiene otros elementos denominados **extractivos**, los cuales llevan ese nombre porque pueden ser retirados de la madera con ayuda de agua o solventes orgánicos. No son elementos estructurales, pero afectan la naturaleza química de los materiales lignocelulosicos. Son de suma importancia para en el procesamiento de los WPC pues afectan propiedades de adherencia de las fibras. La figura 1.15 muestra una representación de los constituyentes de las paredes celulares de la madera [59]; para observar mejor las fibras de celulosa, la hemicelulosa y la lignina se dibujaron con menos frecuencia. En este caso, la pared celular de la madera está constituida de un material fibroso de alta resistencia a la tracción (celulosa) que está rodeado por un material higroscópico (hemicelulosa) y ambos están embebidos en una matriz termoplástica (lignina). En este caso, debido a la incompatibilidad entre la celulosa y lignina, la hemicelulosa sirve de agente de acoplamiento. Si se hace una analogía con el concreto armado, la celulosa equivale al acero corrugado, la lignina sería el concreto y

¹² Softwood: Celulosa: 40% – 45%; Hemicelulosa: 25% – 30% y Lignina: 26% – 34%. Peso seco.
Hardwood: Celulosa: 45% – 50%; Hemicelulosa: 21% – 35% y Lignina: 22% – 30%. Peso seco.

el agente que promueve la adhesión entre ambos (acero/concreto) estaría representado por la hemicelulosa. Por otro lado, en la figura 1.16, se observan esquemas de dos tipos generales de maderas que se diferencian por su origen. Los maderas tipo *hardwood* proviene de las angiospermas que son plantas que producen flores y las madera tipo *softwood* provienen de las gimnospermas que son plantas que producen semillas (frutos); otra diferencia importante entre ambos es que las maderas *hardwood* tienen estructuras celulares complejas y las maderas *softwood* no [85].

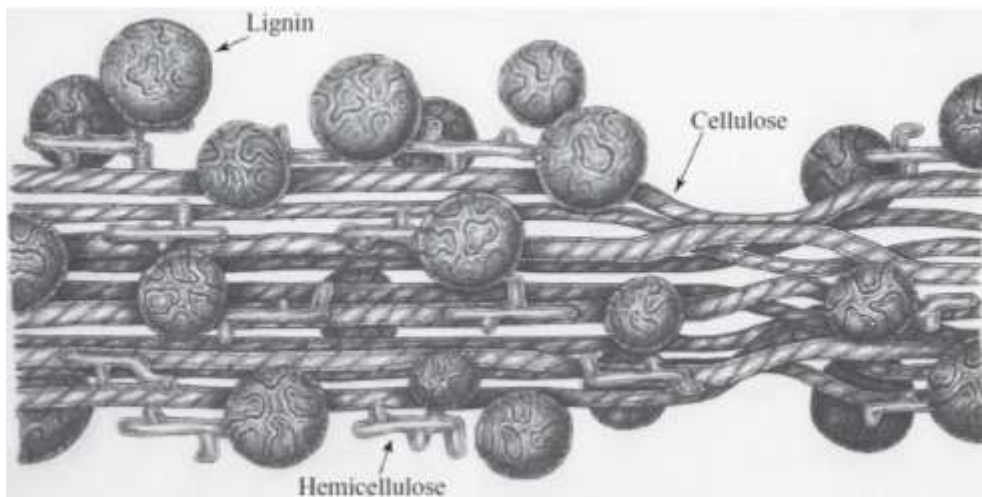


Figura 1.15. Representación de la pared celular de la madera como material compuesto [59, p.36].

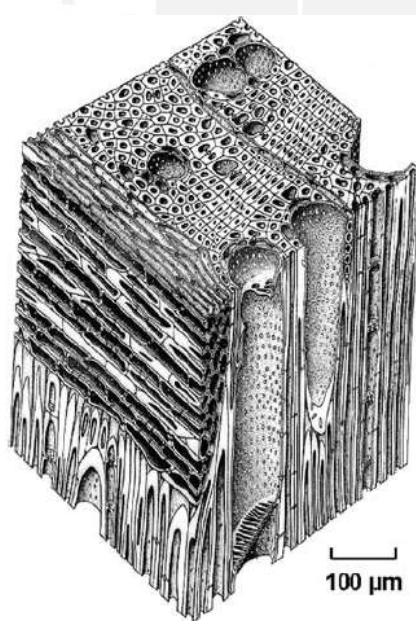


Figura 1.16(a). Maderas Hardwood

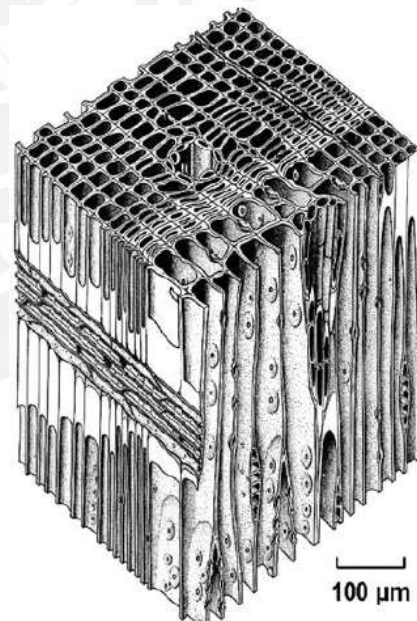


Figura 1.16(a). Maderas Softwood

Figura 1.16. Tipos generales de maderas [100].

B.2. Propiedades físicas y mecánicas de las fibras lignocelulosicas

La adhesión superficial es una de las propiedades claves de las fibras de madera pues puede afectar la adhesión interfacial entre el refuerzo y la matriz y las propiedades mecánicas de los WPC. Esta propiedad está influenciada por la morfología de las fibras y su composición química, así como los elementos extractivos presentes en la madera y las condiciones de

procesamiento de las fibras [93,94]. Las fibras son de naturaleza apolar, mientras que, las matrices poliméricas son polares, esto implica que, no es posible que se adhieran adecuadamente debido a la incompatibilidad que existe entre ambas. Esta pobre adherencia también implica una mala transferencia de esfuerzo de la fibra a la matriz y, por tanto, WPC de malas propiedades mecánicas. Para salvar este inconveniente, se usan tratamientos físicos los cuales no modifican la composición química de las fibras sino que modifican su morfología. Algunos tratamientos físicos importantes son: *Plasma* y *Corona Discharge*, *Calendaring* y *Thermotreatment* [89]. Por otro lado, también se usan tratamientos químicos, los cuales modifican la composición química de las superficies de las fibras o pueden introducir nuevos grupos funcionales en la superficie de las fibras para mejorar la compatibilidad con la matriz. Estos tratamiento tienen dos objetivos principales que son activar los grupos hidroxilos (OH) presente en la superficie de las fibras y activar ciertos grupos funcionales de la matriz. Algunos tratamientos químicos importantes son: *Oxidation*, *Mercerization*, *Crosslink*, *Grafting* y *Coupling Agent Treatment* [89].

Las propiedades mecánicas de las fibras están influenciadas por su estructura [95] y, por tanto, están influenciadas por área de crecimiento de la planta, el clima donde creció y la edad a la cual se cultivó [96,97]. Debido a estas características, a las cuales se les debe sumar los tratamientos físicos o químicos para mejorar la compatibilidad, las propiedades mecánicas de las fibras de madera pueden variar considerablemente, lo cual es una clara desventaja frente a las fibras sintéticas. Las propiedades mecánicas de las fibras se pueden medir con ensayos macroscópicos (tracción, flexión, compresión, impacto, etc.) o ensayos de nanoindentación. Los ensayos del primer tipo hacen énfasis en el desempeño de toda una muestra de dimensiones específicas, mientras que, los ensayos del segundo tipo se enfocan en una determinada zona de la muestra [98]. Uno de los ensayos mecánicos más usados para comparar el desempeño de las fibras es ensayo de tracción a partir del cual se obtienen la resistencia, módulo elástico y elongación de las fibras. La tabla 1.3 muestra algunas propiedades mecánicas de algunas fibras naturales y sintetizadas.

Tabla 1.3. Propiedades mecánicas de algunas fibras naturales y sintéticas [92].

| Fibra | Densidad ρ_r [g/cm ³] | Elongación ϵ_r [%] | Resistencia a la Tracción σ_{Br} [N/mm ²] | Módulo Elástico $E_r \times 10^{-3}$ [N/mm ²] |
|------------------------|---|--------------------------------|---|--|
| Lino | 1,50 | 1,2 – 3,2 | 345 – 2 000 | 15 – 80 |
| Cáñamo | 1,48 | 1,6 | 550 – 900 | 26 – 80 |
| Sisal | 1,50 | 3,0 – 7,0 | 468 – 700 | 9,4 – 22 |
| Coco | 1,20 | 17 – 47 | 175 | 4 – 6 |
| E-Vidrio | 2,50 | 2,5 | 2 000 – 3 500 | 70 |
| S-Vidrio | 2,50 | 2,8 | 4 570 | 86 |
| Aramida | 1,40 | 3,3 – 3,7 | 3 000 – 3150 | 63 – 67 |
| Softwood [100, p. 217] | 1,40 | – | 100 – 170 | 10 - 50 |
| Hardwood [100, p. 217] | 1,40 | – | 90 – 180 | 10 – 70 |

B.3. Características geométricas de la madera en forma de fibras y partículas

Cuando algún tipo de madera se usa como constituyente de material compuesto, esta se introduce en forma de fibras aglomeradas y segmentadas de muy baja relación de aspecto,

que a simple vista parecen partículas muy finas, denominas polvo de madera (*wood flour*) o en forma de fibras independientes que tienen una alta relación de aspecto [85]. Mientras que, el polvo de madera se puede obtener a partir de residuos (viruta, astillas y/o aserrín) que son transformados mediante procesos mecánicos (picado, pulverización y tamizado) [101], las fibras solo se pueden elaborar con procesos químicos que requieren mucho control [102] y, por tanto, son más difíciles de fabricar. Sin embargo, debido a que las fibras tienen una alta relación de aspecto, se usan como elementos de refuerzo, mientras que, el polvo de madera se usa como sustituidor. Estrictamente, muchos materiales compuestos requieren que la relación de aspecto de las fibras este comprendida entre 20:1 y 150:1 para surtir un efecto de refuerzo [103]. En este sentido, las fibras de madera, sin importar el tipo de morfología que tengan, tienen una relación de aspecto típica igual a 100:1 y, por tanto, son capaces de actuar como elementos de refuerzo. Fibras provenientes de árboles como el arce, álamo, abedul y abeto tienen relaciones de aspecto promedio de 35:1, 60:1, 100:1 y 130:1, respectivamente [66]. Si bien estas relaciones parecen altas, esto se debe a que dichas fibras tienen anchos del orden de los micrómetros¹³.

Por otro lado, el polvo de madera suelen tener una relación de aspecto entre 3:1 y 5:1 [104], que es pequeña respecto a las fibras, lo cual limita la capacidad para reforzar. En general, para que un polvo de madera sea clasificado como tal, el tamaño de sus partículas debe ser menor a 850 μm (20 Mesh) [100]. Asimismo, se pueden clasificar como grandes cuando su tamaño es mayor a 425 μm (retenidas por una malla 40 Mesh) o finas cuando su tamaño es menor 180 μm (pasan por una malla 80 Mesh). Con frecuencia, se usan partículas cuyos tamaños están comprendidos entre 40 Mesh y 80 Mesh [100,105] y se dice que son regulares. La forma de las partículas esta influenciada por el origen de la madera. Así cuando la madera es del tipo *hardwood*, las partículas tienen forma cilíndrica, mientras que, para la madera tipo *softwood*, las partículas suelen estar fragmentadas [66].

C. Características generales de polietileno como matriz termoplástica

El polietileno es una de las resinas más usadas a nivel mundial en el proceso de moldeo rotacional [106]. Se usa para fabricar desde juguetes hasta tanques de almacenamiento. Debido a que es un polímero termoplástico, se funde a medida que su temperatura aumenta y, por tanto, se puede moldear según convenga; luego, una vez que se enfría, mantiene la forma que adquirió en la etapa de moldeo [107]. El polietileno se produce por polimerización de monómeros de etileno, con lo cual la macromolécula resultante es un homopolímero; sin embargo también es posible la copolimerización entre el etileno y una α -olefina, en cuyo caso, la macromolécula tiende a ser ramificada [108]. Por lo general, el grado de polimerización de la cadena principal varía entre 1 000 y 10 000 unidades. Debido a su geometría lineal, el polietileno se empaqueta de forma compacta y, ya que es posible sintetizar macromoléculas con ramas de diversos grados de polimerización, es posible conseguir polietilenos con distintos grados de empaquetamiento o diversas densidades. Asimismo, debido a su geometría lineal, las macromoléculas tienden a formar hélices que forman cristalitas que crecen radialmente y forman estructuras cristalinas denominadas

¹³ Maderas *Hardwood* : longitud promedio de 1mm; ancho de 15 μm a 45 μm [100].
Maderas *Softwood* : longitud de 3 mm a 8 mm; ancho de 15 μm a 45 μm [100].

esferulitas. Debido a la presencia de esferulitas, las resinas de polietileno suelen tener alta cristalinidad y alta resistencia mecánica. Sin embargo, se suele usar la densidad como un indicador de la cristalinidad pues es más fácil de medir y están relacionados linealmente [108]. Existen varios tipos de polietileno cada uno con un grado de cristalinidad diferente y, por ende, cada uno con diferentes propiedades físicas y mecánicas. La tabla 1.4 muestra algunas propiedades de diferentes tipos de polietileno de donde se destaca al HDPE debido a que es la resina más usada en el proceso de moldeo rotacional [109].

Tabla 1.4. Clasificación comercial de las resinas de polietileno [108].

| Nombre Comercial | Abreviación | Contenido de | Grado de | Densidad |
|---|-------------|-------------------|---------------|----------------------|
| | | α -Olefina | Cristalinidad | |
| | | [Mol %] | [%] | [g/cm ³] |
| Resina de alta densidad | HDPE | 0 - 5 | 60 - 65 | 0,960 - 0,941 |
| Resina de ultra peso molecular | UHMW- HDPE | - | | 0,935 - 0,930 |
| Resina de media densidad | MDPE | 1 - 2 | 45 - 55 | 0,940 - 0,926 |
| Resina de baja densidad | LLDPE | 2,5 - 3,5 | 30 - 45 | 0,925 - 0,915 |
| Resina de muy baja densidad | VLDPE | > 4 | < 25 | < 0,915 |
| Resina de baja densidad fabricada a altas presiones | LDPE | 0 | 45 - 55 | 0,910 - 0,940 |

Una de las ventajas de usar polietileno como matriz termoplástica es que tiene una temperatura de fusión (T_m) que está entre los 83 °C y 138 °C [110], con lo cual, la madera puede ser usada como constituyente sin la necesidad de sufrir degradación térmica. Asimismo, tiene una temperatura de transición vítrea (T_g) alrededor de los -130 °C [111], así que, en condiciones normales se comporta como un material dúctil. El polietileno también tiene baja absorción de agua (en promedio absorbe 0,01% de agua cuando es sugerido por 24 horas [112]) y tiene buena resistencia a los ácidos y a la oxidación cuando se expone en ambientes exteriores. Debido a que es un polímero termoplástico, también puede ser reciclado y reutilizado varias veces pero exhibirá una pérdida de peso molecular y resistencia química [113].

Otra característica importante del polietileno es el índice de fluidez. Debido a que el proceso de moldeo rotacional es un proceso sin presión, la viscosidad, la cual está relacionada con el índice de fluidez, es un factor importante cuando se trata de decir la resina más adecuada para el proceso [114]. En este sentido, el uso de resinas de baja viscosidad (alto índice de fluidez) favorece el proceso de sinterizado, permite que el polímero fundido fluya fácilmente dentro del molde y asegura un buen acabado superficial [16]. En contraste, resinas de alta viscosidad (bajo índice de fluidez) originan productos con un pobre acabado y exceso de burbujas. Así por ejemplo, los procesos de moldeo rotacional (2 a 10 g/10min) e inyección rápida (10 a 30 g/10min), se recomienda usar resinas con un alto índice de fluidez, mientras, que para otros procesos como extrucción (1 g/10min), soplado (0,2 a 0,8 g/10min), se recomiendan valores más bajos [4].

A diferencia de aquellos procesos de manufactura de termoplásticos que usan resinas en forma de pellets, para el proceso de moldeo rotacional es indispensable usar resinas en forma

partículas o micropellets. Desde este punto, factores como el tamaño, distribución y forma de las partículas son importantes. Para el proceso de moldeo rotacional se recomienda que las partículas tengan un tamaño menor a 500 μm (35 Mesh) y para determinar la distribución de tamaños se recomienda usar mallas entre 35 y 200 Mesh [28,115]. Por otro lado, es preferible que las partículas tengan forma de “huevo cuadrado” [116] (ovalado en la vista frontal y rectangular o cuadrado en la vista lateral) como se muestra en la figura 1.17. De esta manera, el área de contacto entre partículas será mayor durante la etapa de calentamiento a diferencia de las partículas esféricas donde el contacto es puntual. Asimismo, una distribución de tamaños adecuada permite conseguir factores de empaquetamiento altos, con lo cual, la cantidad espacios vacíos entre partículas disminuye, menos burbujas de aire quedan atrapadas durante la etapa de densificación y el producto final tiene menos poros [117,118].

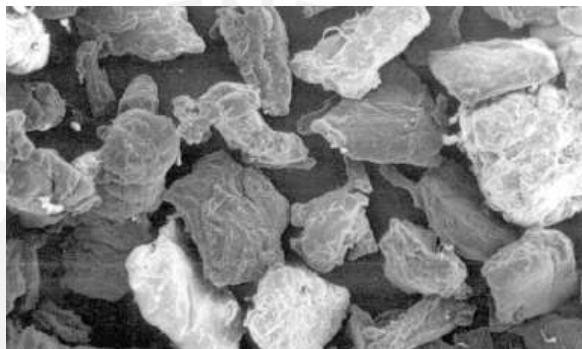


Figura 1.17. Partículas de forma y tamaños adecuados para proceso de moldeo rotacional [117].

1.2.3. Avances recientes en el campo de WPC fabricados por moldeo rotacional

En el 2003, Torres et al [119] introdujeron el uso de fibras naturales como elementos de refuerzo dentro del proceso de moldeo rotacional. Durante la experiencia, se fabricaron cilindros reforzados de HDPE reforzados con fibras naturales tratadas tales como sisal, jute, madera y polvo de cascara de arroz, las cuales fueron tratadas químicamente con ácido esteárico. Debido a que las fibras tendían a distribuirse sobre la superficie interior del cilindro fue necesario agregar una segunda capa de plástico puro. Asimismo se reportó una buena distribución de las fibras y cierta mejora en la resistencia a la compresión con respecto al plástico puro. Más tarde, en el 2004, Torres et al [120] utilizaron una serie de técnicas microscópicas para evaluar la morfología de la superficies de fractura de materiales compuestos reforzados con fibras naturales y fabricados por proceso de extrucción, compresión y moldeo rotacional. En el caso de los materiales fabricados por moldeo rotacional, se identificó una buena distribución de las fibras. Sin embargo, debido a los tiempos del proceso, dichas fibras tienden a degradarse. Asimismo, debido a la naturaleza hidrofílica de las fibras, se recomienda aplicar algún tratamiento sobre las fibras a fin de disminuir la cantidad de burbujas en el producto final. En el mismo año, Wang [121] investiga como diferentes tratamientos químicos afectan el desempeño de materiales compuestos constituidos por una matriz de polietileno reforzado con fibras de nilo. A diferencia de investigaciones previas y con el fin de mejorar la distribución de las fibras y fomentar una buena adhesión, los materiales compuestos se consolidaron en filamentos a través de un proceso de extrucción. Dichos filamentos, se picaron y pulverizaron para poder

ser usados en el proceso de moldeo rotacional. La adhesión entre ambos constituyentes se verificó con ayuda de un microscopio electrónico. Se concluyó que el uso de tratamientos químicos reduce la capacidad hidrofílica de las fibras y, por tanto, mejora el desempeño del material compuesto. Debido a que no existen modelos matemáticos que explique el sinterizado de partículas de plástico en presencia de fibras o partículas de origen natural [122;123], en el 2006, Torres et al llevan a cabo un estudio experimental de dicho mecanicismo. A través de un estudio secuencial de imágenes, evaluaron el mecanismo de sinterizado de dos partículas irregulares de HDPE en presencia de una fibra de una fibra de sisal. Del estudio se concluyó que las fibras tienden a reducir la tensión superficial que promueve el proceso de sinterizado, y por tanto, la coalescencia entre partículas se retarda. Asimismo, se determinó que, a medida que aumenta el contenido de las fibras, la cantidad de poros aumenta debido a que las fibras inducen espacios vacíos sobre la piscina de material. En el mismo año, Torres et al [124], proponen una serie de ensayos para evaluar las propiedades mecánicas materiales compuestos reforzados y no reforzados. De la misma forma, durante el 2006, Yan et al llevan a cabo una revisión de los modelos matemáticos propuestos para predecir las propiedades mecánicas de materiales compuestos en base a las propiedades de sus constituyentes. Dichos modelos son usados para comparar las propiedades mecánicas de materiales compuestos fabricados por moldeo rotacional [106]. Si bien durante esta investigación no se utilizan refuerzos naturales, la importancia de este documento radica en el hecho de que junta modelos matemáticos importantes y los usa para comparar propiedades mecánicas obtenidas por ensayos. En el 2008, a fin de simular los tiempos y temperaturas del proceso de moldeo rotacional, Banerjee et al [125], proponen un modelo matemático para estimar los tiempos y temperaturas de las etapas de calentamiento y enfriamiento del proceso. En este documento se indica que dichos modelos también pueden ser usados con materiales compuestos donde las propiedades térmicas del material a simular son una combinación de las propiedades de sus constituyentes. En el 2012, Ward et al [126, 127] usan polvo de madera en materiales compuestos fabricados por rotomoldeo. En su primer estudio, determinaron que no es necesario secar la madera antes de mezclarla con el plástico dado que las temperaturas y tiempos del proceso de moldeo rotacional son lo suficientemente grandes como para secar la madera antes de que el plástico empiece a fundir; se llegó a esta conclusión a partir de estudios estáticos de humedad. En su segunda investigación, evaluaron las propiedades mecánicas de materiales compuestos de polvo de madera y LMDPE. Se evaluaron las propiedades de materiales con varias proporciones y tamaños de madera; también, se combinaron varios tamaños de partículas en un mismo material. Con los resultados obtenidos se determinó que, para las condiciones dadas, el uso de un 15% de madera proporciona las mejores propiedades mecánicas. De la misma manera, durante el 2012, López et al [129;130] fabrican materiales compuestos de matriz de polietileno con fibras agave (tratadas y secadas) por moldeo rotacional. Para las condiciones evaluadas, determinaron que las mejores propiedades se alcanzan con un 10% de contenido de fibras pues, en este punto, el material exhibe un endurecimiento significativo respecto al plástico puro. Finalmente, en el 2013, Raymond et al [128], llevan a cabo un estudio similar al de Ward et al pero caracterizan mejor las partículas de madera.

1.3. Desechos sólidos municipales a nivel mundial y nacional

Según la OECD [131], los residuos municipales son aquellos que son recolectados y tratados por los municipios. Estos residuos provienen de hogares, zonas de comercio, edificios, instituciones, pequeñas empresas, patios, jardines, calles, contenedores de basura externos y limpieza de las calles. Las aguas residuales municipales así como desechos provenientes de la construcción y demolición no se encuentran dentro de esta categoría. Las tablas 1.5 y 1.6 muestran la cantidad y tipos de residuos generados a nivel mundial. Se estima que para el 2025 las cantidades de la tabla 1.5 se duplicaran [131]. En la tabla 1.5, se observa que la generación de residuos por persona en la región OECD, que está constituida por los países altamente industrializados, es la más alta a nivel mundial. En contraste, las regiones en desarrollo, tales como África, son las que menos residuos producen diariamente. En la tabla 1.6, se observa que América Latina que presenta como una región potencial para promover el uso de materiales plásticos reciclados pues, en promedio, 20% de sus residuos están constituidos por plásticos (valor más alto de todas las regiones).

Tabla 1.5. Desecho sólidos municipales según regiones geográficas [131]

| Región | Países | Pob. Urb. | Generación por Persona | Total |
|----------------------------------|--------|------------|------------------------|-----------|
| [-] | [-] | [Millones] | [kg/día] | [ton/día] |
| África | 42 | 261 | 0,65 | 169 120 |
| Asia Pacifico del Este | 17 | 777 | 0,95 | 738 959 |
| Europa y Asia Central | 19 | 227 | 1,12 | 254 389 |
| América Latina y Caribe | 33 | 400 | 1,09 | 437 545 |
| Medio Oriente y África del Norte | 16 | 162 | 1,07 | 173 545 |
| Org. Eco. Coop Desarrollo (OECD) | 27 | 729 | 2,15 | 1 566 286 |
| Asia del Sur | 7 | 426 | 0,45 | 192 411 |
| Total | 161 | 2 982 | 1,19 | 3 532 255 |

Tabla 1.6. Tipos de desechos generados [131].

| Región | Países | Orgánico | Papel | Plástico | Vidrio | Metal | Otros |
|----------------------------------|--------|----------|---------|----------|--------|--------|---------|
| [-] | [-] | [%] | [%] | [%] | [%] | [%] | [%] |
| África | 19 | 18 - 88 | 2 - 21 | 1 - 20 | 1 - 5 | 1 - 5 | 1 - 57 |
| Asia Pacifico del Este | 17 | 4 - 71 | 2 - 31 | 2 - 24 | 3 - 9 | 1 - 20 | 2 - 63 |
| Europa y Asia Central | 12 | 5 - 65 | 10 - 37 | 3 - 12 | 1 - 13 | 3 - 9 | 11 - 43 |
| América Latina y Caribe | 18 | 14 - 69 | 6 - 32 | 4 - 36 | 1 - 8 | 1 - 16 | 3 - 59 |
| Medio Oriente y África del Norte | 10 | 40 - 70 | 9 - 25 | 4 - 16 | 1 - 5 | 2 - 9 | 2 - 16 |
| Org. Eco. Coop Desarrollo | 6 | 14 - 56 | 8 - 68 | 1 - 22 | 2 - 13 | 2 - 13 | 5 - 63 |
| Asia del Sur | 27 | 35 - 80 | 3 - 17 | 2 - 18 | 1 - 4 | 1 - 1 | 5 - 59 |

Dentro de nuestro contexto nacional, la cantidad de residuos sólidos municipales en las 3 regiones geográficas generados durante el 2011, es como se muestra en las tablas 1.7 y 1.8. En la tabla 1.7, se observa que la generación de residuos por persona es baja respecto a las regiones mundiales. También se observa que, en promedio, 9,5% de los residuos generados a nivel nacional corresponde a desechos plásticos. Según este resultado, los esta clase de residuos ocupa el tercer lugar de los desechos más generados a nivel nacional, con lo cual, late la posibilidad de fomentar el uso de materiales plásticos reciclados. Se debe resaltar que

los valores presentados en las tablas son referenciales [132] y dan una idea global de la situación, pues, existen municipios que no han reportado información sobre el manejo de sus residuos sólidos y, sobre todo, la cantidad de residuos generados es diferente a la cantidad de los residuos recolectados, que en términos prácticos, son los que se pueden reciclar y reutilizar.

Tabla 1.7. *Generación de residuos sólidos municipales por región geográfica [132]*

| Región Natural | Población | Generación por Persona | Total |
|-----------------------|------------------|-------------------------------|--------------|
| [-] | [-] | [kg/día] | [kg/día] |
| Costa | 8 229 999 | 0,628 | 5 167 740 |
| Sierra | 1 165 625 | 0,547 | 637 224 |
| Selva | 1 049 485 | 0,573 | 601 466 |

Tabla 1.8. *Tipos de desechos generados por región geográfica [132].*

| Región Natural | Orgánico | Papel | Plástico | Vidrio | Metal | Otros |
|-----------------------|-----------------|--------------|-----------------|---------------|--------------|--------------|
| [%] | [%] | [%] | [%] | [%] | [%] | [%] |
| Costa | 44,5 | 5,9 | 10,2 | 4,2 | 3,2 | 32 |
| Sierra | 42,2 | 6,4 | 11,2 | 5,6 | 4,1 | 30,5 |
| Selva | 67,2 | 2,4 | 7,5 | 2,3 | 2,1 | 18,5 |

REFERENCIAS

- [1] R.J. Crawford, M.P. Kearns, Practical Guide to Rotational Moulding, Rapra Technology Limited, 2003.
- [2] J.L. Throne, Opportunities for the Next Decade in Blow Molding, Plastic Engineering, 54:10 (1998), p. 41-43.
- [3] R.J. Crawford, Recent Advances in the Manufacture of Plastic Products by Rotomolding, Journal of Materials Processing Technology, 56 (1996), p. 263-271.
- [4] R.J. Crawford, J. L. Throne, Rotational Molding Technology, Plastic Design Library, William Andrew Publishing, 2002.
- [5] G.L. Beall, Rotational Molding: Design, Materials & Processing, Hanser Gardner Publications, 1998.
- [6] E. Miller, Plastics Products Design Handbook – Part B: Processes and Design for Processes, D. Ramazzotti, Chapter 4: Rotational Molding, Marcel Dekker INC, 1983, p. 75-104.
- [7] AMC, Engineering Design Handbook: Rotational Molding of Plastic Powder, AMCP 706-312, 1975.
- [8] P.F. Bruins, Basic Principles of Rotational Molding, Gordon and Breach Science Publishers, 1971.
- [9] H.R. Howard, Variables in Rotomolding that are Controllable by the Molder, ARM Fall Meeting (1977).
- [10] A. Spence, R. Scott, Rotational Molding Process Control, SPE ANTEC(2003), p. 1241-1245.
- [11] A.C. Barilla, M.Z. Ranck, Optimization of Rotational Molding Cycle through Thermal Data Acquisition, SPE ANTEC (2007), p. 3161-3165.
- [12] D.I. Abu Fara, M.P. Kearns, R.J. Crawford, System Modeling for the Control of the Rotational Molding Process, SPE ANTEC (1999).
- [13] J.L. Throne, Powder Flow during Rotational Molding, SPE ANTEC (2002).
- [14] F. Thürnrüer, W. Thornrna, The sintering Process, Institut für Material- und Festkörperforschung, 1967.
- [15] M. Kontopoulou, E. Takács, J. Vlachopoulos, Polymer Melt Formation and Densification in Rotational Molding, SPE ANTEC, 1999.
- [16] C.T. Bellehumeur, M.K. Bisaria, J. Vlachopoulos, An Experimental Study and Model Assessment of Polymer Sintering, Polymer Engineering Science, 36:17 (1996), p.2198-2206.
- [17] R.J. Crawford, A.G. Spence, M.C. Cramez, M.J. Oliveira, Mould Pressure Control in Rotational Moulding, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers – Part B: Journal of Engineering Manufacture, 218 (2004), p. 1683-1693.
- [18] G. Gogos, Bubble Removal in Rotational Molding, SPE ANTEC (1999).
- [19] A. Ianakiev, K.L. Nottingham, Analysis of Rotational Moulding Process Parameters and Warpage on Cycle Times, SPE ANTEC (2007), p. 2737-2741.
- [20] G.W. McDowell, M.C. Cramez, E.M. Harkin-Jones, W. McMinn, R.J. Crawford, The Effect of Cooling Rate on Rotationally Molded Parts, SPE ANTEC (2003), p. 1226-1230.
- [21] S.B. Tan, P.R. Hornsby, M. McAfee, M.P. Kearns, M. McCourt, P.R. Hanna, The Effects of Water Droplet Size and Velocity on Spray Cooling of Polymers During Rotational Moulding, SPE ANTEC (2009), p. 1951-1956.

- [22] E.S. Barboza, M. Chludzinski, P.B. Roese, J.S. Fonseca, S.C. Amico, C.A. Ferreira, Experimental and Numerical Analysis of a LLDPE/HDPE Liner for a Composite Pressure Vessel, *Polymer Testing*, 30 (2011), p. 693-700.
- [23] Caccia Engineering, Catalog of Rotational Molding Machines for Plastic Materials, <http://www.cacciaengineering.com/EN/>, viewed online on July 2013.
- [24] M. Beltran, A. Marcilla, *Tecnología de Polímeros: Procesado y Propiedades*, Tema: Moldeo Rotacional, Publicaciones Universidad de Alicante, 2012, p. 252-285.
- [25] E. Harkin-Jones, R.J. Crawford, Rotational Moulding of Liquid Polymers, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 210:5, p. 437-447.
- [26] A. Marcilla, J.C. Garcia, R. Ruiz, S. Sanchez, C. Vargas, L. Pita, M.I. Beltran, Rotational Moulding of PVC Plastisol: Modelling of Initial Stages of Gelation.
- [27] J.L. Throne, Powder Characteristics in Rotational Molding, *SPE ANTEC* (1997).
- [28] J.L. Throne, M.S. Sohn, Characterization of Rotational Molding Grade Polyethylene Powders, *Advances in Polymer Technology*, 9 (1989), p. 181-192.
- [29] J.L. Throne, J. Gianchandani, Reactive Rotational Molding, *Polymer Engineering & Science*, 20:13 (1980), p. 899-919.
- [30] Rotoline, Catalog of Rotational Molding Machines for Plastic Materials, <http://www.rotoline.com.br/es/index.php/maquinas-para-rotomoldagem/>, viewed online on July 2013.
- [31] M.J. Wright, R.J. Crawford, Oil Heating and Cooling Machines for the Rotational Moulding of Plastics, *SPE ANTEC* (2003), p. 1216-1221
- [32] P.R. Bordón, Tesis: Modelización Teórico-Experimental de un Nuevo Molde Electroformado para Rotomoldeo con Calentamiento/Enfriamiento Directo Mediante Fluido Térmico, Universidad de las Palmas de Gran Canaria, Departamento de Ingeniería de Procesos, 2011.
- [33] M.J. Wright and R.J. Crawford, A Comparison Between Forced Air Convection Heating and Direct Electrical Heating of Moulds in Rotational Moulding, *SPE ANTEC*, 45:1 (1999), p. 1452-1456.
- [34] A. Wytkin, A New Rotational Moulding System, *Composite Mould Technologies*, 6:3 (1997), p. 30-32.
- [35] Ferry Industries, Catalog of Rotational Molding Machines for Plastic Materials, www.ferryindustries.com/, viewed online on July 2013.
- [36] P. Nugent, E. Little, G. Peev, The Use of Non-Contact Temperature Sensing in Extending Process Control for Rotational Molding, *SPE ANTEC* (1997), p. 3200-3204
- [37] Crawford, R.J. and P.J. Nugent, A New Process Control System for Rotational Molding, *Plastic Rubber and Composites: Processing and Applications*, 17:1 (1992), p. 23-31.
- [38] M.J. Wright, A.G. Spence, R.J. Crawford, An Analysis of Heating Efficiency in Rotational Moulding, *SPE ANTEC*, 53:3 (1997), p. 3184-3188.
- [39] M. Narkis, N. Rosenzweig, *Polymer Powder Technology*, John Wiley & Sons, 1995.
- [40] C.T. Bellehumerur, Tesis: Polymer Sintering and its Role in Rotational Molding, McMaster University, 1997.
- [41] M.M. Ristić, S.Dj.Milosević, Frenkel's Theory of Sintering, *Science of Sintering*, 38 (2006), p.7-11.

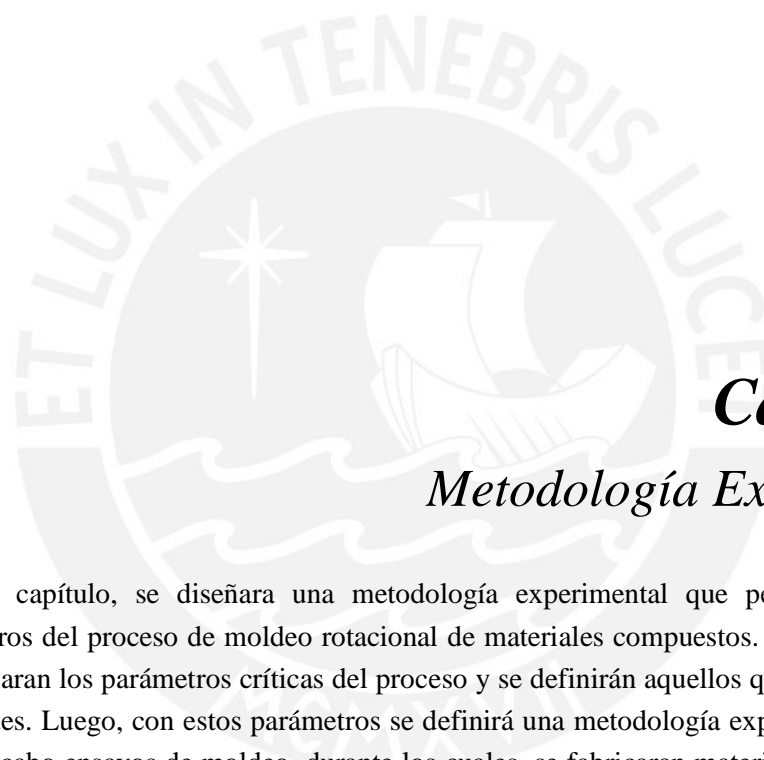
- [42] S.L. Clark, Handbook of Composites, Section III: Release Agents, Springer, p. 633-638, 1982.
- [43] M. Asgarpour, F. Bakir, S. Khelladi, A. Khavandi, A. Tcharkhtchi, Characterization and Modeling of Sintering of Polymer Particles, Journal of Applied Polymer Science, 119:5 (2011), p. 2784-2792.
- [44] A.G. Spence, R.J. Crawford, The Effect of Processing Variables on The Formation and Removal of Bubbles In Rotationally Molded Products, Engineering & Science, 36:7 (1996), p.993-1009.
- [45] C.T. Bellehumeur, J.S. Tiang, Modeling of Bubble Form Action in Rotational Molding, SPE ANTEC (2000).
- [46] M. Kontopoulou, J. Vlachopoulos, Bubble Dissolution in Molten Polymers and Its Role in Rotational Molding, Polymer Engineering and Science, 39:7 (1999), p. 1189-1198.
- [47] P. Sharifi, N. Henwood, C. Liauw, G. Lees, Studies of Degradation Effects during Rotational Molding, SPE ANTEC (2012).
- [48] M.C. Cramez, M.J. Oliveira, R.J. Crawford, Prediction of Degradation of Polyethylene during Rotational Molding, SPE ANTEC (2000).
- [49] P.Y. Kelly, Microscopic Examination of Rotomolded Polyethylene, Du Pont, Toronto, Canada (1981).
- [50] J.I. Rotheiser, Design for Rotational Molding, SPE ANTEC (2000).
- [51] T.L. Bergman, A.S. Lavine, F.P. Incropera, D.P. Dewitt, Introduction to Heat Transfer, Six Edition, John Wiley & Sons, Inc (2011).
- [52] A.G. Gordo, N.M. Piris, Ciencia de Materiales para Ingenieros, Pearson (2012).
- [53] N. Callan, M.P. Kearns, M. Spencer, R.J. Crawford, Effects of Cooling Rate on the Mechanical Properties of Rotationally Moulded Polyethylene Parts, SPE ANTEC (2002).
- [54] S. Banerjee, W. Yan, D. Bhattacharyya, Modeling of Heat Transfer in Rotational Molding, Polymer Engineering and Science, 48:11 (2008), p. 2188-2197.
- [55] C.H. Chen, J.L. White, Y. Ohta, A Fundamental Experimental Study of the Mechanisms of Warpage and Shrinkage of Polyethylene in Rotational Molding, International Polymer Processing, 6:3 (1991), p. 212-216.
- [56] F.C. Campbell, Structural Composite Materials, Chapter 1: Introduction to Composite Materials, ASM International, 2010, p. 1-29.
- [57] B. Harris, Engineering Composite Materials, Chapter 1: The Nature of Composite Materials, The Institute of Materials, London, 1999, p.5 -17.
- [58] R.M. Wang, S.R. Zheng and Y.P. Zheng, Polymer Matrix Composites and technology, Chapter 1: Introduction to Polymer Matrix Composites, Woodhead Publishing Limited and Science Press Limited, 2011, p. 1-25.
- [59] D.D. Stokke, Q. Wu, G. Han, Introduction to Wood and Natural Fiber Composites, John Wiley & Sons Ltd, 2014.
- [60] S.A. Wainwright, W.D. Biggs, J.D. Currey, J.M. Gosline, Mechanical Design in Organisms, Princeton University Press, 1976.
- [61] A.R. Bunsell, J Renard, Fundamentals of Fibre Reinforced Composite Materials, CRC Press, 2005.
- [62] K.U. Kainer, Metal Matrix Composites: Custom-made Materials for Automotive and Aerospace Engineering, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006.

- [63] R.A. Sambell, D.H. Bowen, D.C. Phillips, Carbon Fiber Composites with Ceramic and Glass Matrices, *Journal of Materials Science*, 7:6 (1972), p. 663-675.
- [64] J.E. Gordon, *The New Science of Strong Materials*, Princeton University Press, 1976.
- [65] J. K. Kim, K. Pal, *Recent Advances in the Processing of Wood-Plastic Composites*, Chapter 1: Overview of Wood-Plastic Composites and Uses, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2010, p. 1-22.
- [66] A.A. Klyosov, *Wood-Plastic Composites*, John Wiley & Sons, Inc., 2007.
- [67] G. Koronis, A. Silva, M. Fontu, *Green Composites: A Review of Adequate Materials for Automotive Applications*, *Composites, Part B44* (2013), p. 120-127.
- [68] G. Pritchard, Two technologies merge: wood plastic composites, *Plastics Additives & Compounding* (July/2004), p. 18-21.
- [69] Greendot, www.greendotpure.com/resin/wood-composites, viewed online on October 2013.
- [70] JELUPLAST, WPC Brochure, www.jeluplast.com/en/wpc, viewed online on October 2013.
- [71] H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakoo, M. Trada, A Review on the Tensile Properties of Natural Fiber Reinforced Polymer Composites, *Composites, Part B42* (2011), p. 856-873.
- [72] D.N. Saheb, J.P. Jog, Natural Fiber Polymer Composites: A Review, *Advances in Polymer Technology*, 18:4 (1999), p. 351-363.
- [73] A.K. Bledzki, O.V. Faruk, E. Sperber, Cars from Bio-Fibres, *Macromolecular Materials and Engineering*, 291 (2006), p. 449-457.
- [74] *Consumer Reports Magazine*, 69:7 (July 2004).
- [75] L. Rongzhi, Environmental Degradation of Wood-HDPE Composite, *Polymer Degradation and Stability*, 70 (2000), p. 135-145.
- [76] A. Naumann, I. Stephan, M. Noll, Material Resistance of Weathered Wood-Plastic Composites against Fungal Decay, *International Biodeterioration & Biodegradation*, 75 (2012), p. 28-35.
- [77] N.G. Gaylord, Compatibilization of Hydroxyl Containing Materials and Thermoplastic Polymers United States Patent Office, no 3,645,939 (1972).
- [78] Y. Cui, S. Lee, B. Noruziaan, M. Cheung, J. Tao, Fabrication and Interfacial Modification of Wood/Recycled Plastic Composite Materials, *Composites, Part A39* (2008), p. 655-661.
- [79] S.K. Yeh, R.K. Gupta, Improved Wood-Plastic Composites through Better Processing, *Composites, Part A39* (2008), p. 1694-1699.
- [80] C. Klason, J. Kubát, H.E. Strömval, The Efficiency of Cellulosic Fillers in Common Thermoplastics, Part I: Filling without Processing Aids or Coupling Agents, *International Journal of Polymeric Materials*, 10 (1984), p.159-187.
- [81] A.K. Bledzki, S. Reihmane, J. Gassan, Thermoplastics Reinforced with Wood Fillers: A Literature Review, *Polymer Plastic Technology Engineering*. 37:4 (1998), p. 451-468.
- [82] F. Sliwa, N.E. Bounia, G. Marin, F. Charrier, F. Malet, A New Generation of Wood Polymer Composite with Improved Thermal Stability, *Polymer Degradation and Stability*, 97 (2012), p. 496-503.
- [83] J.L. Kroschwitz, *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*, Wiley, 2004.

- [84] R. Kozłowski, M. Helwig, Progress in Fire Retardants for Lignocellulosic Materials, Proceedings of the 6th Arab International Conference on Materials Science, Materials & Fire (1998), p. 1-11.
- [85] USAD, Wood Handbook: Wood as an Engineering Material, Centennial Edition, 2010.
- [86] M.S. Salit, Tropical Natural Fibre Composites: Properties, Chapter 1: Introduction, Manufacture and Applications, Springer Science+Business Media, 2014, p. 1-14.
- [87] S.T. Georgopoulos, P.A. Tarantili, E. Avgerinos, A.G. Andreopoulos, E.G. Koukios, Thermoplastic Polymers Reinforced with Fibrous Agricultural Residues, Polymer Degradation and Stability, 90 (2005), p. 303-312.
- [88] A.K. Bledzki, V.E. Sperber, O. Faruk, Natural and Wood Fibre Reinforcement in Polymers, Rapra Review Reports, 13:8 (2002), Report 152.
- [89] A. Hodzic, R. Shanks, Natural fibre composites: Materials, processes and properties, R.A. Shanks; D. Dai, M. Fan Chapter 1: Wood Fibres as Reinforcements in Natural Fibre Composites: Structure, Properties, Processing and Application, p. 1-43; R. Shanks, Chapter 2: Chemistry and Structure of Cellulosic Fibres as Reinforcements in Natural Fibre Composites, p. 66-83, Woodhead Publishing Limited, 2014.
- [90] C. Hill, M. Hughes, Natural Fibre Reinforced Composites Opportunities and Challenges, Journal of Biobased Materials and Bioenergy, 4 (2010), p. 148-158.
- [91] L. Hua, P. Zadorecki, P. Flodin, Cellulose Fiber-Polyester Composites with Reduced Water Sensitivity: (1) Chemical Treatment and Mechanical Properties, Polymer Composites, 8 (1987), p. 199-202.
- [92] A.K. Mohanty, M. Misra, G. Hinrichsen, Biofibres, Biodegradable Polymers and Biocomposites: An Overview, Macromolecular Materials and Engineering, 276-277:1 (2000), p. 1-24.
- [93] K. Li, X. Lei, L. Lu, C. Camm, Surface Characterization and Surface Modification Of Mechanical Pulp Fibers, Pulp & Paper Canada, 111:1 (2010), p. T11-T16.
- [94] A. Stamboulis, C.A. Baillie, T. Peijs, Effects of Environmental Conditions on Mechanical and Physical Properties of Flax Fibers, Composites, Part A: Applied Science and Manufacturing, 32 (2001), p. 1105-1115.
- [95] A. Bergander, L. Salmén, Cell Wall Properties and their Effects on the Mechanical Properties of Fibers, Journal of Materials Science, 37:1 (2002), p. 151-156.
- [96] S.Y. Zhang, Effect of Growth Rate on Wood Specific Gravity and Selected Mechanical Properties in Individual Species from Distinct Wood Categories, Wood Science and Technology, 29:6 (1995), p. 451-465.
- [97] A. Keller, M. Leupin, V. Mediavilla, E. Wintermantel, Influence of the Growth Stage of Industrial Hemp on Chemical and Physical Properties of The Fibres, Industrial Crops and Products, 13 (2001), p. 35-48.
- [98] E.J. Joseph, J.C. Hermanson, D.S. Stone, Nanoindentation of the Interphase Region of a Wood-Reinforced Polypropylene Composite, 9th International Conference on Wood & Biofiber Plastic Composites, p. 197-203.
- [99] C. Eckert, Opportunities for Natural Fibers un Plastic Composites, Proceedings of the Conference on Progress in Woodfibre-plastic Composites Conference, University of Toronto, Toronto/Canada (2000).

- [100] M. Xanthos, Functional Fillers for Plastics, C.M. Clemons, Chapter 15: Wood Flour, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., 2010, p. 269-290.
- [101] A.J. Panshin, E.S. Harrar, W.J. Baker, P.B. Proctor Wood Flour, Forest Products: Their Sources, Production, and Utilization, McGraw-Hill (1950), pp. 55-268.
- [102] P. Bajpai, Biotechnology Pulp and Paper Processing, Springer, 2012.
- [103] W.D. Callister, Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Interactive eText, Chapter 15: Composites, John Wiley & Sons, Inc., 2001, p. S162-S203.
- [104] C. Clemons, Use of Invasive Wood Species in Wood Plastic Composites: Compositional Differences and Their Effects on Processing and Performance, Progress in Wood and BioFibre Plastic Composites, Toronto, Canada, 2006.
- [105] C. Clemons, N. Stark, Use of Saltcedar and Utah Juniper as Fillers in Wood-Plastic Composites, Research Paper FPL-RP-641, Madison, U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory.
- [106] W. Yan, R.J.T. Lin, D. Bhattacharyya, Particulate Reinforced Rotationally Moulded Polyethylene Composites – Mixing Methods and Mechanical Properties, Composites Science and Technology, 66 (2006), p. 2080-2088.
- [107] M.L. Berins, Engineering Handbook of the Society of the Plastics Industry, 1. Glossary, Inc., Van Nostrand Reinhold, 1991, p. 1-32.
- [108] Y.V. Kissin, Polyethylene: End-Use Properties and Their Physical Meaning, Hanser Publications, 2013.
- [109] K.L. Yam, The Wiley Encyclopedia of Packaging Technology, John Wiley & Sons Inc., 2009, p. 1085.
- [110] C.A. Harper, Modern Plastics Handbook, Appendix C. Important Properties of Plastics and Listing of Plastic Suppliers, McGraw-Hill, 2000.
- [111] U. Gaur, B. Wunderlich, the Glass Transition Temperature of Polyethylene, Macromolecules, 13:2 (1980), p. 445-446.
- [112] C. Vasile, M. Pascu, Practical Guide to Polyethylene, Rapra Technology Limited, 2005.
- [113] C. Meran, O. Ozturk, M. Yuksel, Examination of the Possibility of Recycling and Utilizing Recycled Polyethylene and Polypropylene, Materials and Design, 29 (2008), p. 701-705.
- [114] M. Bisaria, E. Takacs, C.T. Bellehumeur, J. Vlachopoulos, Anatomy of Rotomolding molding, Rotation 3(4), 12 (1994).
- [115] R. Rees, Sieve Analysis Recommendations, Rotation, 7:2 (1998), pp. 84-85.
- [116] M.A. Rao and J.L. Throne, Principles of Rotational Molding, Polymer Engineer and Science, 12:7 (1972), pp. 237-264.
- [117] J. McDaid R.J. Crawford, The Grinding of Polyethylene Powders for Use in Rotational Moulding, SPE ANTEC, 44:1 (1998), p. 1152-1155.
- [118] A. Greco, A. Maffezzoli, Powder-Shape Analysis and Sintering Behavior of High Density Polyethylene Powders for Rotational Molding, Journal of Applied Polymer Science, 92 (2004), p. 449-460.
- [119] F.G. Torres, M. Aguirre, Rotational Moulding and Powder Processing of Natural Fibre Reinforced Thermoplastics, International Polymer Processing, 18:2 (2003), p. 204-210.

- [120] F.G. Torres, R.M. Díaz, Morphological Characterization of Natural Fibre Reinforced Thermoplastics (NFRTP) Processed by Extrusion, Compression and Rotational Moulding, *Polymers & Polymer Composites*, 12:8 (2004), p. 705-718.
- [121] B. Wang, Thesis: Pre-Treatment of Flax Fibers for Use in Rotationally Molded Biocomposites, University of Saskatchewan, Canada 2004.
- [122] F.G. Torres, M.L. Cubillas, Melt Densification of Polymeric Powder Beds Filled with Natural Fibres, *Polymers & Polymer Composites*, 14:7 (2006), p.691-699.
- [123] M. Cubillas, Tesis: Estudio del Sinterizado de Polímeros Reforzados con Fibras Naturales, Pontificia Universidad Católica del Perú, Perú 2007.
- [124] F.G. Torres, C.L. Aragon, Final Product Testing of Rotational Moulded Natural Fibre Reinforced Polyethylene, *Polymer Testing*, 25 (2006), p. 568-577.
- [125] S.Y. Banerjee, W.D. Bhattacharyya, Modeling of Heat Transfer in Rotational Molding, *Polymer Engineering and Science*, 48: 11 (2008), p. 2188-2197.
- [126] N. Ward, D. Rodrigue, Analysis of Wood Particle Drying For Rotomolding Application, SPE/ANTEC (2012).
- [127] N. Ward, D.Rodrigue, Natural Fiber Reinforced Thermoplastics (NFRTP) Processed By Rotomolding, SPE/ANTEC (2012).
- [128] A. Raymond, D. Rodrigue, Wood Plastics Composites Produced by Rotomolding, SPE/ANTEC (2013).
- [129] H.R. Lopez, J.R. Robledo, P. Ortega, R.M. Jimenez, R. Gonzalez, Rotational Molding of Natural Fibers and Polyethylene Composite Materials, SPE/ANTEC, 2012.
- [130] R.H. Lopez, F.J. Moscoso, P. Ortega, E. Mendizabal, D. Rodriguez, R. Gonzalez, Rotational Molding of Polyethylene Composites Based on Agave Fibers, *Polymer Engineering And Science*, 52:12(2012), p. 2489-2704.
- [131] D. Hoornweg, P. Bhada-Tata, What a Waste: A Global Review of Solid Waste Management, Word Bank, 2012.
- [132] MINSA, Cuarto Informe Nacional de Residuos Sólidos Municipales y No Municipales, 2012.



Capítulo 2

Metodología Experimental

En este capítulo, se diseñara una metodología experimental que permitiría variar los parámetros del proceso de moldeo rotacional de materiales compuestos. En primer lugar, se identificarán los parámetros críticos del proceso y se definirán aquellos que serán variables y constantes. Luego, con estos parámetros se definirá una metodología experimental que permitirá llevar a cabo ensayos de moldeo, durante los cuales, se fabricarán materiales compuestos de diferentes características. La metodología propuesta está constituida por 4 etapas de ensayos de moldeo, a través de las cuales, se fabrican materiales compuestos variando uno u otro parámetro. En la primera etapa, se determinan las temperaturas y tiempos de calentamiento mediante ensayo y error. En la segunda, tercera y cuarta etapa, se evalúa el efecto de la proporción en volumen, del tamaño de partícula y de la temperatura de calentamiento, respectivamente, sobre las propiedades mecánicas de los materiales compuestos. En las últimas 3 etapas, se llevan a cabo ensayos de control (tracción uniaxial) para evaluar el efecto de cada parámetro sobre las propiedades mecánicas, mientras que, en la primera etapa se utiliza un criterio visual para terminar los tiempos y temperaturas adecuados. De la misma forma, se describirán las características generales de los constituyentes de los materiales compuestos. También se describirán los equipos, insumos y herramientas que serán usados a lo largo de la parte experimental. Los procedimientos necesarios para llevar a cabo cada ensayo también serán descritos con detalle.

2.1. Parámetros del proceso de moldeo rotacional de materiales compuestos

El proceso de moldeo rotacional está compuesto de 4 etapas básicas: Carga del material en el molde, calentamiento/rotación del molde, enfriamiento/rotación del molde y desmoldeo del producto. Cada una de estas etapas contempla una serie de parámetros o variables, que al ser combinados adecuadamente, permiten la fabricación de productos de buenas características y propiedades. A este grupo de parámetros conocidos se le debe sumar los parámetros asociados a la composición del material compuesto a fin de evaluar la combinación más conveniente para la fabricación de cierto producto a partir de un determinado material compuesto. Cualquiera sea el caso, no siempre será necesario evaluar todos los valores que cada parámetro puede tomar. Algunos de estos pueden tener valores constantes durante la investigación mientras que otros no. En este sentido, el valor o valores que podría tomar uno u otro dependerán, en esencia, del objetivo trazado para la investigación.

2.1.1. Definición de los parámetros del proceso

Para el proceso de moldeo rotacional de materiales compuestos hay dos grupos de parámetros bien definidos. Mientras que el primer grupo está asociado a los parámetros del proceso en sí, el segundo grupo está relacionado con la composición del material compuesto constituido de una matriz de termoplástica y partículas de madera. La tabla 2.1 muestra una lista completa de todos los parámetros.

Tabla 2.1. Parámetros del proceso de moldeo rotacional de materiales compuesto.

| Parámetro | Etapas | Tipo | Sím. | Unidad |
|---|---------------|-----------|----------|---------------------------------------|
| A. Asociados a la composición del material compuesto | | | | |
| Tamaño de las partículas de madera | Preparación | Variable | MCR_i | [μm] |
| Tamaño de las partículas de plástico | | Constante | PER | [mm.] |
| Proporción en volumen de las P.M. | | Variable | PV_i | [cm^3/cm^3] |
| Método de mezclado | | Constante | [-] | [-] |
| B. Asociados al proceso de moldeo rotacional | | | | |
| Velocidad principal | Rotación | Constante | N_p | [$\text{min}^{-1}/\text{min}^{-1}$] |
| Velocidad secundaria | | Constante | N_s | [$\text{min}^{-1}/\text{min}^{-1}$] |
| Razón de velocidad | | Constante | Ω | [$\text{min}^{-1}/\text{min}^{-1}$] |
| Tiempo de calentamiento | Calentamiento | Variable | t_c | [min] |
| Temperatura nominal del horno | | Variable | T_c | [$^{\circ}\text{C}$] |
| Método de enfriamiento | Enfriamiento | Constante | [-] | [-] |
| Tiempo de enfriamiento | | Constante | t_e | [min] |
| Temperatura de desmoldeo | | Constante | T_e | [$^{\circ}\text{C}$] |

Los parámetros relacionados con velocidades, tiempos y temperaturas del proceso de moldeo fueron descritos en el capítulo anterior, pero algunos parámetros relacionados con el material no. En general, en el campo de los materiales compuestos se suele usar la fracción o proporción en volumen como parámetro que indica la cantidad de cierto constituyente en el material compuesto. También se suele usar proporciones en masa; sin embargo, debido a que es relativamente sencillo calcular el volumen de cierto producto y relacionarlo con las proporciones en volumen y densidades de los constituyentes del material compuesto para calcular sus masas [1] (regla de las mezclas), se prefiere usar proporciones en volumen. Por

otro lado, en la mayoría de las investigaciones, la mezcla de los constituyentes se llevó a cabo manualmente antes de ser cargados en el molde. Sin embargo, también se ha reportado la extrucción de filamentos constituidos de plástico y fibras naturales que se transforman en partículas, a través de un proceso de picado y otro de pulverización, que son usadas en el proceso de moldeo. En este caso, sin importar la condición inicial de los materiales de partida, ambos tienden a sufrir degradación térmica como efecto del calentamiento, la cual afecta las características y propiedades del filamento extruido [2]. Debido a que uno de los objetivos de esta investigación, consiste en usar restos de madera recuperada en su condición actual para reemplazar una cierta cantidad de plástico por partículas de madera, la mezcla de los constituyentes se llevará a cabo manualmente y las partículas de madera no serán tratadas con ninguna técnica para propiciar la adhesión interfásica, ya que, lo que se busca es utilizar la materia prima sin modificarla para no introducir variables, procesos y costos adicionales. De esta manera, ninguno de los constituyentes sufrirá ninguna degradación adicional a la degradación generada en el proceso de moldeo. Por otro lado, para evaluar el efecto de las partículas de madera sobre las propiedades mecánicas de los materiales compuestos, dichos materiales se fabrican empleando de varias proporciones en volumen (*PV*) y varios tamaños de partículas de madera (*MCR*). A todos los procesos necesarios para fabricar estos materiales, se le debe sumar un proceso de tamizado, el cual permitirá la separación de las partículas de madera en varios tamaños. En cuanto al tamaño de las partículas de plástico (*PER*), durante la experiencia, se utilizarán partículas con un tamaño menor o igual al tamaño máximo recomendado. Los valores de los parámetros asociados al material compuesto se detallarán más adelante.

Como el objetivo principal de la investigación es estudiar el sinterizado de materiales compuestos y los parámetros asociados a las velocidades solo influyen sobre la homogeneidad de espesores a lo largo de las paredes del producto final [3-5], entonces, no será necesario evaluar diferentes valores para cada uno de estos parámetros pues esto está fuera del objetivo de la investigación. Sin embargo, ya que para formas simétricas se recomienda que la velocidad principal (N_p), la velocidad secundaria (N_s) y la razón de velocidad (Ω) sean $8 \text{ min}^{-1}/\text{min}^{-1}$, $10 \text{ min}^{-1}/\text{min}^{-1}$ y 4:1, respectivamente [3]; estos valores serán usados siempre y cuando el equipo de moldeo lo permita. Que la homogeneidad de espesores a lo largo de las paredes del producto sea consecuencia de los valores que tomen los parámetros relacionados con la velocidad, se debe a que el material tiende a quedarse en el fondo del molde por las bajas velocidades y la frecuencia con la que cada punto de la superficie interior del molde toca al material define la distribución de espesores a lo largo de las paredes [5]. En este caso, si la temperatura no es uniforme en la superficie interior del molde, el material tiende a adherirse en las zonas más calientes mucho antes que en las zonas más frías [3] sin importar si los valores de los parámetros de velocidad son adecuados, lo cual genera una diferencia de espesores a lo largo de las paredes del producto. Por otro lado, ya que los procesos de sinterizado y densificación están directamente relacionados con el nivel de temperatura del material y el tiempo de calentamiento [6-18], es necesario evaluar los valores que podrían tomar dichos parámetros para conseguir materiales compuestos de buenas características y propiedades. Se sabe que el grado de densificación está relacionado con la cantidad de poros presente en el material, los cuales actúan como concentradores de

esfuerzos y disminuyen el área resistiva del material compuesto; de esta forma, afectan negativamente las propiedades mecánicas del material. Desde este punto de vista, es imprescindible determinar los tiempos y temperaturas de calentamiento adecuados para moldear cierto material compuesto. Si bien la temperatura del aire interior del molde proporciona la información más importante sobre la transformación del material a medida que se calienta y se enfría, no es sencillo recopilar esta información ya que los moldes están girando constantemente durante todo el proceso y, por tanto, se requiere de instrumentos adecuados para obtener dicha temperatura en función del tiempo. A nivel industrial, no siempre es factible medir esta temperatura pues los equipos de moldeo rotacional no están preparados para tal fin. En este sentido, lo práctico es fabricar materiales compuestos variando la temperatura nominal del horno o de calentamiento (T_C) y el tiempo de calentamiento (t_C) según convenga para evaluar como estos afectan el desempeño del material. Estos parámetros serán determinados experimentalmente ya que la temperatura nominal del horno se puede manipular fácilmente con ayuda del sistema de control del equipo. Finalmente, los parámetros relacionados con la etapa de enfriamiento influyen sobre el grado de cristalización (formación de esferulitas) de la material compuesto y este último influye sobre las propiedades mecánicas del material [4,19-23]. Debido al objetivo principal, todos los materiales deben ser enfriados de la misma forma para comparar su desempeño cuando estos son moldeados a diferentes temperaturas y tiempos de calentamiento. Sin embargo, los valores de los parámetros de enfriamiento deben proporcionar las mejores condiciones para obtener materiales de buenas propiedades. Según las características del polímero que se empleará para la investigación, el método de enfriamiento debe proporcionar una disminución lenta de temperatura, lo cual se puede lograr con aire forzado. Asimismo, con el fin de facilitar la manipulación de los moldes para desmoldar los productos, la temperatura superficial exterior del molde o temperatura de desmoldeo (T_E) debe ser 40 °C como máximo y el tiempo de enfriamiento (t_E) debe ser el necesario para alcanzar esta temperatura.

2.1.2. Resumen de los parámetros con valores constantes

Para cumplir con los objetivos de la investigación, los parámetros cuyos valores se mantendrán constantes durante la experiencia se listan en la tabla 2.2.

Tabla 2.2. Parámetros de valores constantes.

| Parámetro | Etapas | Sím. | Valor |
|--|--------------|----------|---|
| A. Asociados a la composición del material compuesto. | | | |
| Tamaño de las partículas de plástico | Preparación | PER | Menor al máximo recomendado |
| Método de mezclado | | [-] | Manual |
| B. Asociados al proceso de moldeo rotacional. | | | |
| Velocidad principal | Rotación | N_p | 8 min ⁻¹ /min ⁻¹ |
| Velocidad secundaria | | N_s | 10 min ⁻¹ /min ⁻¹ |
| Razón de velocidad | | Ω | 4:1 |
| Método de enfriamiento | | [-] | Aire forzado |
| Tiempo de enfriamiento | Enfriamiento | t_E | Necesario para alcanzar T_E |
| Temperatura de desmoldeo | | T_E | 40 °C |

2.2. Diseño de la metodología experimental

Los parámetros del proceso de moldeo rotacional de materiales compuestos han sido identificados y clasificados según su importancia para los objetivos de la investigación. Sin embargo, se debe idear una metodología o estrategia que permita variar los valores de dichos parámetros de forma ordenada y, al mismo tiempo, optimice el trabajo experimental.

2.2.1. Definiciones

Ante de describir la metodología se deben definir algunos conceptos que serán usados a lo largo de la investigación:

- a) **Material compuesto:** Combinación de un material plástico reciclado y restos de madera recuperada que se logra bajo condiciones de moldeo específicas. Se usa la fracción en volumen de las partículas de madera, el tiempo y temperatura de calentamiento para identificarlo.
- b) **Muestra:** Producto final conformado mediante proceso de moldeo rotacional de un determinado material compuesto. Tiene forma cilíndrica.
- c) **Tableta (segmento circular):** Porción de la muestra que se usa como materia prima para la fabricación de una probeta y cuya sección transversal es un segmento circular.
- d) **Probeta:** Pieza de geometría definida que se usa para ensayos y que se obtiene por mecanizado de una tableta.

2.2.2. Metodología experimental

El objetivo principal de la investigación es estudiar el proceso de sinterizado de materiales compuesto de plástico reciclado y madera recuperada fabricados por proceso de moldeo rotacional. Según el objetivo, hay un conjunto de parámetros cuyos valores serán constantes a lo largo de la experiencia mientras que otros no. En este sentido, lo que se busca es determinar aquellos valores de los parámetros bajo los cuales será posible fabricar materiales compuestos de buenas propiedades y características. Para ello será necesario fabricar varias muestras con diferentes tamaños y proporciones en volumen de partículas de madera bajo diferentes tiempos y temperaturas de calentamientos, mientras, que los valores de los parámetros relacionados con las etapas de rotación y enfriamiento se mantienen constantes. A la acción de fabricar muestras bajo ciertas condiciones se le denominará ensayos de moldeo. Para evaluar las condiciones de moldeo que permitan fabricar el material con las mejores propiedades y características, cada material será sometido a un ensayo de control. Debido a que el ensayo de tracción según ASTM D638-14: *Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics* es uno de los más usados para caracterizar materiales plásticos y compuesto [24], dicho ensayo será usado como ensayo de control. Las muestras serán fabricadas usando 3 tamaños de partículas de madera ($MCR3$; $MCR4$; $MCR5$), 6 proporciones en volumen de partículas de madera ($PV1$; $PV2$; $PV3$; $PV4$; $PV5$; $PV6$) y 3 tiempos (t_{c1} ; t_{c2} ; t_{c3}) y 3 temperaturas (T_{c1} ; T_{c2} ; T_{c3}) de calentamiento como se

muestra en la tabla 2.3. Sin embargo, no se descarta la posibilidad de fabricar muestras con tiempos de calentamiento adicionales. En dicha tabla se observa que el conjunto $\{PVi\}$ representa a todas las proporciones en volumen de las partículas de madera; asimismo, se observa que los tiempos y temperaturas de calentamiento cambian según un determinado incremento Δt y ΔT , respectivamente. En cualquier caso, estos dos últimos parámetros serán determinados experimentalmente durante los ensayos de moldeo. Cabe recordar que los parámetros relacionados con la velocidad y el enfriamiento serán constantes.

Tabla 2.3. Ensayos de moldeo - Todas las combinaciones posibles de los parámetros.

| Tiempo de calentamiento | | Temperatura de calentamiento - T_c [°C] | | |
|-------------------------|----------|---|------------------|------------------|
| | | $T_c - \Delta T$ | T_c | $T_c + \Delta T$ |
| t_c [°C] | | T_{c1} | T_{c2} | T_{c3} |
| t_c | t_{c1} | $\{PVi\} - MCR3$ | $\{PVi\} - MCR3$ | $\{PVi\} - MCR3$ |
| | | $\{PVi\} - MCR4$ | $\{PVi\} - MCR4$ | $\{PVi\} - MCR4$ |
| | | $\{PVi\} - MCR5$ | $\{PVi\} - MCR5$ | $\{PVi\} - MCR5$ |
| $t_c + \Delta t$ | t_{c2} | $\{PVi\} - MCR3$ | $\{PVi\} - MCR3$ | $\{PVi\} - MCR3$ |
| | | $\{PVi\} - MCR4$ | $\{PVi\} - MCR4$ | $\{PVi\} - MCR4$ |
| | | $\{PVi\} - MCR5$ | $\{PVi\} - MCR5$ | $\{PVi\} - MCR5$ |
| $t_c + 2\Delta t$ | t_{c3} | $\{PVi\} - MCR3$ | $\{PVi\} - MCR3$ | $\{PVi\} - MCR3$ |
| | | $\{PVi\} - MCR4$ | $\{PVi\} - MCR4$ | $\{PVi\} - MCR4$ |
| | | $\{PVi\} - MCR5$ | $\{PVi\} - MCR5$ | $\{PVi\} - MCR5$ |

$\{PVi\} = \{PV1 ; PV2 ; PV3 ; PV4 ; PV5 ; PV6\}$

Según la tabla 2.3, se deben fabricar 162 muestras de diferentes materiales compuestos. Sin embargo, por cada material se deben fabricar 3 muestras diferentes bajo las mismas condiciones de moldeo con el propósito de conseguir 6 probetas de ensayo de tracción (2 probetas por cada muestra) por cada material. De esta forma, será posible ensayar varias probetas del mismo material para tener certeza de sus propiedades mecánicas. Siguiendo el razonamiento anterior, en total, se deben fabricar 486 muestras y 972 probetas de 162 materiales diferentes. Preparar semejantes cantidad de muestras y probetas no es tarea sencilla, se requiere de una gran cantidad de recursos por lo que no tiene ninguna justificación. Entonces, para optimizar los ensayos de moldeo, estos se llevarán a cabo en 4 etapas.

En la primera etapa, conocida también como etapa de ensayos previos, se determinaran los tiempos y temperaturas de calentamiento a ensayo y error.

En la segunda etapa, los ensayos de moldeo se llevarán a cabo considerando 1 temperatura de calentamiento (T_{c2}), 3 tiempos de calentamiento diferentes (t_{c1} ; t_{c2} ; t_{c3}), 6 proporciones en volumen ($PV1$; $PV2$; $PV3$; $PV4$; $PV5$; $PV6$) y un tamaño determinado de partículas de madera ($MCR5$). Se debe resaltar que tanto la temperatura como el tiempo de calentamiento serán determinados durante la primera etapa de los ensayos de moldeo y estos valores serán usados a lo largo de las demás etapas. De la misma forma, los valores de los parámetros relaciones con las velocidades y la etapa de enfriamiento son los que se muestran en la tabla 2.2. Por otra parte, con el fin de organizar los ensayos de moldeo de la primera etapa, la tabla 2.4 muestra cómo se combinaran los valores de las variables. En base

a los resultados de los ensayos de control de las muestras fabricadas, se determinará el material de las mejores propiedades mecánicas en tracción. En otras palabras, con los ensayos de control de la primera etapa, será posible determinar la proporción en volumen de las partículas de madera (PVi), bajo los cuales, es posible fabricar materiales de buenas propiedades. De la misma forma, los resultados de los ensayos de moldeo de la segunda etapa permiten evaluar como la proporción en volumen afecta las propiedades mecánicas del material.

Tabla 2.4. Segunda etapa de los ensayos de moldeo – Efecto de la proporción en volumen.

| Tiempo de calentamiento | | Temperatura de calentamiento – T_c [°C] | | |
|---|----------|---|----------|------------------|
| | | $T_c - \Delta T$ | T_c | $T_c + \Delta T$ |
| t_c [°C] | | T_{c1} | T_{c2} | T_{c3} |
| t_c | t_{c1} | { PVi } – MCR5 | | |
| $t_c + \Delta t$ | t_{c2} | { PVi } – MCR5 | | |
| $t_c + 2\Delta t$ | t_{c3} | { PVi } – MCR5 | | |
| { PVi } = { $PV1$; $PV2$; $PV3$; $PV4$; $PV5$; $PV6$ } | | | | |

En la tercera etapa, los ensayos de moldeo se llevarán a cabo considerando la misma temperatura de calentamiento (T_{c2}), 4 tiempos diferentes (t_{c1} ; t_{c2} ; t_{c3} ; t_{c4}), dos tamaños de partículas de madera ($MCR3$; $MCR4$) y las mismas condiciones de velocidad y enfriamiento de la primera etapa. La tabla 2.5 muestra estos valores de forma organizada. Asimismo, los resultados de los ensayos control de estos materiales, permitirán evaluar el efecto del tamaño de las partículas sobre las propiedades del material compuesto. En base a esta evaluación, se determinará el tamaño de partículas de madera ($MCRi$) que proporciona las mejores propiedades mecánicas en tracción bajo ciertas condiciones de moldeo.

Tabla 2.5. Tercera etapa de los ensayos de moldeo – Efecto del tamaño de partícula.

| Tiempo de calentamiento | | Temperatura de calentamiento – T_c [°C] | | |
|-------------------------|----------|---|----------|------------------|
| | | $T_c - \Delta T$ | T_c | $T_c + \Delta T$ |
| t_c [°C] | | T_{c1} | T_{c2} | T_{c3} |
| t_c | t_{c1} | $(PVi) - MCR3$ | | |
| | | $(PVi) - MCR4$ | | |
| $t_c + \Delta t$ | t_{c2} | $(PVi) - MCR3$ | | |
| | | $(PVi) - MCR4$ | | |
| $t_c + 2\Delta t$ | t_{c3} | $(PVi) - MCR3$ | | |
| | | $(PVi) - MCR4$ | | |
| $t_c + 3\Delta t$ | t_{c4} | $(PVi) - MCR3$ | | |
| | | $(PVi) - MCR4$ | | |

En la cuarta y última etapa, los ensayos de moldeos se llevarán a cabo considerandos dos temperaturas de calentamiento (T_{c1} ; T_{c3}), 4 tiempos diferentes (t_{c1} ; t_{c2} ; t_{c3} ; t_{c4}), 1 tamaño de partículas de madera ($MCRi$) y las mismas condiciones de velocidad y enfriamiento de la primera etapa. En este caso, lo que se busca es evaluar cómo cambian las propiedades mecánicas según diferentes temperaturas de calentamiento. La tabla 2.6 muestra cómo se combinan estas variables para los ensayos de moldeo de esta etapa.

Tabla 2.6. Cuarta etapa de los ensayos de moldeo – Efecto de la temperatura.

| Tiempo de calentamiento | | Temperatura de calentamiento – T_c [°C] | | |
|-------------------------|----------|---|----------|------------------|
| | | $T_c - \Delta T$ | T_c | $T_c + \Delta T$ |
| t_c [°C] | | T_{c1} | T_{c2} | T_{c3} |
| t_c | t_{c1} | $(PVi) - MCRi$ | | $(PVi) - MCRi$ |
| $t_c + \Delta t$ | t_{c2} | $(PVi) - MCRi$ | | $(PVi) - MCRi$ |
| $t_c + 2\Delta t$ | t_{c3} | $(PVi) - MCRi$ | | $(PVi) - MCRi$ |
| $t_c + 3\Delta t$ | t_{c4} | $(PVi) - MCRi$ | | $(PVi) - MCRi$ |

En cada una de las etapas, se debe fabricar un número de muestras mínimo para llevar a cabo los ensayos de control. Según las condiciones del ensayo de control, se requieren al menos 5 probetas por cada material para tener certeza de los resultados. Entonces, por cada muestra, que está constituida de un solo material compuesto, se fabricarán 3 réplicas (repeticiones) bajo las mismas condiciones de moldeo. De cada muestra se obtendrán 2 tabletas, a partir de las cuales, se mecanizarán 2 probetas para ensayo de tracción. La tabla 2.7 muestra un resumen de la cantidad de materiales, muestras, tabletas y probetas. En la primera etapa, se deben fabricar al menos 10 muestras para determinar los tiempos y temperaturas, sin embargo, estas no están consideradas en la tabla 2.7.

Tabla 2.7. Número total de materiales, muestras, tabletas y probetas.

| Etapa | Materiales Compuesto | Muestras o Repeticiones | Tabletas | Probetas para Ensayo de Tracción |
|--------------|----------------------|-------------------------|--------------------|----------------------------------|
| | [–] | RE | TA | PR |
| | MC | $RE = 3 \times MC$ | $TA = 2 \times RE$ | $PR = TA$ |
| Primera | 18 | 54 | 108 | 108 |
| Segunda | 8 | 24 | 48 | 48 |
| Tercera | 8 | 24 | 48 | 48 |
| Total | 34 Materiales | 102 Muestras | 204 Tabletass | 204 Probetas |

Entonces, la metodología propuesta permite evaluar varios de los parámetros del proceso de moldeo rotacional de materiales compuesto, sobre todo, aquellos relacionados con los constituyentes del material y la etapa de calentamiento del proceso de moldeo. Cada vez que se va a evaluar el efecto de un parámetro sobre las características y propiedades de cierto material, a dicho parámetro se le asignan varios valores, mientras que, los valores de los otros parámetros se mantienen constantes. Luego, con ensayos de control, se determina el valor más adecuado de ese parámetro y, después, se usa como parámetro constante y se evalúa el efecto de los otros parámetros sobre las características del material compuesto. Si bien con esta clase de metodología no es posible conocer las propiedades de todas las combinaciones de materiales compuestos, como las que se muestran en la tabla 2.3, esta metodología permite evaluar las tendencias de las propiedades y su relación con los parámetros del proceso.

2.3. Materiales, equipos e instrumentos.

En esta sección se hará una descripción de las características generales de los constituyentes de los materiales compuestos. De la misma manera, se describirán las características de todos los equipos que se emplearán a lo largo de la investigación para la fabricación de los

materiales compuestos, la preparación de las muestras y el desarrollo de ensayos de caracterización, moldeo y control.

2.3.1. Materiales

Los materiales compuestos que se fabricarán están constituidos de una matriz de polietileno y partículas de madera. Cuando forman parte de un material, las partículas de madera están presentes en una determinada proporción en volumen que caracteriza a cada material. Se sabe que ambos constituyentes son de naturaleza incompatible y, que es posible, que las partículas sean tratadas por algún método para fomentar la adherencia interfásica [25-31]. Sin embargo, debido a los alcances de la investigación, esto no se llevará a cabo pues se desea aprovechar materiales reciclados y recuperados sin cambiar demasiado su condición inicial.

A. Polietileno

Uno de los constituyentes de los materiales compuestos es el polietileno de alta densidad (HDPE o PEAD). Dado que el proceso de reciclado trae consigo una serie de procesos adicionales como la selección, identificación y limpieza de la materia prima (entre otros procesos), los cuales son complicados pues requieren de técnicas específicas para llevarse a cabo [32], entonces, a fin de simplificar el proceso y usar un lote homogéneo de materia prima, se llevó a cabo una especie de simulación del proceso de reciclado. En este sentido, el polietileno proviene de un gran lote de tapas que se usan para sellar botellas fabricadas de tereftalato de polietileno (PET). Estas tapas fueron fabricadas por proceso de inyección rápida en la empresa Alusud Perú S.A. y, debido a la naturaleza de dicho proceso, el polietileno de alta densidad que se emplea tiene características particulares. La materia prima (polietileno de alta densidad virgen) que se usa para fabricar las tapas es proporcionada por la empresa internacional Borealis y algunas de sus características y propiedades se especifican en la tabla 2.8. Según Borealis [33], el polietileno que sintetizan, cuyo nombre comercial es BorPure™ MB6562, es un polímero bimodal diseñado especialmente para procesos de inyección y moldeo por compresión. Este tipo de polietileno de alta densidad se caracteriza por tener excelentes propiedades organolépticas, buena resistencia al *cracking* en ambientes exteriores, alta fluidez y buena resistencia al impacto en ambientes de bajas temperaturas. Como está destinado para ser usado en la fabricación de tapas contiene un lubricante que permite una fácil apertura.

El proceso de moldeo rotacional requiere que el tamaño de las partículas de plástico sea menor a 500 μm (35 Mesh) a fin de asegurar un buen factor de empaquetamiento, reducir los espacios vacíos entre partículas, reducir la porosidad del producto final y la cantidad de burbujas de aire atrapadas en el estado de fusión y mejorar la transferencia de calor [34-38]. Para tal fin, las tapas de polietileno serán picadas y, después, pulverizadas a fin de asegurar que el tamaño de las partículas sea menor al tamaño máximo recomendado. Las tapas se pican en un molino de cuchillas hasta alcanzar un tamaño menor a 3/8 pulg. Más tarde, se introducen dentro un equipo de pulverizado que consta de un disco con dientes fijo y otro que rota. Debido a la fricción del proceso, las partículas se calientan y, para disminuir la temperatura, los discos contienen canales por donde circula agua a temperatura ambiente.

Los servicios de picado y pulverización se encargarán a la empresa Unitrade S.A.C. La figura 2.1 muestra tapas en diferentes condiciones.

Tabla 2.8. Características y propiedades del polietileno BorPure™MB6562 [33].

| Propiedad | Valor | Norma |
|--|-------------------------|--------------|
| Densidad | 0,955 g/cm ³ | ISO 1183 |
| Índice de fluidez (190°C/2,16 kg) | 1,5 g/10min | ISO 1133 |
| Módulo elástico (50 mm/min) | 900 MPa | ISO 527-2 |
| Resistencia a la fluencia (50 mm/min) | 23 MPa | ISO 527-2 |
| Deformación unitaria a la fluencia | 10 % | ISO 527-2 |
| Resistencia al <i>cracking</i> en exteriores | 180 h | ASMT D1693-B |
| Temperatura de fusión | 190 – 250 °C | [–] |
| Contracción | 1 – 2 % | [–] |



Figura 2.1(a). Tapas de polietileno.



Figura 2.1(b). Tapas de picadas.



Figura 2.1(c). Tapas de pulverizadas.

Figura 2.1. Tapas de polietileno de alta densidad en diferentes condiciones.

B. Madera

El otro de los constituyentes de los materiales compuestos son partículas de madera capirona recuperadas que han sido recolectadas de diferentes fábricas de muebles ubicadas en el distrito de Villa el Salvador, Lima, Perú. Este caso se usa el término recuperado para

enfatar que las partículas de madera no provienen de un lote constituido por materiales de diversa índole (plásticos, metales, cerámicos u otros materiales), como es el caso de materiales reciclados, sino que estas partículas provienen de lotes que están constituidos de un solo tipo de madera y no están mezclados con nada más. De este modo, las partículas de madera provienen de residuos generados por procesos de corte con arranque de material, por lo que al final, estos residuos son considerados como desechos sin valor. Sin embargo, en muchos casos se usan como materia prima para la fabricación de madera de ingeniería (aglomerados de madera y sus derivados), elaboración de combustibles (biomasa) y compost; también, se usan como abono, acondicionador de suelos, harina de madera, entre otros [39]. En este caso, los restos de madera capirona recuperada serán usados en su condición actual como elementos que sustituirán al polietileno en una determinar proporción en volumen y combinados de tal forma que podrán ser usados como un nuevo material.

Con el fin de evaluar el efecto del tamaño de las partículas de madera sobre las propiedades de los materiales, se evaluarán tres tamaños de madera según se muestra en la tabla 2.9. La selección de tamaños se llevará a cabo empleando varios tamaños de mallas de dimensiones estandarizadas según ASTM E11-15: *Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves* [40]. Se observa que no es posible conseguir un tamaño único de partícula por lo que las designaciones (MCR_i) hacen referencia a un grupo de tamaños. Según el tamaño de las partículas las que pertenecen al grupo MCR_5 se pueden clasificar como regulares y los otros grupos se pueden clasificar como partículas grandes [41,42]. Estrictamente, los grupos MCR_4 y MCR_5 son los únicos que puede ser considerados como polvo de madera (*wood flour*) pues el tamaño de sus partículas es menor a $850 \mu\text{m}$ (20 Mesh) [41]. El proceso de separación de tamizado se llevará a cabo manualmente por lo que es complicado obtener valores menores a $500 \mu\text{m}$. Sin embargo, los tamaños a evaluar constituyen dos grupos importantes pues las partículas están clasificadas regulares y grandes con lo cual será posible evaluar el efecto de dos grupos de tamaños diferentes.

Tabla 2.9. Tamaños de las partículas de madera.

| Designación del tamaño de las partículas de madera | Malla retenida | Malla pasante | Tamaños de partículas |
|--|-----------------------|-----------------------|----------------------------|
| MCR_i | $M_R - [\text{Mesh}]$ | $M_P - [\text{Mesh}]$ | $T_{n1} - [\mu\text{m}]$ |
| MCR_3 | 18 | 10 | $1\ 000 < T_{n3} < 2\ 000$ |
| MCR_4 | 35 | 18 | $500 < T_{n4} < 1\ 000$ |
| MCR_5 | [-] | 35 | $T_{n5} < 500$ |

Por otra parte, también se busca evaluar la influencia de diferentes proporciones en volumen de partículas de madera sobre las propiedades mecánicas. Con este fin, los materiales compuestos serán fabricados según 6 proporciones en volumen como se muestra en la tabla 2.10. En investigaciones relacionadas con materiales compuestos de plástico y madera fabricados por proceso de moldeo rotacional [43-47], se han usado varias de las proporciones que se listan en la tabla 2.10 a fin de comparar los resultados. De la misma forma, se fabricarán muestras que estén constituidas solamente por polietileno de alta densidad a fin de comparar sus propiedades respecto a de los materiales compuesto. En la figura 2.2 se observan los diferentes tamaños de las partículas de madera luego de haber sido tamizadas.

Por otra parte, dentro del grupo de investigación de materiales compuestos de la PUCP, se han llevado a cabo varios ensayos de caracterización. La tabla 2.11 muestra los resultados.

Tabla 2.10. *Proporciones en volumen de las partículas de madera.*

| Designación de la proporción en volumen de las partículas de madera | Valor |
|---|---------------------------------|
| PVi | $10^2 \times PVi - [cm^3/cm^3]$ |
| PV1 | 0 |
| PV2 | 10 |
| PV3 | 15 |
| PV4 | 20 |
| PV5 | 25 |
| PV6 | 30 |



Figura 2.2(a). *Grupo de partículas MCR3.*



Figura 2.2(b). *Grupo de partículas MCR4.*



Figura 2.2(b). *Grupo de partículas MCR5.*

Figura 2.2. *Partículas de madera capirona según varios grupos de tamaños*

Tabla 2.11. Características físico-químicas de la madera capirona [48] – Porcentajes en peso.

| Característica | Valor | Norma |
|--|--------------|---------------|
| Contenido de humedad | 14,06% | ASTM E871-06 |
| Contenido de cenizas | 2,11% | ASTM D1102-07 |
| Contenido de componentes grasos solubles en hexano | 1,03% | ASTM D1105-07 |
| Cont. Componentes orgánicos solubles en agua/metanol | 3,55 – 6,09% | ASTM D1105-07 |
| Contenido de lignina Klason | 22,41% | ASTM D1106-07 |

2.3.2. Equipos

A. Moldes

Para la fabricación de las muestras se usarán 6 moldes cilíndricos. Cada molde se fijará a un disco circular con tornillos de tal forma que soportará 3 moldes al mismo tiempo como observa en la figura 2.3. Asimismo, las características generales de los moldes se muestran en la tabla 2.12.



Figura 2.3(a). Molde circular.



Figura 2.3(b). Arreglo de moldes.

Figura 2.3. Moldes circulares.

El diseño y fabricación de los moldes se llevó durante la etapa intermedia de uno de los proyectos de investigación del grupo de materiales compuesto de la PUCP [49]. Una de las principales ventajas de las formas circulares respecto a las rectangulares es que no tienden a sufrir deformaciones debido a la contracción volumétrica bajo enfriamiento asimétrico pues están constituidos de una sola pared cuya contracción es uniforme en la dirección radial. Las formas rectangulares tienen múltiples paredes planas que son susceptibles a sufrir achatamiento en la zona central (alabeo) cuando el espesor de la muestra es pequeño y el enfriamiento es asimétrico y, por tanto, no es posible obtener probetas a partir de muestras con estos defectos. Por otro lado, mecanizar probetas en superficies curvas presenta ciertos inconvenientes ya que no es sencillo sujetar los segmentos de arco debido a su forma. Asimismo, las probetas que se obtengan no serán completamente planas, sin embargo, las dimensiones de los moldes han sido establecidas de tal manera que la curvatura final sea imperceptible. Asimismo, la altura de la muestra circular compensa la deformación volumétrica en esa dirección, de esta forma, las probetas solo serán mecanizadas del cuerpo.

Tabla 2.12. Características generales de los moldes (valores nominales).

| Parámetro | Valor | Unidad |
|---|-------------------------|-------------------|
| Material | AISI 316 | [-] |
| Densidad [50] | 8 238 | Kg/m ³ |
| Calor específico a presión constante [50] | 468 | J/kg K |
| Conductividad térmica [50] | 13,4 | W/m K |
| Difusividad térmica [50] | 3,48 x 10 ⁻⁶ | m ² /s |
| Diámetro superior interno | 215 | mm |
| Diámetro inferior interno | 200 | mm |
| Altura interior | 185 | mm |
| Espesor | 1/8 | pulg |
| Angulo de salida o desmoldeo | 2,32 | grado |
| Área superficial interior | 0,188 | m ² |
| Área superficial exterior (cuerpo y platos) | 0,272 | m ² |
| Volumen (cuerpo y platos) | 769,5 | cm ³ |
| Masa | 6,34 | kg |

B. Equipos para caracterización de las partículas de plástico y madera

B.1. Mufla eléctrica

La mufla eléctrica usa convección forzada de aire para calentar. Su temperatura máxima de trabajo es 300 °C y precisión de ± 1 °C. El calentamiento se da por unas resistencias eléctricas que trabajan a 220V y el flujo de aire es originado por un ventilador radial. La figura 2.4 muestra una fotografía de la mufla.

B.2. Balanza analítica

El tipo de balanza que se empleará para los ensayos de densidad e índice de fluidez es Mettler Toledo Clase ML503 como se muestra en la figura 2.5. La balanza tiene una resolución de 0,001 g y tiene una capacidad de 520g. Tiene piezas especiales para llevar a cabo ensayos de densidad por desplazamiento como se observa en la misma figura.

B.3. Esteroscopia óptica

Para fotografiar las superficies interiores de las muestras y evaluar el nivel de sinterizado se utilizará un estereoscopio Leica S6D que tiene acoplado una cámara fotográfica Leica DFC320. Con el equipo es posible hacer aumentos que van desde 6,3 hasta 40 y como está conectado a la computadora, es posible etiquetar fotos, cambiar brillo, color y contraste de cada imagen. En la figura 2.6 se muestra una fotografía del equipo.

B.4. Microscopio electrónico de barrido

Para analizar la forma de las partículas de plástico y madera y evaluar la porosidad de los materiales compuestos se empleará un microscopio electrónico Quanta SEM 650 con detector EDS como se muestra en la figura 2.7. Se pueden posicionar hasta 8 muestras pequeñas al mismo tiempo y se pueden ver imágenes con una resolución de 5 nm. También es posible evaluar composición química.

B.5. Calorímetro diferencial

Con el fin de identificar las propiedades térmicas de los constituyentes y los materiales compuestos un Calorímetro Diferencial Júpiter STA 449 F3 Netzsch para llevar a cabo ensayos de DSC y TGA. Este equipo puede trabajar en un rango de temperaturas entre -150 y $2\ 400$ °C, tiene una capacidad de $35\ 000$ mg y puede calentar o enfriar a tasas que van desde $0,001$ °C /min hasta 50 °C /min. Las resoluciones de los ensayos DSC y TGA son menores a $1\ \mu\text{W}$ y $0,1\ \mu\text{g}$, respectivamente. La figura 2.8 muestra una fotografía del equipo.

B.6. Plastómetro

Para medir el índice de fluidez del plástico y los materiales compuestos se utilizará un equipo de índice de fluidez Zwick/Roell CFlow como se muestra en la figura 2.9. El equipo puede trabajar con cargas comprendidas entre $0,325$ y $21,6$ kg y con temperaturas desde 125 a 400 °C, tiene una exactitud de $0,1$ °C y no requiere una conexión a computadora.



Figura 2.4. Mufla eléctrica.



Figura 2.5. Balanza analítica.



Figura 2.6. Estereoscopio.



Figura 2.7. SEM Quanta 650 – FEI.



Figura 2.8. Cal. Diferencial Júpiter STA 449 F3.



Figura 2.9. Plastómetro Zwick/Roell CFlow.

C. Equipo de moldeo rotacional

Los ensayos de moldeo se realizarán en las instalaciones de la empresa New Imagine S.C.R.L. Ésta cuenta con un equipo de moldeo rotacional en línea (tipo *shuttle*) diseñado y fabricado por ellos mismos. El equipo está compuesto por tres sistemas independientes: una cámara de calentamiento, un brazo de recto de rotación y un sistema de enfriamiento. La cámara de calentamiento usa quemadores de gas licuado de petróleo (GLP) para elevar la temperatura del aire de la cámara. Este aire caliente circula con ayuda de un ventilador centrífugo por lo que la transferencia de calor entre los moldes y dicho aire es por convección forzada. Las paredes del horno están aisladas con cerámicos refractarios y cuenta con una puerta delantera y otra posterior por lo que las etapas de calentamiento y enfriamiento se pueden llevar a cabo en paralelo. El sistema de control cuenta con una única termocupla situada en la esquina superior trasera de la cámara que mide la temperatura de ese punto permanentemente. Debido al diseño del sistema de control, la temperatura del aire de la cámara varía $\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ respecto a la temperatura preestablecida (temperatura nominal, de trabajo o de calentamiento) durante toda la etapa de calentamiento. Por ejemplo, si la temperatura de calentamiento preestablecida es $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, los quemadores permanecerán encendidos hasta que la termocupla mida una temperatura de $310\text{ }^{\circ}\text{C}$; en ese instante, los quemadores se apagarán y, cuando la temperatura haya disminuido hasta $290\text{ }^{\circ}\text{C}$, se volverán encender y permanecerán así hasta que la temperatura del aire vuelva a alcanzar los $310\text{ }^{\circ}\text{C}$. Con este tipo de control no es posible que la temperatura dentro del horno sea uniforme pues, debido a la posición de la termocupla, el sistema de control solamente asegura que la temperatura del punto más alejado respecto a los quemadores fluctúe entre un valor inferior y otro superior. Eso significa que la temperatura del aire que está cerca de los moldes siempre será mayor al valor que mide la termocupla pues dicho moldes están próximos a la salida del aire caliente. Debido a las deficiencias del sistema de control y con el fin de determinar una temperatura más coherente de la etapa de calentamiento, se usará una termocupla de espada para medir la temperatura del aire que está más cerca a los moldes. La puerta posterior cuenta con un agujero, necesario para que el sistema de rotación posterior pueda funcionar, en donde se colocará dicha termocupla.

Por otro lado, el sistema de rotación está constituido por un brazo recto que puede cargar hasta dos arreglos de moldes al mismo tiempo. Si bien, el sistema cuenta con un brazo delantero y otro posterior para que las etapas de calentamiento y enfriamiento se lleven a cabo en paralelo, no se utilizará el brazo posterior (brazo tipo codo) porque su diseño no permite el montaje del arreglo de moldes y, además, la puerta posterior debe quedar libre para medir la temperatura con la termocupla de espada. Se debe resaltar que el brazo recto consta de una serie de piezas que pueden ser desmontadas y reemplazadas por las piezas de un brazo tipo codo por lo que uno u otro puede ser usado según se requiera. El brazo recto que se empleará para los ensayos de moldeo está montado sobre una estructura rígida, que puede desplazarse linealmente sobre unos rieles de sección en C, y cuenta con dos motores independientes que proporcionan la fuerza necesaria para rotar los moldes. El brazo está constituido por dos sistemas de rotación independientes que trabajan juntos para generar el movimiento biaxial que caracteriza al proceso del moldeo rotacional. El sistema de rotación principal está constituido por un eje macizo que hace rotar la carga alrededor del eje tubular. Por un lado, se apoya en una bocina fija al eje tubular y por el otro extremo se apoya en una chumacera partida. Una caja solida se fija al eje solida con un pasador que proporciona la fuerza para rotar el conjunto alrededor del eje tubular. Su velocidad no se puede cambiar y tiene un valor de $8,0 \text{ min}^{-1}$ (RPM). Por otro lado, el sistema de rotación secundario está constituido por un eje tubular en cuyo extremo se ha soldado un piñón cónico. Sobre la caja solida se ha ensamblado un par cruces que permiten posicionar los arreglos moldes. Una de las cruces cuenta con una rueda cónica que engrana con el piñón y permite cambiar la dirección de giro. De esta forma, el sistema de rotación secundario es capaz de rotar la carga en alrededor de un eje perpendicular al tubo. Su velocidad no se puede cambiar y tiene un valor de $3,5 \text{ min}^{-1}$ (RPM). Cuando ambos sistemas trabajan juntos la razón de velocidad, calculada según la ecuación 1.1, es aproximadamente 2:1. Según la tabla 1.1 del capítulo 1, para la forma que se desea fabricar (muestras cilíndricas), las velocidades de rotación principal, de rotación secundaria y la razón de velocidad recomendados son 8 min^{-1} , 10 min^{-1} y 4:1, respectivamente. Se observa que la velocidad secundaria dista del valor recomendado y afecta, al mismo tiempo, el valor de la razón de velocidad. Sin embargo, estos valores no son definitivos y dependen de la distribución de temperaturas a lo largo del molde y de la posición de estos, por tanto, el uso de valores diferentes a los recomendados no necesariamente implica que el producto tendrá espesores no uniformes. Por otro lado, las velocidades de giro de ambos sistemas cambian de dirección cada 2 minutos con el fin de promover una mejor distribución del material a lo largo de las paredes del producto. La figura 2.10 muestra una fotografía del brazo de rotación.

El sistema de enfriamiento está constituido por un ventilador axial que se ubica fuera de la cámara de calentamiento, tiene una potencia de 1,5 hp y gira a $1\,486 \text{ min}^{-1}$ (RPM). Se ubica 90 cm respecto del eje central del sistema de rotación y, debido a que está muy cerca del piso, se ha girado de tal forma para que el aire forzado pueda bañar a los moldes. La velocidad del aire a la salida del ventilador tiene un valor promedio de $7,0 \text{ m/s}$ y, como el diámetro del rotor es 0,60 m, el caudal promedio es $3,5 \text{ m}^3/\text{s}$. Estas condiciones son las que se emplearán a lo largo de la etapa de enfriamiento de cada muestra. La figura 2.11 muestra

una foto de la cámara de calentamiento y el ventilador. Por otro lado, la tabla 2.13 muestra un resumen de las características del equipo.



Figura 2.10. Equipo de moldeo rotacional – Sistema de rotación con moldes acoplados.



Figura 2.11. Equipo de moldeo rotacional – Cámara de calentamiento y ventilador.

Tabla 2.13. Resumen de las características del equipo.

| Parámetro | Valor |
|--|----------------------------|
| Velocidad principal | 8,0 min ⁻¹ |
| Velocidad secundaria | 3,5 min ⁻¹ |
| Razón de velocidad | 2:1 |
| Tiempo de cambio de sentido de giro | 2 min |
| Combustible | GLP |
| Variación de la temperatura de la cámara | ±10 °C |
| Mecanismo de transferencia de calor | Convección forzada de aire |
| Posición respecto al eje tubular | 90 cm |
| Velocidad de giro del rotor | 1 486 min ⁻¹ |
| Velocidad del aire a la salida del rotor | 7,0 m/s |
| Caudal de aire a la salida del rotor | 3,5 m ³ /s |

D. Equipo para mecanizado de probetas

La fabricación de las probetas (mecanizado) se llevó a cabo en las instalaciones de la empresa R. Doy Industrial S.A.C. – Ikasa Comodoy. La empresa cuenta con un equipo de control numérico Shandong Chencan Machinery CC-M1325A que tiene 3 grados de libertad por lo que puede desplazarse en los ejes X, Y, Z con la ayuda de servomotores. El eje vertical es el encargado de realizar las operaciones de corte con ayuda de una fresa y se desplaza en el plano XY para generar la forma deseada. El equipo está preparado para trabajar con formatos del programa CorelDraw. Una fotografía se muestra en la figura 2.12.

E. Equipo de ensayo de tracción

El ensayo de tracción se llevará con ayuda de un equipo Zwick/Roell Z050 como se observa en la figura 2.13. El equipo cuenta con un extensómetro que permite medir los desplazamientos con una resolución de 0,0163 μm. Asimismo, puede proporcionar una carga máxima de 50 kN y el cabezal se puede desplazar a una velocidad máxima de 600 mm/min.

*Figura 2.12. Equipo de control numérico.**Figura 2.13. Equipo para ensayo de tracción.*

2.3.3. Instrumentos

A. Tamices

Para separar las partículas de madera por tamaños, se utilizarán 5 mallas de diferentes tamaños como se muestra en las figuras 2.13(a), (b) y (c). Si bien los tamaños están estandarizados, el tamaño de malla varía según cada fabricante y la norma tiene variaciones admisibles para cada tamaño. Según los datos del fabricante (Polimetales S.A.C.), el tamaño real de las mallas cumplen con la norma. Un resumen se muestra en la tabla 2.14.

Tabla 2.14. Tamaños de las mallas – ASTM E11-15.

| Designación | Tamaño Nominal | Tamaño Real (*) |
|-------------|-------------------|--------------------|
| MCR1 | Mesh 3½ – 5,60 mm | 5,55 mm – Nro. 4NE |
| MCR2 | Mesh 6 – 3,35 mm | 3,33 mm – Nro. 6 |
| MCR3 | Mesh 10 – 2,00 mm | 1,91 mm – Nro. 10 |
| MCR4 | Mesh 18 – 1,00 mm | 1,06 mm – Nro. 18 |
| MCR5 | Mesh 35 – 0,50 mm | 0,480 mm – Nro. 35 |

(*) Catalogo Polimetales S.A.C.

B. Balanza

Para medir la masa de los constituyentes se utilizará una balanza Kambor EK5055, cuyo error es de $\pm 1g$, como se muestra en la figura 2.15.



Figura 2.14(a). Malla MCR1.

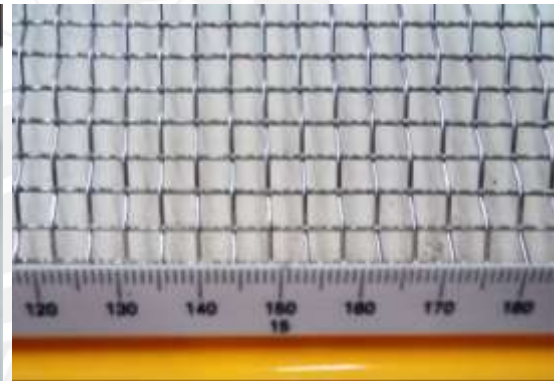


Figura 2.14(b). Malla MCR1 – Referencial.



Figura 2.14(c) Juego de mallas.



Figura 2.15. Balanza, pala y vaso de precipitados.

C. Termocupla de espada

Para medir la temperatura dentro de la cámara de calentamiento se usará una termocupla de espada tipo K, como se muestra en la figura 2.16, que tiene un longitud de 30 cm y mango de madera para fácil manipulación. El *display* de la termocupla puede indicar temperaturas entre 200 °C y 1 371 °C con un error de ± 1 °C. Es necesario el uso de guantes para evitar quemaduras pues, durante la medición, las manos están cerca de la pared posterior de la cámara de calentamiento.

D. Termómetro infrarrojo (pirómetro)

Para medir la temperatura superficial de los moldes y de las muestras se empleará un termómetro infrarrojo cuyo rango de temperaturas está entre 50 °C y 900 °C. Tiene un error de $\pm 1,5$ °C, una resolución de 0,1 °C y un tiempo de respuesta de 500 ms. La emisividad se puede ajustar en función del tipo de superficie. Una foto se muestra en la figura 2.16



Figura 2.16. Termocupla de espada tipo K, display termómetro infrarrojo y guantes.

2.4. Procedimientos

En la siguiente sección se describirán todos los pasos necesarios para llevar a cada uno de los ensayos de la investigación.

2.4.1. Caracterización de los constituyentes y materiales compuestos

A. Ensayo de densidad

Este ensayo se llevará a cabo para determinar la densidad de la madera capirona seca cuyo valor es indispensable para calcular las masas de plástico y de madera de un material compuesto de cierta proporción en volumen. En este caso, la densidad de la madera será determinada por inmersión y desplazamiento volumétrico (Método de ensayo B – Modo I) según la norma ASTM D2395-14: *Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Wood and Wood-Based Materials* [51] ya que las probetas fueron recolectadas de montículos de restos de madera y, por tanto, tienen forma irregular. Para determinar la densidad se deben seguir los siguientes pasos:

- i) Seleccionar 5 muestras representativas de entre los restos recuperados de madera capirona.

ii) Secar las muestras dentro de un horno de convección forzada de aire (mufla) a 103 ± 2 °C durante 24 horas de tal forma que toda la humedad haya sido eliminada.

iii) Medir la masa seca de todas las muestras (m_{cs}) con un error de $\pm 0,2\%$ o menos; esto se logra con ayuda de la balanza Mettler Toledo.

iv) Preparar la balanza como se muestra en la figura 2.5. Del pórtico, que está hecho de un alambre doblado, se cuelga un plato, hecho de un alambre doblado en forma espiral, que se sumerge junto con la muestra.

v) Medir la masa del lastre (m_L) (peso adicional que sirve para ayudar a sumergir la muestra completamente). Tomar una de las muestras y acoplarla al lastre con un anillo elástico de tal forma que no se puedan separar. Colocar ambos elementos sobre el plato de alambre espiral y sumergirlos dentro del vaso de agua. Inmediatamente, medir la masa de la muestra de madera y lastre completamente sumergido (m_{cL}) proporcionado por la balanza y anotar ese valor. Repetir para las 4 muestras restantes.

vi) Finalmente, la densidad absoluta de la madera capirona seca (ρ_{MC}) se puede calcular según la ecuación 2.1, donde la densidad del agua (ρ_{H_2O}) es $0,998$ g/cm³ según la norma.

$$\rho_{MC} = \frac{m_{cs} \cdot \rho_{H_2O}}{m_{cs} + (m_L - m_{cL})} \text{ [g/cm}^3\text{]} \quad \text{Ecuación 2.1}$$

B. E. Calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis térmico gravimétrico (TGA)

En ambos casos, el objetivo de estos ensayos es calentar o enfriar cierto material bajo una determinada velocidad para determinar propiedades térmicas. En este sentido, las condiciones de ensayo son de suma importancia y se muestran en la tabla 2.15. Asimismo antes, del ensayo el equipo debe ser calibrado adecuadamente.

Tabla 2.15. Condiciones de ensayo DSC y TGA.

| Parámetro de ensayo | DSC | | TGA |
|------------------------|---------------------------|-----------|-----------------------------|
| | PEAD | PEAD | Material Compuesto |
| Condición del material | Virgen | Reciclado | PV3-300-25 |
| Norma | ASTM D3418-15 | | ASTM E1131-08 |
| Gas Inerte | Nitrógeno líquido | | Nitrógeno líquido |
| Caudal | De 10 a 50 ± 5 ml/min | | De 10 a 100 ± 5 ml/min. |
| Masa de muestra | 5 ± 10 µg | | De 10 a 30 mg |
| Numero de repeticiones | 1 repetición por material | | 1 |
| Velocidad | $10 \pm 0,1$ °C/min | | 10 °C/min $\pm 0,1\%$ |
| Primer calentamiento | 25 – 200 °C | | [–] |
| Primer enfriamiento | 200 – 0 °C | | [–] |
| Segundo calentamiento | 0 – 200 °C | | [–] |
| Degradación | [–] | | 25 – 600 °C |

Los ensayos DSC se llevarán a cabo según ASTM D3418-15: *Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry* [52] y los ensayos TGA se llevarán a cabo según ASTM E1131-14: *Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry* [53]. En el caso de los ensayos DSC, se llevará a cabo un calentamiento previo para borrar el historial térmico del material y se reportará: masa de la muestra, temperatura de inicio de fusión, temperatura del pico de fusión, temperatura de fin de fusión, calor específico o de calor de fusión, temperatura de inicio de cristalización, temperatura pico de cristalización, temperatura de fin de cristalización, calor de cristalización y las curvas de calentamiento o enfriamiento según corresponda. Para el ensayo TGA se reportará: masa de la muestra, la temperatura de inicio de degradación, temperatura pico de degradación, temperatura de fin de degradación, curva TGA y su derivada. Debido al estado actual de las muestras (material moldeado y en forma de granza), dichas muestras deben ser cortadas con un sacabocados de tal forma que pueda encajar en el plato del equipo y tenga la masa adecuada. La cristalinidad (χ) se puede calcular con la ecuación 2.2 que está en función de la entalpia de fusión o cristalización específica (Δh_{FC}) medida en el ensayo DSC y la entalpia de fusión o cristalización específica de un material completamente cristalino (Δh_{FC}^0).

$$\chi = \frac{100 \Delta h_{FC}}{\Delta h_{FC}^0} [\%] \quad \text{Ecuación 2.2}$$

C. Ensayo de fotografías con microscopio electrónico de barrido

El material a evaluar, que proviene de la zona de rotura de las probetas de ensayo de tracción, se colocará sobre un porta muestras de acero de $\varnothing 10$ mm como se observa en la figura 2.17. Los materiales serán posicionados de tal forma que sea posible observar la zona de fractura. La base de la muestra que se apoya en el porta muestra debe ser plana de tal forma que ambas superficies puedan adherirse con ayuda de una cinta. Debido al tamaño de los porta muestras, solo 8 unidades pueden estar dentro del equipo al mismo tiempo. En todos los casos, las fotografías fueron tomadas en bajo vacío a 20,00 kV, con un detector de electrones secundarios (CBS) y una distancia de trabajo de 10 mm.



Figura 2.17. Materiales compuestos sobre porta muestras.

D. Ensayo de índice de fluidez

Este ensayo se llevará a cabo para determinar el índice de fluidez del polietileno de alta densidad virgen (PEADV) y reciclado (PEADR). En este caso, dicha propiedad será determinada midiendo la masa que fluye en un determinado intervalo de tiempo (Procedimiento A) según la norma ASTM D1238-13: *Standard Test Method for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer* [54]. Se deben seguir los siguientes pasos:

i) Seleccionar las condiciones de ensayo según la tabla 2 de la norma. Para el polietileno, dichas condiciones son 190°C y 2,16 kg.

ii) Inspeccionar que el cilindro, el dado de extrucción y el pistón estén limpios y libres de residuos provenientes de otros ensayos. La limpieza de las piezas es más sencilla cuando están en caliente. Se recomienda el uso de cepillo de bronce y tela de algodón. Este paso se debe llevar a cabo con mucho cuidado pues el grado de limpieza influye en los resultados.

iii) Revisar el agujero del dado y la base del pie del pistón para verificar que no tengan rayaduras o abolladuras. De la misma forma, verificar que sus dimensiones tengan valores admisibles.

iv) Ajustar la temperatura del equipo según las condiciones de ensayo. Insertar el dado y el pistón dentro del agujero del cilindro y dejar que se calienten a la temperatura de ensayo. En este caso, la variación de temperatura del sistema y estas piezas debe ser $\pm 0,2^\circ\text{C}$ durante 15 minutos como mínimo antes de comenzar el ensayo. Si estas piezas están fuera del agujero del cilindro por más de 5 minutos, se deben volver a calentar según se especifica.

v) Medir la masa necesaria para el ensayo. Según la tabla 3 de la norma, dicha masa debe ser de 3,0 a 5,0 g (segunda fila). Retirar el pistón del agujero e introducir la masa medida en el agujero del cilindro dentro de los primeros 60 s. Después, reinsertar el pistón y colocar la masa sugerida en el paso i). Dejar que la muestra se precaliente por $7 \pm 0,5$ min para que se ablande y funda.

vi) Cuando la marca inferior del pistón esté sobre el borde del cilindro, cortar el material extruido durante la etapa de precalentamiento y reajustar el tiempo a 0 min. Luego, al cabo del tiempo sugerido (t_{fs}) que es 3 min según la tabla 3 de la norma (segunda fila), cortar el filamento extruido y dejar que enfríe. Luego, pesar la masa del filamento extruido (m_f) con una exactitud de 1 mg. Si el filamento tiene burbujas, se repite la operación. Se deben realizar 5 repeticiones para tener certeza del valor del índice de fluidez.

vii) Finalmente, el valor del índice de fluidez (*MFI*) se puede calcular según la ecuación 2.3.

$$MIF = \frac{10 m_f}{t_{fs}} \text{ [g/10 min]} \quad \text{Ecuación 2.3}$$

2.4.2. Preparación de los materiales

A. Separación de los restos de madera capirona por tamaños.

La separación se llevara a cabo manualmente con ayuda de los tamices que se muestran en la figura 2.14(c). Se deben seguir los siguientes pasos:

- i) Limpiar adecuadamente cada una de las mallas para evitar la presencia de otros elementos.
- ii) Posicionar las 5 mallas como se observa en la figura 2.14(c) de tal forma que la malla más fina esté al final y la malla más gruesa esté al inicio. El marco de la última malla (MCR5) debe estar apoyado sobre un depósito limpio y vacío de tal forma que aquellas partículas que logren pasar, se almacenen allí.
- iii) Pesar 1 000 g de madera y esparcirlos sobre la malla superior. Es indispensable el uso de guantes, mascarillas y lentes de seguridad antes de pesar y durante todo el proceso. Como cada de partículas de madera saco tiene 13 kg, esta operación se repetirá 13 veces.
- iv) Agitar los restos de madera con las manos de tal forma que puedan fluir por las mallas. Se debe evitar presionar la madera o frotarla contra las mallas pues las partículas se pueden fragmentar.
- v) Cuando las partículas no pueden pasar por una determinada malla, la malla es retirada con sumo cuidado y su contenido es vaciado a un depósito limpio y seco que esta etiquetado apropiadamente. Así por ejemplo, aquellas partículas que han pasado la malla MCR4 y han sido retenidas por la malla MCR5 se denominan restos de madera de tamaño MCR4. De la misma forma, aquellas partículas que pasaron la malla MCR5 se denominan MCR5. La figura 2.18 muestra unas fotos del proceso de tamizado.



Figura 2.18(a). Tamices ordenados.



Figura 2.18(b). Proceso manual.

Figura 2.18. Proceso de tamizado manual.

- vi) Con el fin de determinar una distribución aproximada de tamaños de las partículas de madera, se repetirán las operaciones anteriores para uno de los sacos de madera. En este caso, cada tamaño debe ser separado independientemente para pesar su masa. Después, se

calculará la masa retenida porcentual (M_{RP}) según la ecuación 2.4 que está en función de la masa retenida (M_R) y la masa total inicial (M_T).

$$M_{RP} = \frac{100 M_R}{M_T} [\%] \quad \text{Ecuación 2.4}$$

B. Análisis granulométrico

Se sabe que el tamaño y forma de las partículas de plástico influyen sobre las etapas de sinterización y densificación durante el calentamiento. En este sentido, es importante conocer la distribución de tamaños de las partículas de plástico. Eso se llevará a cabo según la norma ASMT D1921-12: *Standard Test Methods for Particle Size (Sieve Analysis) of Plastic Materials* [55]. Se deben seguir los siguientes pasos.

- i) Pesar 50 g del material plástico con una precisión de 0,1 g.
- ii) Seleccionar los tamaños de mallas según convenga y verificar que este limpios. En este caso, se usarán preferentemente las mallas 30, 35, 40, 50, 70, 100 y 170 Mesh o mallas con valores cercanos. Pesar cada una de las mallas y el recipiente que esta al final.
- iii) Posicionar las mallas en el orden indicado y vaciar la masa de plástico sobre la primera de ellas. Tapar esta malla y encender el equipo agitador. Esperar durante 10 min y medir la masa retenida en cada malla. El valor retenido será igual a la resta del valor medido y la masa de cada malla. Luego, en cada caso, la masa retenida porcentual (M_{RP}), que está en función de la masa retenida (M_R) y la masa total inicial (M_T), se puede calcular con la ecuación 2.4.
- iv) Determinar el tamaño promedio de partícula (T_P) con la ecuación 2.5 donde el tamaño promedio de una partícula (T_i) se calcula promediando el tamaño nominal de esa malla (T_n) con el tamaño nominal de la siguiente malla más grande (arriba). En el caso del recipiente, el tamaño promedio de malla es igual a la mitad el tamaño nominal de la malla anterior.

$$T_P = \sum_{i=1}^n \frac{M_{RP} \cdot T_i}{100} [\mu\text{m}] \quad \text{Ecuación 2.5}$$

C. Cálculo de masa de partículas de plástico y madera según varias proporciones

Para el cálculo de masa de cada constituyente se asume que la muestra a fabricar no tiene poros o vacíos y que las partículas de madera secan completamente durante los primeros minutos de la etapa de calentamiento [56]. También se asume que todas las partículas de ambos constituyentes se adhieren a las paredes de la muestra y no cambian de volumen pues el proceso se da a presiones casi atmosféricas [21]. Las masas del plástico y la madera se pueden calcular con las ecuaciones 2.6 y 2.7. La tabla 2.16 muestra los resultados para ambos constituyentes según la proporción en volumen. Donde el volumen de la muestra (V_M), cuyo espesor nominal es 5 mm, se calcula asumiendo que sus dimensiones exteriores

son iguales a las dimensiones nominales de las superficie interior del molde. De esta forma tiene un valor de 895 cm³. Por otro lado, la densidad del polietileno (ρ_{PE}) y de la madera capirona (ρ_{MC}) son 0,955 g/cm³ [Tabla 2.8; (2;1)]¹⁴ y 0,711 g/cm³ [C3, 3.1:(5;5)]¹⁵.

$$M_{PEi} = \rho_{PE} \cdot V_M \cdot (1 - PV_i) \quad \text{Ecuación 2.6}$$

$$M_{MCi} = \rho_{MC} \cdot V_M \cdot PV_i \quad \text{Ecuación 2.7}$$

Tabla 2.16. Masas de plástico y madera según varias proporciones.

| Designación | Proporción en Volumen de Partículas de Madera | Masa P. Plástico | Masa P. Madera |
|---|--|------------------------|------------------------|
| PV_i | $10^2 \times PV_i - [\text{cm}^3/\text{cm}^3]$ | $M_{PEi} - [\text{g}]$ | $M_{MCi} - [\text{g}]$ |
| PV1 | 0 | 855 | 0 |
| PV2 | 10 | 769 | 64 |
| PV3 | 15 | 726 | 95 |
| PV4 | 20 | 684 | 127 |
| PV5 | 25 | 641 | 159 |
| PV6 | 30 | 598 | 191 |
| Volumen de la muestra (V_M) : 895 cm ³ – (Espesor de 5 mm) | | | |
| Densidad del plástico (ρ_{PE}) : 0,955 g/cm ³ | | | |
| Densidad de la madera (ρ_{MC}) : 0,711 g/cm ³ | | | |

Luego, las proporciones en masa de las partículas de madera (PM_i) se pueden calcular con la ecuación 2.8 y las masas de tabla 2.16. La tabla 2.17 muestra estas proporciones.

$$PM_i = \frac{100 M_{MCi}}{M_{PEi} + M_{MCi}} \quad \text{Ecuación 2.8}$$

Tabla 2.17. Proporciones en masa de las partículas de madera.

| Designación de la proporción en masa de las partículas de madera | Valor |
|--|--|
| PM_i | $10^2 \times PM_i - [\text{cm}^3/\text{cm}^3]$ |
| PM1 | 0 |
| PM2 | 7,6 |
| PM3 | 11,6 |
| PM4 | 15,7 |
| PM5 | 19,9 |
| PM6 | 24,2 |

D. Etiquetado

Para medir las masas de los constituyentes se utilizan las herramientas de la figura 2.15. Sobre la balanza se coloca el vaso de precipitados y se ajusta el valor de la pantalla a cero para no considerar la masa del vaso. Después, con ayuda de la pala, el material se introduce dentro del vaso de precipitados hasta alcanzar el valor deseado. Los constituyentes están formados por partículas muy finas que vuelan y dispersan muy fácilmente por lo que es

¹⁴ Hace referencia a la tabla 2.8, columna 2 y fila 1.

¹⁵ Hace referencia al capítulo 3, tabla 3.1, columna 5 y fila 5.

indispensable el uso de guantes, máscara y lentes de seguridad para llevar a cabo esta actividad. Cuando la balanza indica la masa deseada, el material debe ser vertido a una bolsa de polietileno sin color que será etiquetada para su fácil identificación. Las bolsas con materia prima, las muestras y las probetas se etiquetarán como se muestra en la tabla 2.18. La figura 2.19 muestra algunos ejemplos de etiquetado.

Tabla 2.18. Etiquetado para bolsas, muestras y probetas.

| Parámetro | Sím. | Valores |
|---|----------|---|
| Proporción en Volumen | PV_i | $i: \{1; 2; 3; 4; 5; 6\}$ |
| Temperatura de Calentamiento | T_C | $\{280; 300; 320\}$ |
| Tiempo de calentamiento | t_C | $\{19; 22; 25; 28\}$ |
| Numero de repetición | R | $\{0; 1; 2; 3\}$ |
| Tamaño de partícula de madera | MCR_i | $i: \{3; 4; 5\}$ |
| Sufijo para probeta | T_{RY} | $R: \{1; 2; 3\} / Y: \{A; B\}$ |
| Masa en gramos | M | Plástico: $\{855; 769; 726; 684; 641; 598\}$ Madera: $\{0; 64; 95; 127; 159; 191\}$ |
| Número de material | NM | Primera etapa : $\{01; 02; \dots; 17; 18\}$ Segunda etapa : $\{01; 02; \dots; 07; 08\}$ Tercera etapa : $\{01; 02; \dots; 07; 08\}$ |
| Número de ensayo de moldeo según la etapa de moldeo | NEM | Primera etapa : $\{01; 02; \dots; 53; 54\}$ Segunda etapa : $\{01; 02; \dots; 23; 24\}$ Tercera etapa : $\{01; 02; \dots; 23; 24\}$ |
| Número de ensayo de tracción según etapa de moldeo ^(*) | NET | Primera etapa : $\{01; 02; \dots; 106; 108\}$ Segunda etapa : $\{01; 02; \dots; 47; 48\}$ Tercera etapa : $\{01; 02; \dots; 47; 48\}$ |
| Designación para bolsas | | $PV_i - T_C - t_C R - MCR_i - M$ |
| Ejemplo 1 | | PV2 - 300 - 193 - MCR3 - 769 |
| Designación para Materiales | | $PV_i - T_C - t_C R - MCR_i - NM$ |
| Ejemplo 2 | | PV1 - 300 - 191 - MCR4 - 05 |
| Designación para muestras | | $PV_i - T_C - t_C R - MCR_i - NEM$ |
| Ejemplo 3 | | PV4 - 300 - 253 - MCR5 - 48 |
| Designación para probetas | | $PV_i - T_C - t_C R - MCR_i - T_{RY} - NET$ |
| Ejemplo 4 | | PV3 - 300 - 222 - MCR4 - T2B - 22 |

^(*) Para asignar un número de ensayo se ordenan las muestras en forma ascendente considerando el tiempo de calentamiento. Así por ejemplo, para los tiempos de calentamiento: 191-T1A, 191-T1B, 192-T2A, 192-T2B, 193-T3A, 193-T3B, 221-T1A y 221-T1B, los números de ensayo que corresponderían son: 01, 02, 03, 04, 05, 06, 07 y 08 respectivamente; así sucesivamente.



Figura 2.19. Etiquetado de bolsas y muestras.

2.4.3. Ensayos de moldeo

Los ensayos de moldeo se llevarán a cabo en cuatro etapas y en cada uno de estas se seguirán una serie de pasos bien definidos para fabricar muestras de forma segura y adecuada. En este caso, se asume que el equipo tiene acoplado el brazo recto de rotación y los moldes están ensamblados a este. El uso de guantes, lentes de seguridad es indispensable. Los pasos son:

- i)* Verificar que equipo esté funcionando adecuadamente. Revisar las puertas del horno y los rieles del sistema de rotación y verificar el nivel de gas en el tanque. Es preferible hacer funcionar los sistemas antes de ajustar la temperatura del horno.
- ii)* Limpiar la superficie interior de los moldes y las tapas con un trapo de tela y solvente para quitar manchas, restos de grasa o aceite. Utilizar aire a presión para remover restos sólidos.
- iii)* Ajustar la temperatura del horno al valor establecido en la metodología y según la etapa de moldeo. Cuando el horno alcance dicha temperatura, introducir el brazo de rotación para eliminar la humedad presente en las superficies. Los moldes deben permanecer por un par de minutos. Al cabo de este tiempo retirar los moldes.
- iv)* Preparar los materiales compuestos que serán introducidos en los moldes, esto implica, mezclar los constituyentes según una determinada proporción. Como la mezcla será manual, se introduce cada constituyente dentro de una bolsa que es capaz de contenerlos y se cierra de tal forma que permanezca con aire. Luego, se agita con mucho cuidado para mezclar su contenido. Revisar periódicamente para evaluar si los constituyentes están bien mezclados.
- v)* Retirar los moldes del horno y aplicar el agente desmoldante en aerosol (silicona desmoldante) sobre la superficie interior del molde y sobre la tapa. Agregar el material compuesto mezclado dentro del molde y ajustar la tapa correspondiente. Debido al estado del material, este se puede escapar por el agujero de ventilación durante la rotación. Para evitar esto, dicho agujero debe ser tapado con un fragmento pequeñísimo de plástico proveniente de alguna bolsa muy delgada. De esta forma, a medida que el molde rota, el material no se

escapará por el agujero y cuando alcance la temperatura de fusión, dicho fragmento también fluirá por efecto del calor y el agujero se destapará. Si el fragmento es muy grande o rígido, la presión del aire interior del molde incrementará con la temperatura, así que el agujero de ventilación se destapará ya sea por efecto del calor o la presión del aire o por un efecto combinado. Rotar el brazo unos 180° y repetir estas operaciones para los moldes restantes.

vi) Abrir la puerta del horno e introducir el brazo de rotación. Cerrar la puerta y cronometrar el tiempo de calentamiento según corresponda. Introducir la termocupla de espada por el agujero de la puerta posterior. Esperar hasta que la temperatura de la termocupla se estabilice, lo cual puede ocurrir 15 min después de haberla introducido. El periodo es largo por su tamaño y espesor. Al cabo de este tiempo, registrar la temperatura medida. La termocupla se puede chocar con los moldes, por tanto, se debe tener mucha precaución.

vii) Cuando el tiempo de calentamiento ha finalizado, abrir la puerta del horno y retirar el brazo. El sistema de rotación se detiene por un instante para retirar el material plástico remanente (está caliente y pegajoso) en los agujeros de ventilación con ayuda de un punzón.

viii) Posicionar y encender el ventilador; cronometrar el tiempo de enfriamiento. Es indispensable que los moldes permanezcan girando pues el material todavía está en estado de fusión. Si el molde permanece estático, el material trataría de fluir hacia el fondo del molde, lo cual originaría espesores no uniformes y el enfriamiento tampoco sería uniforme.

ix) Al cabo del tiempo de enfriamiento, detener el sistema de rotación en una posición que facilite el desmoldeo de las muestras y medir la temperatura superficial de los moldes con ayuda del termómetro infrarrojo. Luego, quitar la tapa, extraer la muestra, medir su temperatura superficial con pirómetro y etiquetar según corresponda. La muestra no quedará adherida fuertemente pues el molde tiene un ángulo de salía adecuado y se ha aplicado un agente desmoldante (silicona). Repetir la operación para los dos moldes restantes y rotar el brazo unos 180° para extraer las demás muestras. Finalmente, limpiar los moldes y repetir algunos de los pasos anteriores para volver a fabricar otro grupo de muestras. Las figuras 2.20 hasta 2.26 muestran fotos de los pasos seguidos para la fabricación de las muestras.



Figura 2.20. Aplicación del desmoldante.



Figura 2.21. Carga del material.



Figura 2.22. Ajuste de tapa.



Figura 2.23. Ingreso de moldes al horno.



Figura 2.24. Enfriamiento de los moldes.



Figura 2.25. Extracción de la muestra.



Figura 2.26. Varias muestras – Proporción PV3 y tamaño de partícula MCR3 y MCR4.

2.4.4. Fabricación de probetas

Este conjunto de procedimientos comprende la medición de las muestras, el trazado para la obtención de tabletas mediante corte y la fabricación de las probetas. Se deben seguir los siguientes pasos:

- i)* Limpiar las muestras con un trapo seco para quitar manchas y polvo. Cuidadosamente, remover las rebabas de la base superior del cilindro con papel lija #80. En caso de generar un chaflán, este debe ser lo más pequeño posible.
- ii)* Medir el diámetro de las bases de los cilindros en dos direcciones perpendiculares (0° y 90°) y su altura con ayuda de un vernier. Luego, las contracciones lineal (δ_L) y volumétrica

(δ_V) se pueden calcular con las ecuación 2.10 [57] y 2.11¹⁶ [1]; donde, el diámetro superior interno del molde (ϕ_S) es 215 mm [Tabla 2.11; (3;6)] y el diámetro de la base superior de la muestra (ϕ_{SM}) es el promedio de dos mediciones hechas a 0° y 90° según la ecuación 2.9

$$\phi_{SM} = \frac{\phi_{SM/0^\circ} + \phi_{SM/90^\circ}}{2} \quad \text{Ecuación 2.9}$$

$$\delta_L = \frac{\phi_S - \phi_{SM}}{\phi_{SM}} \quad ; \quad \delta_V = 3 \delta_L \quad \text{Ecuaciones 2.10 y 2.11}$$

iii) Dividir las bases del cilindro en 4 cuadrantes. Trazar dos segmentos circulares (uno en cada base) que deben estar alineados de tal forma que sus extremos se puedan unir con líneas rectas (generatrices) como se muestra en la figura 2.27. En la base superior, se trazan dos radios a 50° con respecto a la línea horizontal que divide los cuadrantes del lado izquierdo. Sobre cada uno de los radios, se marca un punto (circulo de color morado) a 7 mm respecto del diámetro exterior de la base superior de la muestra. Luego, los puntos se unen con líneas rectas como se muestra en la figura. Repetir las operaciones anteriores en la base inferior y unir los extremos de los segmentos de arco con líneas rectas de tal forma que en la vista lateral se observen dos rectángulos (tabletas A y B). Recordar que se obtendrán dos tabletas (A y B) a partir de una misma muestra.

iv) Cortar la muestra siguiendo las líneas de color morado. Así, se obtendrán dos segmentos de arco independientes (tabletas A y B) cuyas vistas están achuradas en la figura 2.27.

v) Dado que la operación de corte se llevará a cabo con una caladora de mano, los cortes no siempre son prolijos. En la figura 2.27, las líneas rectas de color morado que pertenecen a las tabletas y están sobre las bases de la muestra, son en realidad, las superficies de apoyo de las tabletas. Si estas superficies no son planas debido al corte manual, la tableta no podrá apoyarse adecuadamente sobre la mesa del equipo que mecanizará las probetas y se moverá durante el mecanizado. Para aplanar las superficies, éstas serán frotadas contra un papel lija #80. Asimismo, cada tableta debe ser etiquetada adecuadamente para evitar confusiones.

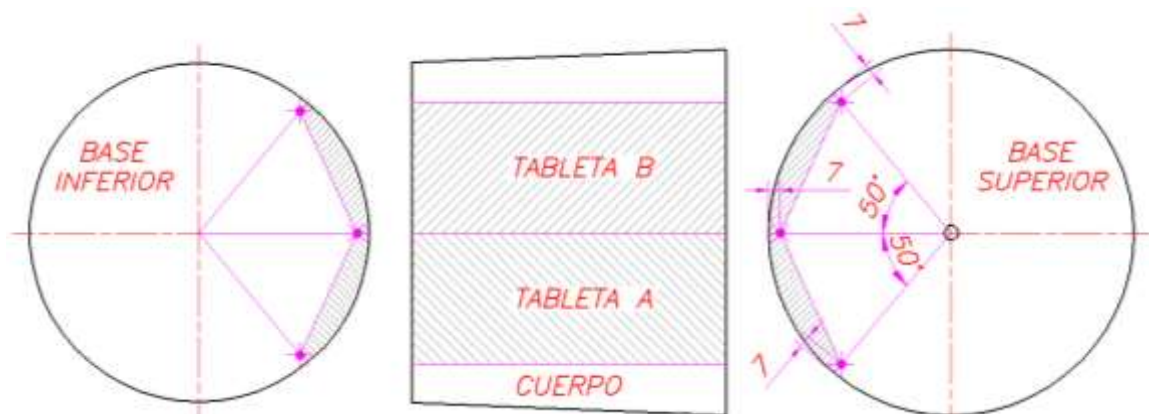


Figura 2.27. Trazos sobre una muestra para corte. Vistas superior (a la derecha), lateral e inferior.

¹⁶ La forma del molde no impide la contracción y, por tanto, es uniforme en todas direcciones.

vi) La probeta tipo I, cuyas dimensiones se especifican en la norma ASTM D638-14, es la que se empleará para los ensayos de tracción. La forma de la probeta debe ser dibujada con ayuda de un programa CAD. Debido al tamaño de la herramienta, a cada dimensión de la probeta se le debe agregar 2,5 mm para alcanzar las medidas deseadas.

vii) Preparar el equipo de mecanizado de probetas, esto implica, verificar el funcionamiento de los ejes de trabajo, los niveles de aceite y fijar la herramienta de corte. Introducir el dibujo de la probeta dentro del programa del equipo y delimitar una zona de trabajo con la herramienta de corte sobre la mesa del equipo. Dicha zona tiene forma rectangular pues equivale a proyección de la tableta en un plano superior.

viii) Fijar la tableta con clavos dentro de la zona de trabajo. Manipular el equipo para fijar la profundidad de corte, que está en función del espesor de cada tableta, de tal forma que la operación se realice en una sola pasada. Iniciar el mecanizado de la probeta.

ix) Retirar la probeta y palanquear la tableta con ayuda de un destornillador plano. Fijar la siguiente tableta y repetir las operaciones anteriores para mecanizar otra probeta. Debido a que la mesa de trabajo está hecha de un aglomerado de madera (MDF), la zona de trabajo debe cambiar constantemente pues las tabletas no se fijarán bien en zonas con muchos agujeros. Etiquetar la probeta según corresponda. Las figuras 2.28 a 2.36 muestran varias imágenes asociadas a la preparación de probetas.

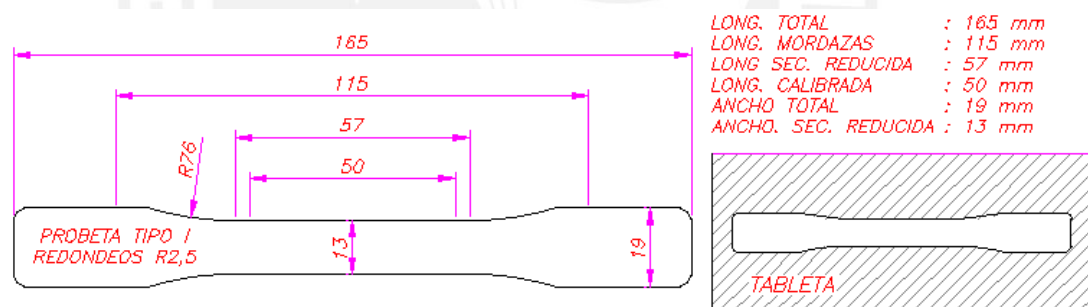


Figura 2.8. Probeta Tipo I según ASTM D638-14.



Figura 2.29. Herramientas de trazado.



Figura 2.30. Trazos sobre la muestra.



Figura 2.31. Herramientas de corte y lijado.



Figura 2.32. Operación de corte.



Figura 2.33. Tabletas del grupo PVI-300.



Figura 2.34. Herramientas.



Figura 2.35. Sujeción de probetas.



Figura 2.36. Mecanizado.

2.4.5. Ensayo de tracción

El ensayo de tracción, que es el ensayo de control, se llevará a cabo según la norma ASTM D638-14: *Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics* [24], la cual puede ser usada para materiales compuestos también. Se ensayarán 6 probetas por cada material a una velocidad de 5mm/min según sugiere la norma. Se deben seguir los siguientes pasos:

i) Quitar las rebabas de los fillos de las probetas con ayuda de papel lija #120 y una cuchilla.

ii) Medir el ancho (a_i) y el espesor (e_i) de cada probeta en tres zonas diferentes: al medio y a 5 mm dentro de los extremos de la zona calibrada con un vernier digital. Dado que una de la superficie de las probetas es irregular, las mediciones se realizarán en las zonas de menor espesor. Luego, el ancho promedio (a_p), el espesor promedio (e_p) y el área inicial (A_0) se calculan con las ecuaciones 2.12, 2.13 y 2.14.

$$a_p = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n a_i \quad ; \quad e_p = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n e_i \quad ; \quad A_0 = a_p \cdot e_p \quad \text{Ecuaciones 2.12, 2.13 y 2.14}$$

iii) Preparan el equipo según la geometría de la probeta y la velocidad de ensayo. Para facilitar el posicionamiento de las probetas y asegurar que estén completamente verticales, se utilizar una placa numerada como se observa en la figura 2.37.



Figura 2.37. Probeta al final del ensayo, placas numeradas y extensómetros.

iv) Posicionar una probeta y ajustar la mordaza inferior. Después, ajustar la mordaza móvil. Antes de iniciar el ensayo, ninguna de las mordazas se desplazará con lo cual se compartan como apoyos empotrados. Dado que el material compuesto se deformará al ser aplastado en la zona de las mordazas, estas zonas sufrían una expansión volumétrica como resultado de

dicho aplastamiento y la probeta pandeará. En este punto, la probeta está sometida a una carga de compresión (negativa) y si el ensayo se lleva en esta condición, la curva de esfuerzo deformación (fuerza vs desplazamiento) estaría desplazada hacia abajo y hacia la izquierda, con lo cual, el valor real del esfuerzo máximo sería afectado. Para evitar este inconveniente, se desplazará la mordaza móvil de tal forma que la carga de compresión sea eliminada completamente. En este punto, se inicia el ensayo y finaliza con la rotura de la muestra. La curva resultante grafica la variación de la longitud de la sección calibrada o desplazamiento (ΔL) versus la fuerza (F) necesaria para generar esa variación.

v) Luego, el esfuerzo normal máximo (σ_M) se calcula con la ecuación 2.15.

$$\sigma_M = \frac{\max \{F_1, F_2, \dots, F_n\}}{a_p \cdot e_p} \rightarrow \sigma_M = \frac{F_M}{A_0} \text{ [N/mm}^2\text{]} \quad \text{Ecuación 2.15}$$

vi) De la misma forma, la deformación unitaria total al esfuerzo normal máximo (ε_{TM}) se calcula con la ecuación 2.16 donde la longitud calibra o longitud inicial (L_0) tiene un valor de 50 mm para las probetas tipo I. Para encontrar el desplazamiento a la fuerza máxima (ΔL_M), se utilizará la herramienta filtros de *Microsoft Excel* pues a dicha fuerza le corresponde un único desplazamiento.

$$\varepsilon_{TM} = \frac{100 \Delta L_M}{L_0} \text{ [mm/mm]} \quad \text{Ecuación 2.16}$$

vii) Por otra parte, debido a que la mayoría de materiales compuestos ensayados no exhiben un comportamiento lineal, se calculará el módulo elástico secante, como un parámetro para evaluar la rigidez del material, cuando el desplazamiento de la sección reducida es 0,50 mm, o dicho de otro modo, cuando la deformación unitaria total es 0,01 mm/mm ó 1%. En este caso, la deformación, el esfuerzo y el módulo, se denominan deformación unitaria total al 1% ($\varepsilon_{T1\%}$), esfuerzo normal al 1% ($\sigma_{1\%}$) y módulo elástico secante al 1% ($E_{S1\%}$).

viii) La deformación unitaria total al 1% ($\varepsilon_{T1\%}$) se calcula con la ecuación 2.17 donde el valor del desplazamiento al 1% ($\Delta L_{1\%}$) es igual al valor inmediato superior a 0,49 mm del conjunto $\Delta L: \{\Delta L_1, \Delta L_2, \dots, \Delta L_n\}$.

$$\varepsilon_{T1\%} = \frac{100 \Delta L_{1\%}}{L_0} \text{ [mm/mm]} \quad \text{Ecuación 2.17}$$

ix) El esfuerzo normal al 1% ($\sigma_{1\%}$) se calcula con la ecuación 2.18 donde la fuerza al 1% ($F_{1\%}$) corresponde al desplazamiento al 1% ($\Delta L_{1\%}$) del punto (viii). El equipo mide valores discretos de desplazamiento y fuerza, por tanto, no es posible encontrar un desplazamiento igual a 0,50 mm. En este sentido, para evitar interpolar un valor de fuerza para este desplazamiento (0,50 mm), la fuerza al 1% corresponde al desplazamiento cuyo valor es igual al valor inmediato superior a 0,49 mm del conjunto $\Delta L: \{\Delta L_1, \Delta L_2, \dots, \Delta L_n\}$ como en el

punto (viii). Lo práctico es usar la herramienta filtros de *Microsoft Excel* y encontrar el valor del desplazamiento inmediato superior a 0,49 mm, al cual, le corresponde una única fuerza.

$$\sigma_{1\%} = \frac{F_{1\%}}{A_0} \text{ [N/mm}^2\text{]} \quad \text{Ecuación 2.18}$$

x) Finalmente, el modulo elástico secante al 1% ($E_{S1\%}$) se calcula con la ecuación 2.19.

$$E_{S1\%} = \frac{\sigma_{1\%}}{10^{-2} \varepsilon_{T1\%}} \text{ [N/mm}^2\text{]} \quad \text{Ecuación 2.19}$$



Figura 2.38. Probetas antes del ensayo.



Figura 2.39. Probetas después del ensayo.

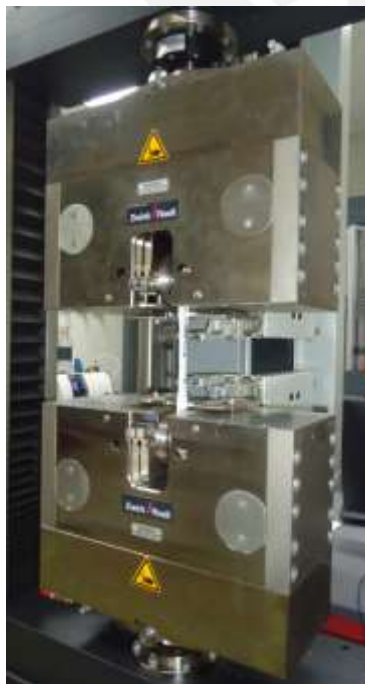


Figura 2.40. Cabezal fijo y móvil.



Figura 2.41. Probeta deformada.

2.4.6. Selección de valores atípicos

Para cada material compuesto se llevarán a cabo 6 ensayos de tracción (repeticiones). Por distintas razones, los resultados de estas 6 repeticiones podrían ser diferentes a los valores reales. En este sentido, es importante identificar los valores atípicos o raros dentro de una muestra pues podrían ocultar la tendencia real de los datos. Con el fin de identificar estos valores, la norma ASTM E178-08: *Standard Practice for Dealing With Outlying Observations* [58] resume una serie de métodos estadísticos basados en el nivel de significancia (*significance level*) que se define como el riesgo de rechazar erróneamente un buena observación o resultado. Cada método asume que los datos tienen una distribución normal y, según la norma, se acepta el uso de niveles de significancia menores al 5%. La tabla 2.19 muestra un resumen de los métodos, en todos los casos, el conjunto de datos $\{x_i\}$ debe estar ordenado en forma ascendente de tal forma que: $x_1 < x_2 < \dots < x_n$. Asimismo, para usar los métodos se debe asumir que valor o valores son atípicos, de esta forma, los métodos permitirán verificar si dicha suposición es adecuada o no. De la misma forma, en la tabla 2.20 se muestran valores críticos para los niveles de significancia 0,5%, 1%, 5% y 10% cuando el número de muestras es igual a 5 o 6. Para que un dato sea considerado como atípico, los valores, calculados con las ecuaciones de la tabla 2.19, deben estar en el rango de significancia de 0,5% a 5,0%.

Tabla 2.19. Métodos estadísticos para evaluar valores atípicos [58].

| Método | Descripción | Valor | Ecuación |
|-------------------|---|-------------------------------|---|
| Valor extremo | Solo mínimo es atípico | 1 Inferior | $T_1 = \frac{\bar{x} - x_1}{s}$ |
| | Solo máximo es atípico | 1 Superior | $T_n = \frac{x_n - \bar{x}}{s}$ |
| Criterio de Dixon | Solo mínimo es atípico | 1 Inferior | $r_1 = \frac{x_2 - x_1}{x_n - x_1}$ |
| | Solo máximo es atípico | 1 Superior | $r_n = \frac{x_n - x_{n-1}}{x_n - x_1}$ |
| Cociente | Máximo y mínimos son atípicos al mismo tiempo | 1 Extremos | $e_{1n} = \frac{x_n - x_1}{s}$ |
| Tietjen-Moore | Dos o más valores inferiores son atípicos | 2 Inferiores | $L_{ki} = \frac{\sum_{i=k+1}^n (x_i - \bar{x}_{ki})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$ |
| | Dos o más valores superiores son atípicos. | 2 Superiores | $L_{ks} = \frac{\sum_{i=1}^{n-k} (x_i - \bar{x}_{ks})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$ |
| | | Promedio: | $\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$ |
| | | Desviación estándar muestral: | $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$ |
| | | Promedio inferior: | $\bar{x}_{ki} = \frac{1}{n - k} \sum_{i=k+1}^n x_i$ |
| | | Promedio superior: | $\bar{x}_{ks} = \frac{1}{n - k} \sum_{i=1}^{n-k} x_i$ |

Tabla 2.20. Nivel de significancia según varios criterios.

| Método | Nivel de significancia | | | | | | | |
|--------------------------|------------------------|-------|-------|-------|-----------------------|-------|-------|-------|
| | Numero de muestras: 5 | | | | Numero de muestras: 6 | | | |
| | 0,5% | 1% | 5% | 10% | 0,5% | 1% | 5% | 10% |
| Valor extremo | 1,764 | 1,749 | 1,672 | 1,602 | 1,973 | 1,944 | 1,822 | 1,729 |
| Criterio de Dixon | [-] | 0,780 | 0,642 | 0,557 | [-] | 0,698 | 0,560 | 0,482 |
| Cociente | 2,81 | 2,80 | 2,75 | [-] | 3,12 | 3,10 | 3,01 | [-] |
| Tietjen-Moore | [-] | 0,40 | 0,18 | 0,38 | [-] | 0,19 | 0,56 | 0,92 |

Ejemplo:

La tabla 2.21 muestra los módulos elásticos secantes al 1% para el grupo de materiales compuestos PV1-300-19R-MCR5 y los coeficientes calculados con las ecuaciones de la tabla 2.18. De los resultados se observa que el valor dentro de la celda verde tiene un nivel de significancia ligeramente menor 5% según el criterio del valor extremo, entonces, existe una probabilidad de 5% que el valor asumido (valor mayor) sea, en realidad, un valor representativo de la muestra y, por tanto, no se puede rechazar. Por otro lado, el valor dentro de la celda de color azul tiene un nivel de significancia menor a 1% según el criterio Tietjen Moore, entonces, existe una probabilidad de 1% que los valores asumidos (2 valores mayores) sean, en realidad, valores representativos de la muestra y, por tanto, se pueden rechazar. Esto significa que, mientras más pequeña sea la probabilidad, habrá mayor certeza de que los valores asumidos sean atípicos y, por tanto, pueden ser rechazados. En todos casos, dicha probabilidad siempre debe ser mucho menor que 5%. De todo lo anterior, los valores rechazados están dentro de las celdas de color amarillo, entonces, el promedio del módulo elástico secante al 1% ($\bar{E}_{S1\%}$) y la desviación estándar ($\Delta E_{S1\%}$) de los valores restantes es: $848,8 \pm 34 \text{ N/mm}^2$.

Tabla 2.21. Valores calculados con varios métodos – Grupo PV1-300-19R-MCR5.

| Módulo Elástico Secante al 1% $\bar{E}_{S1\%} - [\text{N/mm}^2]$ | Criterios | | | |
|---|----------------------|----------------------|------------------------|-------------------------|
| | Valor Extremo | Criterio de Dixon | Cociente | Tietjen-Moore |
| 804,0 | 1 Inferior (T_1) | 1 Inferior (r_1) | 1 Extremo (e_{1n}) | 2 Inferior (L_{ki}) |
| 840,7 | 1,067 | 0,168 | 2,94 | 0,57 |
| 872,9 | | | | |
| 877,5 | 1 Superior (T_n) | 1 Superior (r_n) | | 2 Superior (L_{ks}) |
| 881,1 | 1,874 | 0,646 | 2,94 | 0,13 |
| 1021,7 | | | | |

REFERENCIAS

- [1] R.J. Crawford, J. L. Throne, Rotational Molding Technology, Plastic Design Library, William Andrew Publishing, 2002.
- [2] C. Meran, O. Ozturk, M. Yuksel, Examination of the Possibility of Recycling and Utilizing Recycled Polyethylene and Polypropylene, Materials and Design, 29 (2008), p. 701-705.
- [3] E. Miller, Plastics Products Design Handbook – Part B: Processes and Design for Processes, D. Ramazzotti, Chapter 4: Rotational Molding, Marcel Dekker INC, 1983, p. 75-104
- [4] A. Marcilla, J.C. Garcia, R. Ruiz, S. Sanchez, C. Vargas, L. Pita, M.I. Beltran, Rotational Moulding of PVC Plastisol: Modelling of Initial Stages of Gelation.
- [5] J.L. Throne, Powder Flow during Rotational Molding, SPE ANTEC (2002).
- [6] F. Thürrnrie r, W. Thornrna, The sintering Process, Institut für Material- und Festkörperperfor schung, 1967.
- [7] Crawford, R.J. and P.J. Nugent, A New Process Control System for Rotational Molding, Plastic Rubber and Composites: Processing and Applications, 17:1 (1992), p. 23-31.
- [8] A.G. Spence, R.J. Crawford, The Effect of Processing Variables on The Formation and Removal of Bubbles In Rotationally Molded Products, Engineering & Science, 36:7 (1996), p.993-1009.
- [9] C.T. Bellehumeur, M.K. Bisaria, J. Vlachopoulos, An Experimental Study and Model Assessment of Polymer Sintering, Polymer Engineering Science, 36:17 (1996), p.2198-2206.
- [10] C.T. Bellehumerur, Tesis: Polymer Sintering and its Role in Rotational Molding, McMaster University, 1997.
- [11] P. Nugent, E. Little, G. Peev, The Use of Non-Contact Temperature Sensing in Extending Process Control for Rotational Molding, SPE ANTEC (1997), p. 3200-3204
- [12] M. Kontopoulou, E. Takács, J. Vlachopoulos, Polymer Melt Formation and Densification in Rotational Molding, SPE ANTEC, 1999.
- [13] G. Gogos, Bubble Removal in Rotational Molding, SPE ANTEC (1999).
- [14] M. Kontopoulou, J. Vlachopoulos, Bubble Dissolution in Molten Polymers and Its Role in Rotational Molding, Polymer Engineering and Science, 39:7 (1999), p. 1189-1198.
- [15] C.T. Bellehumeur, J.S. Tiang, Modeling of Bubble Form Action in Rotational Molding, SPE ANTEC (2000).
- [16] R.J. Crawford, A.G. Spence, M.C. Cramez, M.J. Oliveira, Mould Pressure Control in Rotational Moulding, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers – Part B: Journal of Engineering Manufacture, 218 (2004), p. 1683-1693.
- [17] M.M. Ristić, S.Dj.Milosević, Frenkel's Theory of Sintering, Science of Sintering, 38 (2006), p.7-11.
- [18] M. Asgarpour, F. Bakir, S. Khelladi, A. Khavandi, A. Tcharkhtchi, Characterization and Modeling of Sintering of Polymer Particles, Journal of Applied Polymer Science, 119:5 (2011), p. 2784-2792.
- [19] C.H. Chen, J.L. White, Y. Ohta, A Fundamental Experimental Study of the Mechanisms of Warpage and Shrinkage of Polyethylene in Rotational Molding, International Polymer Processing, 6:3 (1991), p. 212-216.

- [20] N. Callan, M.P. Kearns, M. Spencer, R.J. Crawford, Effects of Cooling Rate on the Mechanical Properties of Rotationally Moulded Polyethylene Parts, SPE ANTEC (2002).
- [21] R.J. Crawford, M.P. Kearns, Practical Guide to Rotational Moulding, Rapra Technology Limited, 2003.
- [22] G.W. McDowell, M.C. Cramez, E.M. Harkin-Jones, W. McMinn, R.J. Crawford, The Effect of Cooling Rate on Rotationally Molded Parts, SPE ANTEC (2003), p. 1226-1230.
- [23] A.G. Gordo, N.M. Piris, Ciencia de Materiales para Ingenieros, Pearson (2012).
- [24] ASTM D638-14, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.
- [25] N.G. Gaylord, Compatibilization of Hydroxyl Containing Materials and Thermoplastic Polymers United States Patent Office, no 3,645,939 (1972).
- [26] C. Klason, J. Kubát, H.E. Strömvall, The Efficiency of Cellulosic Fillers in Common Thermoplastics, Part I: Filling without Processing Aids or Coupling Agents, International Journal of Polymeric Materials, 10 (1984), p.159-187.
- [27] A.K. Bledzki, S. Reihmane, J. Gassan, Thermoplastics Reinforced with Wood Fillers: A Literature Review, Polymer Plastic Technology Engineering. 37:4 (1998), p. 451-468.
- [28] Y. Cui, S. Lee, B. Noruziaan, M. Cheung, J. Tao, Fabrication and Interfacial Modification of Wood/Recycled Plastic Composite Materials, Composites, Part A39 (2008), p. 655-661.
- [29] S.K. Yeh, R.K. Gupta, Improved Wood-Plastic Composites through Better Processing, Composites, Part A39 (2008), p. 1694-1699.
- [30] A. Naumann, I. Stephan, M. Noll, Material Resistance of Weathered Wood-Plastic Composites against Fungal Decay, International Biodeterioration & Biodegradation, 75 (2012), p. 28-35.
- [31] F. Sliwa, N.E. Bounia, G. Marin, F. Charrier, F. Malet, A New Generation of Wood Polymer Composite with Improved Thermal Stability, Polymer Degradation and Stability, 97 (2012), p. 496-503.
- [32] J. Hopewell, R. Dvorak, E. Kosior, Plastics Recycling: Challenges and Opportunities, Philosophical Transactions of the Royal Society B, 364: 1526 (2009), p. 2115-2126.
- [33] Borealis, <http://www.borealisgroup.com/>, Document 11.03.2009 Ed.1, viewed online on July 2015.
- [34] M.A. Rao and J.L. Throne, Principles of Rotational Molding, Polymer Engineer and Science, 12:7 (1972), pp. 237-264.
- [35] J.L. Throne, M.S. Sohn, Characterization of Rotational Molding Grade Polyethylene Powders, Advances in Polymer Technology, 9 (1989), p. 181-192.
- [36] R. Rees, Sieve Analysis Recommendations, Rotation, 7:2 (1998), pp. 84-85.
- [37] J. McDaid R.J. Crawford, The Grinding of Polyethylene Powders for Use in Rotational Moulding, SPE ANTEC, 44:1 (1998), p. 1152-1155.
- [38] A. Greco, A. Maffezzoli, Powder-Shape Analysis and Sintering Behavior of High Density Polyethylene Powders for Rotational Molding, Journal of Applied Polymer Science, 92 (2004), p. 449-460.
- [39] USAD, Successful Approaches to Recycling Urban Wood Waste, Research Paper FPL-GTR-133, Madison, U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory.

- [40] ASTM E11-15, Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves.
- [41] M. Xanthos, Functional Fillers for Plastics, C.M. Clemons, Chapter 15: Wood Flour, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., 2010, p. 269-290.
- [42] C. Clemons, N. Stark, Use of Saltcedar and Utah Juniper as Fillers in Wood-Plastic Composites, Research Paper FPL-RP-641, Madison, U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory.
- [43] S.Y. Banerjee, W.D. Bhattacharyya, Modeling of Heat Transfer in Rotational Molding, *Polymer Engineering and Science*, 48: 11 (2008), p. 2188-2197.
- [44] N. Ward, D. Rodrigue, Natural Fiber Reinforced Thermoplastics (NFRTP) Processed By Rotomolding, SPE/ANTEC (2012).
- [45] A. Raymond, D. Rodrigue, Wood Plastics Composites Produced by Rotomolding, SPE/ANTEC (2013).
- [46] H.R. Lopez, J.R. Robledo, P. Ortega, R.M. Jimenez, R. Gonzalez, Rotational Molding of Natural Fibers and Polyethylene Composite Materials, SPE/ANTEC, 2012.
- [47] R.H. Lopez, F.J. Moscoso, P. Ortega, E. Mendizabal, D. Rodriguez, R. Gonzalez, Rotational Molding of Polyethylene Composites Based on Agave Fibers, *Polymer Engineering And Science*, 52:12(2012), p. 2489-2704.
- [48] S.A. Sierra, Tesis: Estudio de Materiales Compuestos de Matriz Polimérica y Refuerzos de Partículas de Madera Obtenidos a Partir de Polipropileno Reciclado y Capirona Recuperada, Pontificia Universidad Católica del Perú, 2012.
- [49] Proyecto FINCyT, J. Acosta, W. Tupia, J. Rueda, Estudio y desarrollo de procesos de sinterizado en materiales compuestos de plástico reciclado y madera recuperada para la fabricación de piezas de formas diversas, económicamente viable para la industria, 2014.
- [50] T.L. Bergman, A.S. Lavine, F.P. Incropera, D.P. Dewitt, Introduction to Heat Transfer, Six Edition, John Wiley & Sons, Inc (2011).
- [51] ASTM D2395-14, Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Wood and Wood-Based Materials.
- [52] ASTM D3418-15, Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry.
- [53] ASTM E1131-14, Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry.
- [54] ASTM D1238-13, Standard Test Method for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer.
- [55] ASMT D1921-12, *Standard Test Methods for Particle Size (Sieve Analysis) of Plastic Materials*.
- [56] N. Ward, D. Rodrigue, Analysis of Wood Particle Drying For Rotomolding Application, SPE/ANTEC (2012).
- [57] F.G. Torres. C.L. Aragon, Final Product Testing of Rotational Moulded Natural Fibre Reinforced Polyethylene, *Polymer Testing*, 25 (2006), p. 568-577.
- [58] ASTM E178-08, *Standard Practice for Dealing With Outlying Observations*.



Capítulo 3

Análisis y Discusión de los Resultados

En este capítulo se analizarán y discutirán los resultados obtenidos durante la etapa experimental de la investigación. En todos los casos, en primer lugar, presenta los resultados globales de cada ensayo y, después, dichos resultados son comparados con resultados de otros investigadores. Se presentarán los resultados de los ensayos de caracterización de los constituyentes de los materiales compuestos que son el polietileno de alta densidad reciclado (PEAD) y la madera capirona recuperada. Con estos resultados, será posible determinar la morfología y tamaño dichos constituyentes, las cuales, serán claves para determinar si son útiles o no para el proceso de moldeo rotacional. De la misma forma, se llevaran a cabo ensayos de moldeo según la metodología experimental, en donde, se fabricarán muestra cilíndricas variando, el tiempo, la temperatura, tamaño y cantidad de partículas de madera. Cada material que se fabrique será sometido a un ensayo de control (tracción uniaxial) y serán comparados entre sí para determinar las condiciones de moldeo más adecuadas que permitan obtener materiales de buenas propiedades y características. De la misma forma, se determinarán algunas propiedades físicas de los materiales compuestos.

3.1. Caracterización de los constituyentes

En esta sección, se presentarán y discutirán los resultados obtenidos durante los ensayos de caracterización del polietileno de alta densidad y de la madera capirona. Se llevaron a cabo ensayos de densidad, granulometría, índice de fluidez y estereoscopia con el fin de determinar algunas propiedades físicas de los constituyentes que reflejan, de alguna manera, las características y propiedades de los materiales compuestos. Por otro lado, aquellos resultados que estén dentro de celdas de color amarillo son valores atípicos que han sido verificados con métodos estadísticos descritos en el capítulo 2, sección 2.4, apartado 2.4.6 y, por tanto, no se consideran en los cálculos del promedio ni desviación estándar.

3.1.1. Madera capirona

A. Ensayo de densidad

Para calcular la masa de madera requerida para fabricar una muestra de cierta proporción en volumen de partículas de madera, es necesario conocer el valor la densidad de la madera cuando está completamente seca. Debido a su naturaleza higroscópica que se debe a la presencia de grupos -OH, la madera tiende a absorber humedad del medio ambiente de forma que su masa y volumen pueden cambiar con el contenido de humedad [1]. Esto significa que, en su condición inicial, la madera tiene cierta humedad. En el caso de la madera capirona, se ha determinado que el contenido promedio de humedad es 14% en peso [2]. Por otro lado, se sabe que la madera perderá toda el agua que tiene durante la etapa de calentamiento sin importar si el molde rota o no [3]. Entonces, se debe usar la densidad de la madera seca en dicho cálculo para compensar la pérdida de masa como consecuencia del secado de la madera durante el proceso de moldeo. Si la masa de madera se calcula con la densidad a condiciones normales, la masa, después del proceso de moldeo, será 14% menor respecto al valor estimado. De este modo, se estaría usando menos cantidad de madera en cada muestra, lo cual es un efecto secundario indeseado pues, por los objetivos de la investigación, se espera usar la mayor cantidad de madera posible. Según la tabla 3.1 la densidad de la madera seca y su desviación estándar es $0,711 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$. El procedimiento para determinar la densidad se describe en el capítulo 2, sección 2.4, apartado 2.4.1-(a).

Tabla 3.1. Resultados del ensayo para determinar la densidad de la madera capirona.

| Masa de madera seca | Masa de lastre | Masa lastre y madera sumergidos | Densidad de la madera seca | Promedio y desviación estándar |
|---------------------|----------------|---------------------------------|----------------------------|--|
| $m_{CS} - [g]$ | $m_L - [g]$ | $m_{CL} - [g]$ | $\rho_{MC} - [g]$ | $\bar{\rho}_{MC} \pm \Delta\rho_{MC} - [g/cm^3]$ |
| 3,3866 | 14,5061 | 13,0167 | 0,693 | |
| 2,8628 | 14,5111 | 13,3033 | 0,702 | |
| 2,4388 | 14,5070 | 13,6481 | 0,738 | 0,711 \pm 0,02 |
| 3,2361 | 14,5088 | 13,5144 | 0,763 | |
| 1,9108 | 14,5100 | 14,0389 | 0,801 | |

La literatura reporta la densidad básica¹⁷ como característica importante [4]. En este sentido, con el fin de comparar los resultados, la densidad seca se debe transformar a densidad básica. Según la norma ASTM D2395-14 [5], la densidad básica de la madera capirona, que se

¹⁷ Densidad básica se calcula dividiendo la masa seca y el volumen verde. El volumen verde es aquel que alcanza la madera después de haber absorbido la mayor cantidad de agua posible (saturación) [5].

obtiene de asumir que la saturación de la fibra se da con contenido de humedad de 30 % [1], es $0,781 \text{ g/cm}^3$ según la figura X1.1 de la norma. Valderrama [6] y Aróstegui [7] reportan una densidad básica de $0,760 \text{ g/cm}^3$ que es muy similar al valor medido. Sin embargo, Díaz et al [8] y Pantigoso [9], quienes hicieron estudios con árboles Capirona de 8 y 9 años de edad, determinan densidades básicas de $0,64 \text{ g/cm}^3$ y $0,62 \text{ g/cm}^3$, respectivamente. Díaz et al indican que la diferencia de densidades esta influenciada por la edad de los árboles, esto es, a mayor edad mayor densidad básica. Esto concuerda con la información recopilada por Pantigoso quien indica que, durante la etapa de crecimiento del árbol, la densidad básica se mantiene casi constante, sin embargo, su valor aumenta con la edad del árbol y puede llegar a ser $0,760 \text{ g/cm}^3$. Frederick et al [10] han encontrado tendencias similares en arboles de eucalipto e indican que la capacidad de absorción de humedad disminuye con la edad del árbol. Posiblemente, la disminución de la densidad básica se deba a que la madera absorbe más agua en su etapa de crecimiento y, por tanto, su volumen en verde aumenta y la densidad básica baja. De lo anterior, es posible afirmar que la madera usada en esta investigación perteneció a un árbol de más de 9 años de edad. Por otro lado, según la clasificación de Aróstegui [11], por el valor de su densidad básica, la madera de esta investigación se puede clasificar como una madera de alta densidad pues está comprendida entre $0,61$ y $0,75 \text{ g/cm}^3$. Stokke et al [12] indican que la densidad es una medida de unidad celular presente en un determinado volumen de madera, por tanto, a mayor densidad mayores propiedades mecánicas. En este sentido, Sibille [13] sugiere que la madera capirona puede ser usada en ebanistería, pisos, puertas, ventanas, parquet, molduras, tarugos, construcción naval, estructuras pesadas, vigas, viguetas y columnas, machihembrados, carrocerías, tornería, artículos deportivos como raquetas de tenis y ping pong, mangos de herramientas, artesanía y enseres que tienen contacto con alimentos.

B. Distribución de tamaños

La separación de tamaños se llevó a cabo manualmente según el procedimiento descrito en el capítulo 2, sección 2.4, apartado 2.4.2-(a). Las partículas de madera se adquirieron en sacos de aproximadamente 13 kg así que para evaluar la distribución de tamaños se utilizó un saco como referencia. Por la condición inicial de la madera y la capacidad de la malla superior (MCR1), solo se podía tamizar un 1 kg de partículas al mismo tiempo, así que todo el proceso de tamizado se repitió 13 veces por cada saco. El proceso se llevó a cabo cuidadosamente y se evitó presionar o frotar las partículas contra las mallas para no fraccionarlas. En cada caso, cuando las partículas ya no podían pasar cierta malla (partículas retenidas) se almacenaban en un recipiente debidamente etiquetado con la designación del tamaño (MCR_i). Después de haber tamizado todo el saco, se midió la masa retenida (M_R) de cada recipiente y se calculó la masa retenida porcentual (M_{RP}). La tabla 3.2 muestra la distribución de tamaños de un saco de 13,76 kg donde aquellas partículas que no lograron pasar la malla MCR1, han sido designadas como MCR0. De la misma forma, se observa que la mayor cantidad de partículas son las MCR2, mientras que, las partículas MCR0 son las que se encuentran en menor proporción. Por otra parte, para la muestra analizada, el tamaño promedio de partícula, calculado según ASTM D1921-12 [14], es $2\,036 \mu\text{m}$; los resultados parciales se muestran en la tabla 3.3. Según lo indicado por Clemons [15,16] y Klyosov [17], el polvo de madera o *wood flour* se puede clasificar como: polvo de partículas grandes

(menor a 20 Mesh (850 μm) y mayor a 40 Mesh (425 μm)), polvo de partículas regulares (menor 40 Mesh (425 μm) y mayor a 80 Mesh (180 μm)) y polvo de partículas finas (menor a 80 Mesh (180 μm)). De acuerdo a esto, la muestra, en su condición actual, no puede ser clasificada como un polvo de madera pues su tamaño promedio es casi 2,5 veces más grande que el límite superior (20 Mesh). Por otra parte, los grupos MCR4 y MCR5, que constituyen el 13,1% y 20,3% en peso de la muestra, son los únicos que puede ser considerado como polvo de madera pues el tamaño de sus partículas es menor a 20 Mesh. El grupo MCR5 es el único que podría ser clasificado como polvo de partículas regulares pues es muy posible que tenga partículas menores a 40 Mesh. Con la finalidad de distinguir mejor el valor de masa en cada caso, la figura 3.1 muestra un gráfico de masa retenida porcentual con los valores de la columna [6]. Por la forma de la curva es posible afirmar que tiene una distribución normal y, por tanto, es posible usar la ecuación de la norma para calcular el tamaño promedio de partícula. En esta figura, se observa que, de 1 kg de madera, casi la mitad de las partículas están concentradas en los grupos MCR3, MCR4 y MCR5. En efecto, sus cantidades porcentuales en peso suman 47,8% según la tabla 3.2.

Tabla 3.2. Distribución de tamaños en un saco de 13 kg de partículas de madera.

| Designación del T.P.M | Malla retenida | Malla pasante | Tamaños de partículas | Masa retenida | M. Retenida porcentual |
|-----------------------|-----------------------|-----------------------|----------------------------|---------------------|---------------------------------------|
| MCR_i | $M_R - [\text{Mesh}]$ | $M_P - [\text{Mesh}]$ | $T_{ni} - [\mu\text{m}]$ | $M_R - [\text{kg}]$ | $10^2 \times M_{RP} - [\text{kg/kg}]$ |
| MCR0 | 3½ | [-] | $T_{n0} > 5\ 600$ | 0,34 | 2,47 |
| MCR1 | 6 | 3½ | $3\ 350 < T_{n1} < 5\ 600$ | 2,69 | 19,55 |
| MCR2 | 10 | 6 | $1\ 000 < T_{n2} < 3\ 350$ | 4,16 | 30,23 |
| MCR3 | 18 | 10 | $1\ 000 < T_{n3} < 2\ 000$ | 1,98 | 14,39 |
| MCR4 | 35 | 18 | $500 < T_{n4} < 1\ 000$ | 1,80 | 13,08 |
| MCR5 | [-] | 35 | $T_{n5} < 500$ | 2,79 | 20,28 |
| Masa Total (M_T): | | | | 13,76 kg | 100,00 kg/kg |

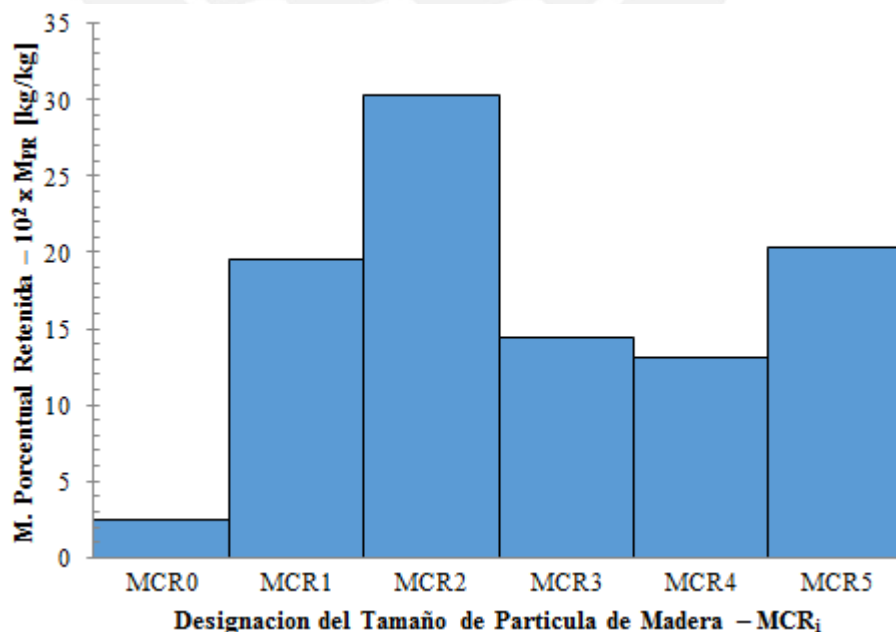


Figura 3.1. Histograma del tamaño de partículas de madera.

Tabla 3.3. Tamaño promedio de partículas.

| Designación del T.P.M | Tamaño nominal de partícula | M. Retenida porcentual | Componte enésima de la ecuación 2.5 |
|-----------------------|-----------------------------|---------------------------------------|-------------------------------------|
| MCR_i | $T_i - [\mu\text{m}]$ | $10^2 \times M_{RP} - [\text{kg/kg}]$ | $T_{Mn} - [\mu\text{m}]$ |
| MCR_0 | T_{i_0} 5 600 | 2,47 | 138 |
| MCR_1 | T_{i_1} 4 475 | 19,55 | 875 |
| MCR_2 | T_{i_2} 2 175 | 30,23 | 658 |
| MCR_3 | T_{i_3} 1 500 | 14,39 | 216 |
| MCR_4 | T_{i_4} 750 | 13,08 | 98 |
| MCR_5 | T_{i_5} 250 | 20,28 | 51 |
| | Total | 100 kg/kg | 2 036 μm |

C. Forma y tamaño de las partículas

Con ayuda de un estereoscópio se tomaron fotografías a 6,3 aumentos de los grupos MCR3, MCR4 y MCR5 tal y como se observa en las figuras 3.2, 3.3 y 3.4.



Figura 3.2. Grupo de partículas MCR3 a 6.3X.



Figura 3.3. Grupo de partículas MCR4 a 6.3X.



Figura 3.4. Grupo de partículas MCR5 a 6.3X.



Figura 3.5. Grupo de partículas MCR5 a 8X.

En todos los casos, se observa que las partículas muestran una superficie rugosa, tienen forma y tamaño irregulares y parecen estar constituidas por fibras muy delgadas (astillas) que han sido fragmentadas. La capirona es una madera *sowftwood* pues produce flores [18], entonces, según Klyosov [17], las partículas suelen ser fragmentas, lo cual concuerda con las figuras. La forma irregular de las partículas parece indicar que fueron arrancadas, lo cual tiene sentido pues las partículas provienen de residuos de madera que han sido originados en procesos de corte. Observa que algunas partículas tienen forma alargada y diámetro pequeño, sin embargo, en todos los casos, parece que la relación de aspecto está entre 1:1 y 5:1 como indica Clemons [15]. En todo caso, un análisis riguroso se debe llevar a cabo con al menos 500 partículas [19]. Por otro lado, estas bajas relaciones de aspecto limitan la capacidad para reforzar [20], así que, este tipo de partículas se usa como un sustituidor de la matriz de bajo costo [15]. Es posible que partículas muy largas y delgadas hayan logrado pasar por agujeros de menor tamaño y se debe a que, durante el proceso de tamizado, el movimiento favorece a

que algunas partículas se alineen con los agujeros y logran pasar. Este efecto secundario origina que haya partículas irregulares dentro de un mismo grupo, pues, aquellas que se acomodaron en una posición favorable logran pasar. Por otro lado, la diferencia de tamaños entre los grupos MCR3 y MCR4 no es muy marcada, pero, las partículas MCR5 son mucho más pequeñas que las otras y, a simple vista, su forma no se distingue con facilidad. La figura 3.5 muestra partículas del grupo MCR5 a 8 aumentos. Se observa que las partículas presentan las mismas características que las de los otros grupos. Sin embargo, parece que a medida que el tamaño de las partículas disminuye, estas tienden a adquirir un aspecto de fibra ya que se observan más partículas alargadas (alta relación de aspecto) que en las otras figuras.

3.1.2. Polietileno de alta densidad

A. Ensayo de índice de fluidez

El ensayo de índice de fluidez se llevó a cabo para el polietileno de alta densidad virgen (PEADV) y el polietileno de alta densidad reciclado (PEADR). El PEADV es el que se usa para fabricar las tapas, mientras que, el PEADR fue el que se obtuvo después de picar y pulverizar las tapas de polietileno. La ventaja principal de usar tapas de un mismo lote es que la materia prima es homogénea, es decir, cualquier muestra que se tome del lote debe tener características y propiedades similares. El procedimiento del ensayo, llevado a cabo con cada material, se describe en el capítulo 2, sección 2.4, apartado 2.4.1-(d). Como indica la norma ASTM D1238-13 [21], el ensayo se llevó a 190 °C con una masa de 2,16 kg y un tiempo sugerido de 3 min por cada filamento. Los resultados se muestran en la tabla 3.4.

Tabla 3.4. Índices de fluidez del PEADV y PEADR.

| PEADV | | PEADR | |
|---|------------------------------|---|------------------------------|
| Masa de filamento | Índice de fluidez | Masa de filamento | Índice de fluidez |
| $m_{fV} - [g]$ | $MFI_V - [g/10 \text{ min}]$ | $m_{fR} - [g]$ | $MFI_R - [g/10 \text{ min}]$ |
| 0,4665 | 1,555 | 0,5337 | 1,779 |
| 0,4668 | 1,556 | 0,5355 | 1,785 |
| 0,4698 | 1,566 | 0,5382 | 1,794 |
| 0,4731 | 1,577 | 0,5385 | 1,795 |
| 0,4737 | 1,579 | 0,5397 | 1,799 |
| 0,4740 | 1,580 | 0,5451 | 1,817 |
| 0,4749 | 1,583 | 0,5457 | 1,819 |
| 0,4764 | 1,588 | 0,5541 | 1,847 |
| 0,4776 | 1,592 | 0,5547 | 1,849 |
| 0,4788 | 1,596 | 0,5553 | 1,851 |
| Promedio y desviación estándar PEADV | | Promedio y desviación estándar PEADR | |
| $\overline{MFI}_V \pm \Delta MFI_V: 1,577 \pm 0,01 \text{ g/10min}$ | | $\overline{MFI}_R \pm \Delta MFI_R: 1,814 \pm 0,03 \text{ g/10min}$ | |

El índice de fluidez del PEADV, cuyo valor es 1,577 g/10 min, concuerda con el valor reportado con el fabricante que es 1,5 g/10min [22]. Por lo general, para un proceso de inyección de HDPE, un valor típico suele estar entre 2,0 y 10,0 g/10 min, sin embargo, es posible el uso de polietilenos con menor índice de fluidez cuando se requiere alta resistencia al impacto, resistencia a la figuración bajo tensión ambiental (*environmental stress cracking*)

y tenacidad a bajas temperaturas [23;24]. Este es el caso de las tapas de polietileno pues, con frecuencia, se almacenan a bajas temperaturas (sellan bebidas que deben ser refrigeradas) y también se exponen al medio ambiente. Por otro lado, se observa que el índice de fluidez del PEADR ha aumentado respecto al material virgen pues el valor medido es 1,814 g/10 min. Esto tiene sentido ya que durante un proceso de conformado con cambio de temperatura, el polímero sufre degradación térmica que se traduce como fraccionamiento de las macromoléculas [25]. De este modo, mientras más pequeñas sean las macromoléculas, estas fluirán más fácilmente y, por tanto, el índice de fluidez del polímero tiende a ser alto a mediada que disminuye el tamaño de las macromoléculas [26]. Asimismo, cuando un polímero virgen es usado para fabricar un determinado producto, los antioxidantes que tiene al inicio son consumidos casi en su totalidad durante el proceso de conformado. Por esta razón, cuando se reutiliza, carece de antioxidantes y sufrirá degradación térmica durante el proceso [27]. Sin embargo, se ha demostrado que el PEAD puede ser reutilizado hasta 10 veces sin problemas [28]. En el caso del proceso de moldeo rotacional, polímeros con índice de fluidez entre 2,0 y 8,0 g/10 min son usados para lograr productos libres de poros o vacíos [29;30]. Este rango es similar al del proceso de moldeo por inyección y por el valor medido para el PEADR, que es cercano a 2 g/10 min, todo parece indicar que dicho material es adecuado para el proceso de moldeo rotacional a pesar de que deriva de un polímero destinado para inyección (PEADV). Efectivamente, compañías como *Chevron Phillips Chemical* [31] y *Lyondellbasell* [32] producen polietilenos de alta densidad con un índice de fluidez entre 1,7 y 2,0 g/10 min destinados para la fabricación de tanques y contenedores por moldeo rotacional, en este sentido, el PEADR puede ser usado para estas aplicaciones.

b) Forma y tamaño de las partículas

Con ayuda de un estereoscopio se tomaron fotografías a 20 y 40 aumentos del PEADR pulverizado. Dichas fotos se muestran en las figuras 3.6 y 3.7. La forma de las partículas es de suma importancia durante la etapa de calentamiento del proceso de moldeo rotacional donde dos factores destacan. La transferencia de calor mejora cuando las partículas tienen forma irregular pues existe mayor área de contacto entre ellas [33]. Por otro lado, la irregularidad de las partículas origina factores de empaquetamiento ineficientes [34] que dificultan la transferencia de calor, pues hay más aire entre las partículas y el aire es una especie de aislante térmico (baja conductividad), y promueven el incremento de la porosidad en el producto final. En este sentido, Greco et al [35] han estudiado el efecto que tiene la temperatura del proceso de pulverización sobre la forma final de las partículas de PEAD y han identificado tres tipos de partículas según la temperatura de pulverización (T_p): Las tipo L ($T_p < 40$ °C), las tipo M (60 °C $< T_p < 70$ °C) y las tipo H (90 °C $< T_p < 110$ °C). Las tipo L son rugosas e irregulares y tienen una o varias cola debido a que, a ese nivel de temperatura, el material es tenaz y la viscosidad es tan alta que el material no puede recuperarse. Las tipo M también menos rugosas e irregulares pues las colas que se origina se contraen [36]. Las partículas tipo H, que se obtienen a mayores niveles de temperatura, tienden a fundir, adherirse y a agruparse unas con otras lo cual no es provecho para el proceso de moldeo pues, según Greco et al, dificultan la sinterización y tienen a formar más poros en comparación con los otros tipos de partículas. De esta forma, Greco et al indican que las partículas tipo M son las más adecuadas para el proceso de moldeo rotacional pues las

muestras fabricadas con estas partículas exhibieron una menor cantidad de poros. En las figuras 3.6 y 3.7, se observa que las partículas de PEADR son una combinación de partículas tipo L y M por lo que el proceso de pulverización se debe haber llevado a cabo a una temperatura comprendida entre 40 °C y 70 °C. A pesar de la presencia de partículas tipo L, es posible afirmar que el PEADR es adecuado para el proceso de moldeo. Esto se comprobaba más adelante con los ensayos de moldeo.



Figura 3.6. Partículas de PEADR a 20X.

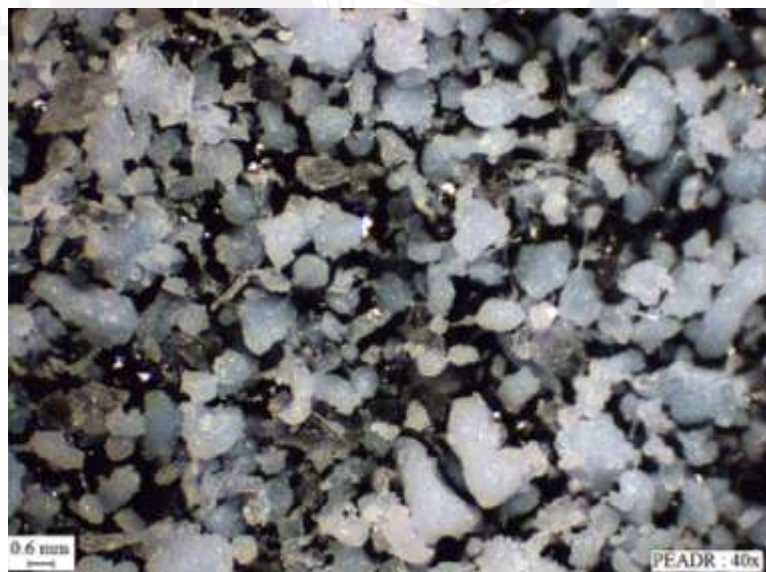


Figura 3.7. Partículas de PEADR a 40X.

C. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Con fin de determinar algunas propiedades térmicas del PEADR y compararlo con el PEADV, se han llevado a cabo ensayos DSC según indica el procedimiento descrito en el capítulo 2, sección 2.4, apartado 2.4.1-(b). Los parámetros del ensayo fueron establecidos según la norma ASTM D3418-15 [36] y los resultados se muestran en la tabla 3.5. De la misma forma, las figuras 3.8 y 3.9 muestran las curvas DSC de calentamiento y enfriamiento de cada material.

Tabla 3.5. Propiedades térmicas del PEADV y PEADR.

| | Cristalización | Sím. | PEADV | PEADR | Uni. |
|---|----------------|------|--------|--------|-------|
| Temperatura de inicio de cristalización | T_{iC} | | 121,0 | 121,5 | °C |
| Temperatura pico de cristalización | T_C | | 113,4 | 116,4 | °C |
| Temperatura de fin de cristalización | T_{fC} | | 100,7 | 104,7 | °C |
| Entalpia de cristalización especifica | Δh_C | | -177,6 | -171,8 | mJ/mg |
| | Fusión | Sím. | PEADV | PEADR | Uni. |
| Temperatura de inicio de fusión | T_{iF} | | 121,9 | 122,1 | °C |
| Temperatura pico de fusión | T_F | | 136,7 | 133,4 | °C |
| Temperatura de fin de fusión | T_{fF} | | 143,9 | 138,3 | °C |
| Entalpia de fusión especifica | Δh_F | | 233,1 | 213,5 | mJ/mg |

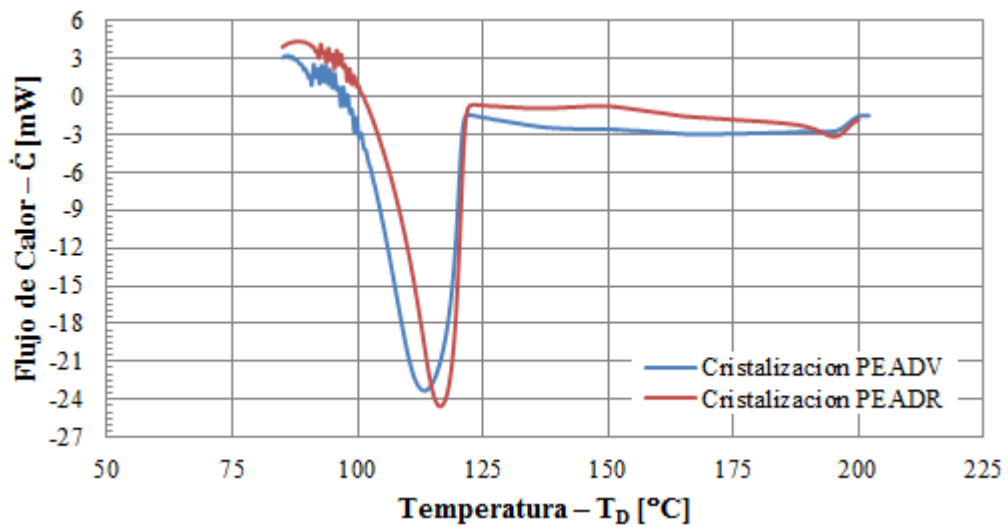


Figura 3.8. Cristalización del PEADV y PEADR.

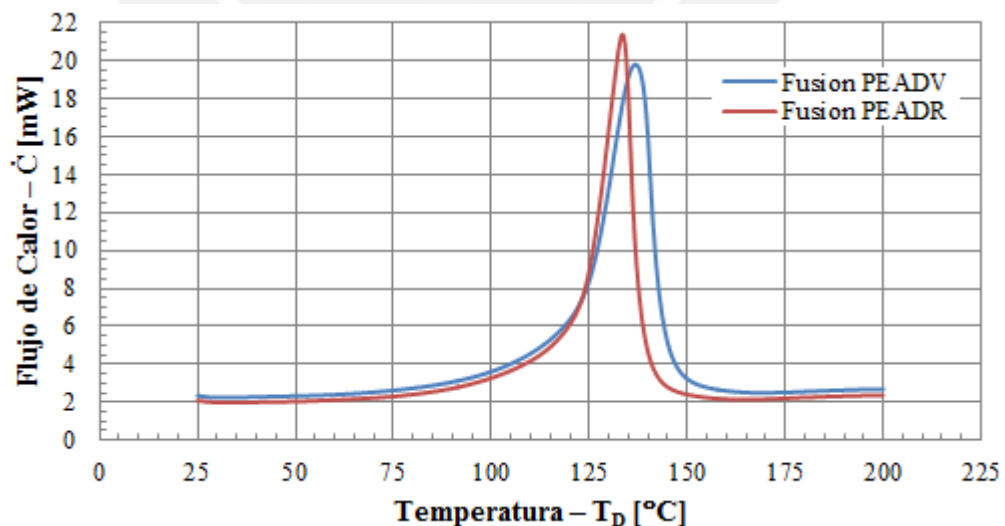


Figura 3.9. Fusión del PEADV y PEADR.

De los resultados, se observa que hay una ligera variación (3,3 °C ó 2,4%) de la temperatura pico de fusión entre el PEADV (136,7 °C) y el PEADR (133,4 °C). Este resultado concuerda con lo reportado por Achilias et al [37], quienes midieron la temperatura de fusión de un

PEADV y un PEADR cuyos valores son 140 °C y 136 °C, respectivamente. Ellos atribuyen esta diferencia a que, posiblemente, los materiales vírgenes usados para fabricar estos productos contenían aditivos que se perdieron después de ser reprocesados. De la misma forma, Baquero et al [38] reporta variaciones similares de la temperatura pico de fusión entre el PEADV (133,5 °C) y el PEADR (131,2 °C). En contraste, Kostadinova et al [39], quienes extruyeron varias veces un PEAD que procedía de un tanque reciclado, reportan un efecto contrario. Ellos indican que la temperatura de fusión (medida con ensayo DSC) aumenta entre 1 y 2 °C respecto la temperatura de fusión del PEAD recién reciclado, cuyo valor inicial es 137 °C, durante cada etapa de extrusión. Sin embargo, asocian este incremento de temperatura a esfuerzos termomecánicos que inducen crecimiento y ruptura de las macromoléculas. A pesar de que hay diferencias, estas no parecen ser significativas. Estrictamente, para que las partículas puedan fluir adecuadamente, la temperatura del PEADR debe ser superior a la temperatura de fin de fusión (138,3 °C). Sin embargo, en el caso del proceso de moldeo rotacional es imprescindible un aumento significativo de temperatura para promover la densificación [40-42] que es la etapa donde se elimina las burbujas de aire atrapadas en el material fundido. Para el polietileno esta temperatura esta alrededor de los 200 °C [43] y es 45% mayor respecto a la temperatura de fin de fusión. Es posible que la adherencia molde/partícula y partícula/partícula (*tacky condition*) empiece a la temperatura pico de fusión pues, a este nivel, se ha perdido la mitad de la estructura cristalina. Según Crawford, este valor es 130 ± 5 °C para el PEAD [29]. Por otro lado, las cristalinidades del PEADV y del PEADR, asumiendo que la entalpia de fusión o cristalización del PEAD en estado completamente cristalino (Δh_{FC}^0) es 295 J/g [44;45], son 79,0% y 72,4%, respectivamente. Estos valores concuerdan con lo señalado por Kissin [46] quien indica que el valor de cristalinidad suele ser superior a 70% para el caso del PEAD. Se observa que hay una disminución de cristalinidad que se esperaba como resultado de la degradación termo-fotoquímica que sufre el PEADV después de haber sido sometido a calor [47]. Este mecanismo consiste en una serie de reacciones que involucran crecimiento y ruptura de cadenas moleculares que originan cambios en el peso molecular, disminuyen la entalpia de fusión y, por tanto, disminuyen la cristalinidad [48;49]. La cristalinidad determina las propiedades mecánicas del PEAD tales como rigidez, resistencia al impacto y resistencia al *environmental stress cracking* [24;50;51]. En este sentido, una pérdida de cristalinidad implica una disminución de esas propiedades. La fase cristalina se forma durante la etapa de enfriamiento, así que, la velocidad con la que disminuye la temperatura del material plástico es de suma importancia pues define las propiedades del material [29;51]. Una de las principales limitaciones del proceso de moldeo rotacional son los altos tiempos de fabricación [52]. En el caso del PEAD, este debe ser enfriado lentamente a fin de permitir un crecimiento de la estructura cristalina [51]. Sin embargo, es posible el uso de un ciclo combinado a fin de reducir el tiempo de enfriamiento según lo investigado por Abdullah et al [53]. Entonces, según los valores de la tabla 3.5, es posible enfriarlo rápidamente hasta el inicio del proceso de cristalización (120 °C). Luego, enfriarlo lentamente (convección forzada de aire) hasta que dicho proceso culmine (105 °C) y, finalmente, enfriarlo según convenga hasta la temperatura de desmoldeo.

3.2. Ensayos de moldeo y control

Para evaluar y variar ordenadamente todos los parámetros relacionados con el proceso moldeo rotacional de materiales compuestos, se ha elaborado una metodología, la cual se describe en el capítulo 2. Esta metodología contempla 4 etapas cuyos resultados serán discutidos en esta sección. Cada etapa tiene un objetivo diferente y son secuenciales pues los resultados de una sirven como parámetros para la siguiente la etapa. En la primera etapa, se determinaron las temperaturas de calentamiento. En la segunda etapa, se identificó la proporción en volumen óptima del proceso y, en la tercera y cuarta etapa, se evaluaron el efecto del tamaño de las partículas de madera y la temperatura de calentamiento, respectivamente. Mientras que en la primera etapa, la variable de control fue visual, en las últimas 3 etapas, se llevaron a cabo ensayos de tracción para evaluar cada material.

3.2.1. Primera etapa: Ensayos de moldeo para determinar las temperaturas y tiempos de calentamiento

Durante esta etapa, conocida también como etapa de ensayos de moldeo previos, se identificaron las temperaturas y tiempos necesarios para fabricar los materiales compuestos. Cada uno de estos ensayos se llevó cabo según las siguientes consideraciones:

- i) Los tiempos y las temperaturas se determinaron con ensayo y error. En este sentido, experiencia del moldeador fue de suma importancia.
- ii) Una temperatura o tiempo de calentamiento o una combinación de ambos fue considerado como adecuado cuando toda la masa del material compuesto queda completamente adherida a las paredes internas de la muestra. Para inspeccionar dicho estado, de cada muestra se cortó un segmento de arco y se analizó el interior de la muestra visualmente. Vale resaltar que se desea que todo el material quede adherido sin importar el acabado superficial interior.
- iii) Se eligió 1 de las 6 proporciones en volumen de partículas de madera indicadas en la tabla 2.16 del capítulo 2. Considerando que el plástico debe fundir para cubrir toda la superficie y que la proporción con la mayor cantidad de plástico es la que necesitará más energía para fundir, se eligió la proporción PV2, que tiene 10% en volumen de partículas de madera, pues para el volumen de la muestra que se desea fabricar, es la proporción que tienen la mayor masa de plástico (769 g) y la menor masa de partículas de madera (64 g). Esta proporción fue usada a lo largo de los ensayos previos y la mezcla de cada material se llevó a cabo manualmente. No se utilizó la proporción PV1, que es la que no tiene partículas de madera, pues se buscó evaluar el comportamiento del material cuando está mezclado con partículas.
- iv) Todos los materiales compuestos fueron enfriados bajo las mismas condiciones (velocidad de aire, caudal y tiempo de enfriamiento) y con convección forzada de aire como se muestra en la tabla 2.13 (capítulo 2). La temperatura superficial exterior del molde (temperatura de desmoldeo) al final de la etapa de enfriamiento se mantuvo entre 30 y 40 °C para facilitar la manipulación de los moldes y la extracción de las muestras. El tiempo de enfriamiento fue el necesario para alcanzar una temperatura en ese rango.

No fue posible determinar la cantidad de muestras antes de los ensayos de moldeo previos pues los parámetros se determinaron a prueba y error. Sin embargo, se estimó que se deberían fabricar al menos 10 muestras. Los resultados muestran que, en total, 11 muestras (8 materiales compuestos) fueron necesarias para determinar las temperaturas y tiempos. Los resultados se muestran en la tabla 3.6. Por otro lado, la figura 3.10 muestra una fotografía de la primera muestra cilíndrica que se fabricó donde se observa que más de la mitad del material no pudo adherirse a la superficie interior pues la temperatura y tiempo de calentamiento fueron muy bajos.

Tabla 3.6. Primera etapa - Resultados de los ensayos de moldeo.

| $PV_i - T_C - t_{cR} - MCR_i - NM$ | t_c | T_C | T_T | t_E | T_E | T_M |
|------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| [-] | [°C] | [min] | [°C] | [min] | [°C] | [°C] |
| PV2-250-120-01 | 250 | 12 | 233 | 10 | 30 | [-] |
| PV2-300-150-02 | 300 | 15 | 282 | 10 | 31 | [-] |
| PV2-330-180-03 | 330 | 18 | 311 | 19 | 32 | [-] |
| PV2-330-230-04 | 330 | 23 | 310 | 19 | 32 | [-] |
| PV2-300-270-05 | 300 | 27 | 285 | 19 | 32 | [-] |
| PV2-300-221-06 | 300 | 22 | 278 | 20 | 39 | 81 |
| PV2-300-222-07 | 300 | 22 | 276 | 20 | 35 | 80 |
| PV2-300-201-08 | 300 | 20 | 277 | 20 | 30 | 73 |
| PV2-300-202-09 | 300 | 20 | 276 | 20 | 36 | 77 |
| PV2-300-181-10 | 300 | 18 | 276 | 20 | 35 | 75 |
| PV2-300-182-11 | 300 | 18 | 282 | 20 | 39 | 78 |

[1] Designación ($PV_i - T_C - t_{cR} - MCR_i - NM$)

[2] Tiempo de calentamiento (t_c)

[3] Temperatura nominal de calentamiento o temperatura nominal de horno (T_C)

[4] Temperatura de termocupla (T_T)

[5] Tiempo de enfriamiento (t_E)

[6] Temperatura de desmoldeo (T_E)

[7] Temperatura superficial de muestra al desmoldar (T_M)

Durante los primeros 5 ensayos se fabricaron muestras defectuosas. Las muestras 1, 2 y 3 exhibieron falta de sinterización pues mucho material no pudo adherirse a las paredes como se muestra en la figura 3.10 (polvo de material remanente). Sin embargo a medida que se aumentó la temperatura y el tiempo, cada vez menos material quedaba en el fondo de cada muestra. También, se observa que las muestras 1 y 2 alcanzan temperaturas de desmoldeo de 30 °C a pesar de que se enfriaron en poco tiempo. Debido al bajo tiempo de calentamiento, los materiales de dichas muestras no alcanzaron a sinterizar completamente. Es seguro que los moldes tuvieron una temperatura superior respecto al material compuesto pues una parte de dicho material se adhirió a la superficie interior, pero el tiempo no fue suficiente. Del mismo modo, la temperatura del molde tampoco fue tan elevada al salir del horno y, por tanto, el molde se enfrió rápidamente. En el caso de la muestra 3, casi todo el material quedó adherido debido al aumento de la temperatura y tiempo. Entonces, los moldes estuvieron mucho más calientes al salir del horno y por eso demoraron más tiempo en alcanzar la temperatura de desmoldeo a diferencias de las muestras 1 y 2. En este caso, el espesor de la muestra también contribuye a aumentar el tiempo de enfriamiento pues, por la naturaleza del

material, este se comporta como un aislante térmico. En el caso de las muestras 1 y 2, sus bajos espesores promueven unos tiempos de enfriamientos más cortos. Por otro lado, en la figura 3.10 se observa que la muestra 1 (PV2-250-12) exhibe una clara diferencia de espesores a largo de sus paredes pues hay un agujero muy grande en la base inferior de la muestra (base inferior del molde) que es visible en dicha figura. La distribución de espesores está ligada a la distribución de temperaturas a lo largo de la superficie del molde y los parámetros de rotación del proceso [29;52]. En este caso, parece que la distribución de temperaturas es la responsable de este defecto. Por la configuración del equipo, la cruz, que pertenece al sistema de rotación del equipo y acopla a los moldes, actúa como una resistencia térmica que impide el flujo de calor hacia la base del molde. De esta forma, la adherencia en esa zona (base del molde) comienza tardíamente pues la temperatura aumenta lentamente por la presencia de esa gran masa y, por tanto, la temperatura en dicha zona es mucho menor que en el cuerpo o en la base del molde. Lo contrario ocurre durante la etapa de enfriamiento. De este modo, no es posible determinar si los parámetros de velocidad tienen o no una influencia significativa sobre la distribución de espesores pues para este caso la distribución de temperaturas es más crítica. La figura 2.24 (capítulo 2) muestra la cruz y los moldes acoplados al sistema de rotación.

En el caso de la muestra 4, todo el material ha quedado adherido a las paredes de la muestra y exhibe un ligero cambio de color en la superficie exterior, lo cual es un síntoma de degradación térmica. En la muestra 5, todo el material también quedó adherido, sin embargo, existe un cambio de color significativo en la superficie exterior que, sin lugar a dudas, es sinónimo de una degradación térmica más pronunciada que en el caso anterior.

Las muestras del 1 al 5 sirvieron para fijar un punto de partida. En base a la inspección visual, se determinó que 300 °C es una temperatura adecuada para el proceso siempre y cuando el tiempo de calentamiento sea mayor o igual a 18 min. Bajo estas condiciones, el material puede adherirse completamente a la superficie interior del molde y sinterizar. A estas alturas, es posible afirmar que el nivel de sinterizado está relacionado con la rugosidad e irregularidad de superficial interior de la muestra. Sin embargo, el criterio asumido indica que el objetivo es determinar los parámetros bajo los cuales todo el material puede quedar adherido entre sí y a la superficie del molde sin importar la morfología de la superficie interior de la muestra. En este sentido, 300 °C y 18 min son condiciones críticas de moldeo.

Entonces, a partir de la muestra 6, se usa una temperatura constante de 300 °C y tiempos de calentamiento de 22, 20 y 18 min. En total, se fabricaron 3 muestras de materiales diferentes y para verificar la repetibilidad de los valores, cada uno de estos materiales se volvieron a fabricar por segunda vez. En total, se moldearon 6 muestras a partir de 3 materiales diferentes como indica la tabla 3.6. Durante la fabricación, el tiempo de calentamiento se redujo hasta encontrar el tiempo mínimo (valor crítico) bajo el cual es posible conseguir la adherencia total a una temperatura constante. En este caso, dicho tiempo de calentamiento es 18 min cuando la temperatura es 300 °C. Si bien la temperatura medida por la termocupla indica un valor más aproximado de la temperatura superficial del molde, es solo un valor referencial, pues, la única temperatura que puede ser controlada es la del horno y, por tanto,

es más conveniente variar los valores de este parámetro. Por otro lado, al final de la etapa de enfriamiento, la temperatura superficial de los moldes se mantuvo entre 30 y 40 °C. Una temperatura superficial en dicho rango se consigue con un tiempo de enfriamiento de 20 min.

En la tabla 3.6, también se observa que las temperaturas superficiales de la muestra son mucho mayores que la temperatura superficial del molde, lo cual parece ser incoherente a simple vista. Sin embargo, la única razón para que estas temperaturas sean tan diferentes es que el material, a este nivel de temperatura, se ha contraído volumétricamente. Esta contracción crea una capa de aire entre la superficie interior del molde y la superficie exterior del producto que actúa como una especie de aislante térmico y dificulta la transferencia de calor. Esto implica que después de la contracción, la superficie exterior de la muestra se enfriará más lentamente que la superficie interior del molde y, por tanto, las temperaturas serán muy diferentes en ambos casos.



Figura 3.10. Primera muestra moldeada (PV2-250-12) y polvo de material remanente (izquierda).

Tabla 3.7. Temperaturas y tiempos de calentamiento para las etapas de moldeo.

| Tiempo de calentamiento | Temperatura de calentamiento | | | Tiempo de enfriamiento |
|--|------------------------------|----------------|---------------------------|------------------------|
| | T_C [°C] | | | t_E [min] |
| | $T_{C1} = T_C - \Delta T$ | $T_{C2} = T_C$ | $T_{C3} = T_C + \Delta T$ | $t_{E1} = t_E$ |
| t_c [min] | 280 °C | 300 °C | 320 °C | 20 min |
| $t_{c1} = t_c$ | 19 min | | | |
| $t_{c2} = t_c + \Delta t$ | 22 min | | | |
| $t_{c3} = t_c + 2\Delta t$ | 25 min | | | |
| $t_{c4} = t_c + 3\Delta t$ | 28 min | | | |
| Velocidad principal (N_P) | : 8,0 min ⁻¹ | | | |
| Velocidad secundaria (N_S) | : 3,5 min ⁻¹ | | | |
| Razón de velocidad (Ω) | : 2:1 | | | |
| Forma de enfriamiento | : Convección de aire forzado | | | |
| Velocidad del aire a la salida del rotor (v_A) | : 7,0 m/s | | | |
| Caudal de aire a la salida del rotor (\dot{V}_A) | : 3,5 m ³ /s | | | |

Según los resultados de los ensayos de moldeo previos, las otras etapas de ensayos moldeo se llevaron a cabo variando los tiempos para una determinada temperatura como se propone en la tabla 3.7. Se ha visto conveniente incrementos de tiempo (Δt) de 3 min para una determinada temperatura; estableciéndose 3 temperaturas de ensayo (280, 300 y 320 °C). El incremento de tiempo difiere del valor usado en los ensayos de moldeo previos (2 min) pues se busca evaluar una variación más acentuada del nivel de sinterizado. Los valores de las velocidades de rotación y velocidad de enfriamiento se mantuvieron constantes a lo largo de las demás etapas y dichos valores también se muestran en la parte inferior de la tabla 3.7; pues por la configuración del equipo no es posible variar estos valores.

3.2.2. Segunda etapa: Ensayos de moldeo para evaluar el efecto de la proporción en volumen de las partículas de madera

Según la metodología, los ensayos de moldeo de la segunda etapa se llevaron a cabo con los valores que se muestran en la tabla 3.8. En la tabla se observa que los materiales fueron moldeados a una misma temperatura (300 °C) y variando el tiempo de calentamiento (19, 22, 25 min). De la misma, forma por cada tiempo, se fabricaron materiales variando la proporción en volumen (0, 10, 15, 20, 25, 30 %) y manteniendo constante el tamaño de partícula (MCR5). En total, se fabricaron 18 materiales compuestos y, para evaluar sus propiedades mecánicas, fue necesario fabricar 54 muestras (3 repeticiones por cada material) y 108 probetas para ensayos de tracción. Los materiales compuestos se pueden clasificar en 3 grupos según el tiempo de calentamiento como se observa en las tablas 3.8 y 3.9. Por la configuración de los moldes, solo fue posible fabricar 6 muestras al mismo tiempo. Así por ejemplo, en la primera ronda se fabricaron 6 muestras a 300 °C durante 19 min (cada muestra equivale a un material de diferente proporción en volumen de partículas (0, 10, 15, 20, 25 y 30 %)). Luego, se llevaron a cabo 2 rondas adicionales (2 repeticiones) bajo las mismas condiciones. De esta forma para el primer grupo, se fabricaron 6 materiales diferentes y 18 muestras (3 repeticiones por cada material) a partir de las cuales fue posible mecanizar 36 probetas para ensayo de tracción (2 probetas por cada muestra). Con esto, cada material pudo ser sometido a 6 repeticiones de ensayos de tracción. Se fabricaron la misma cantidad de muestras y probetas para los grupos de 22 y 25 min. Los resultados de los ensayos de moldeo se muestran en la tabla 3.9.

Tabla 3.8. Segunda etapa - Efecto de la proporción en volumen.

| Tiempo de calentamiento | | Temperatura de calentamiento | | | Tiempo de enfriamiento |
|----------------------------|--------|------------------------------|----------------|---------------------------|------------------------|
| | | T_C [°C] | | | t_E [min] |
| t_C [min] | | $T_{C1} = T_C - \Delta T$ | $T_{C2} = T_C$ | $T_{C3} = T_C + \Delta T$ | $t_{E1} = t_E$ |
| $t_{C1} = t_C$ | | 280 °C | 300 °C | 320 °C | 20 min |
| $t_{C1} = t_C$ | 19 min | {PV <i>i</i> } – MCR5 | | | |
| $t_{C2} = t_C + \Delta t$ | 22 min | {PV <i>i</i> } – MCR5 | | | |
| $t_{C3} = t_C + 2\Delta t$ | 25 min | {PV <i>i</i> } – MCR5 | | | |

{PV*i*} = {PV1 ; PV2 ; PV3 ; PV4 ; PV5 ; PV6} = {0 ; 10 ; 15 ; 20 ; 25 ; 30} [%]
Valores de los parámetros de enfriamiento y velocidad son constantes. Ver tabla 3.7.

Tabla 3.9. Segunda etapa - Resultados de los ensayos de moldeo.

| $\{PV_i\} - T_C - t_cR - MCR_i$ | t_c | T_C | T_T | t_E | T_E | T_M |
|---------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| [-] | [min] | [°C] | [°C] | [min] | [°C] | [°C] |
| $\{PV_i\}$ -300-191-MCR5 | 19 | 300 | 278 | 20 | 33 | 72 |
| $\{PV_i\}$ -300-192-MCR5 | 19 | 300 | 270 | 20 | 32 | 80 |
| $\{PV_i\}$ -300-193-MCR5 | 19 | 300 | 274 | 20 | 29 | 74 |
| $\{PV_i\}$ -300-221-MCR5 | 22 | 300 | 276 | 20 | 37 | 74 |
| $\{PV_i\}$ -300-222-MCR5 | 22 | 300 | 278 | 20 | 36 | 78 |
| $\{PV_i\}$ -300-223-MCR5 | 22 | 300 | 272 | 20 | 30 | 77 |
| $\{PV_i\}$ -300-251-MCR5 | 25 | 300 | 275 | 20 | 36 | 77 |
| $\{PV_i\}$ -300-252-MCR5 | 25 | 300 | 277 | 20 | 37 | 112 |
| $\{PV_i\}$ -300-253-MCR5 | 25 | 300 | 277 | 20 | 35 | 70 |

[1] Designación ($\{PV_i\} - T_C - t_cR - MCR_i$)[2] Tiempo de calentamiento (t_c)[3] Temperatura nominal de calentamiento o temperatura nominal de horno (T_C)[4] Temperatura de termocupla (T_T)[5] Tiempo de enfriamiento (t_E)[6] Temperatura de desmoldeo (T_E)[7] Temperatura superficial de muestra al desmoldar (T_M)

Con el fin de evaluar cualitativamente el nivel de sinterizado y densificación de los materiales compuestos, se han tomado algunas fotografías de la superficie interior de algunas muestras. Las figuras del 3.11 al 3.13 y del 3.14 al 3.16 muestran como varía la morfología de la superficie interior de la muestra conforme aumenta el tiempo de calentamiento de los materiales compuestos PV3-300- t_cR y PV6-300- t_cR . Las figuras del 3.17 al 3.22 muestran el mismo efecto para materiales moldeados bajo las mismas condiciones de temperatura y tiempo (300 °C, 19 min) variando la proporción en volumen de 0 a 30%. Es conocido que el proceso de sinterización de múltiples partículas ocurre secuencialmente o por capas [54]. Como el material tiende a quedar en el fondo del molde por las bajas velocidades, habrá un gradiente de temperaturas entre aquella porción del material que esté más cerca de la superficie interior del molde y aquella porción que este más alejada o cerca al centro del molde. De esta forma, la porción más cercana comenzará a adherirse primero y, a medida que aumente la temperatura, la capa adyacente se adherirá después y, lo mismo ocurrirá hasta que se haya formado una capa homogénea con todo el material disponible. Sin embargo, cada capa recién formada estará compuesta por una mezcla bifásica de polímero/madera y aire como se muestra en la figura 1.8 (capítulo 1) de tal forma que la pared del producto tendrá poros o discontinuidades. Estos poros irán desapareciendo (densificación) a través de mecanismo de difusión y disolución a medida que aumente la temperatura [55-57]. Entonces, una forma práctica de evaluar el nivel de coalescencia y densificación es evaluando la morfología de la superficie más alejada, respecto de la superficie interior del molde, pues esta es la última en formarse. En este sentido, es posible afirmar que el material habrá sinterizado y densificado completamente siempre y cuando la última capa que se ha formado esté libre de poros o vacíos.

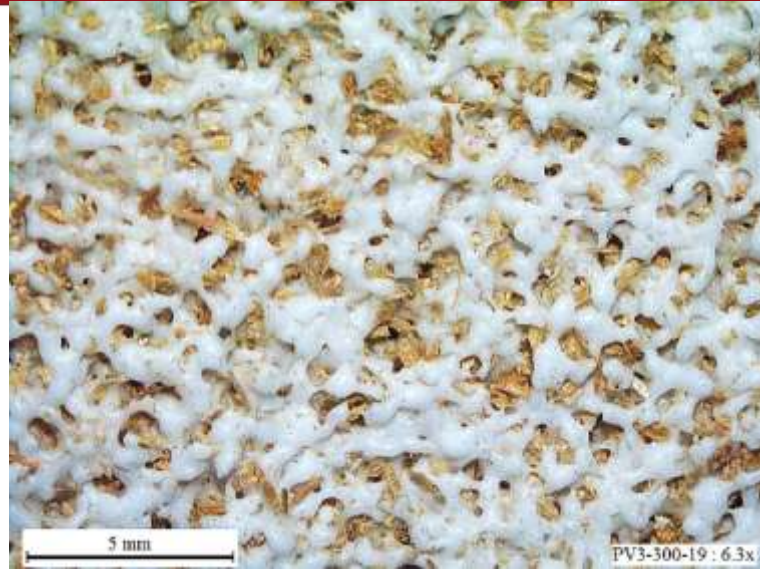


Figura 3.11. Superficie interior – Muestra PV3-300-19 (15%).

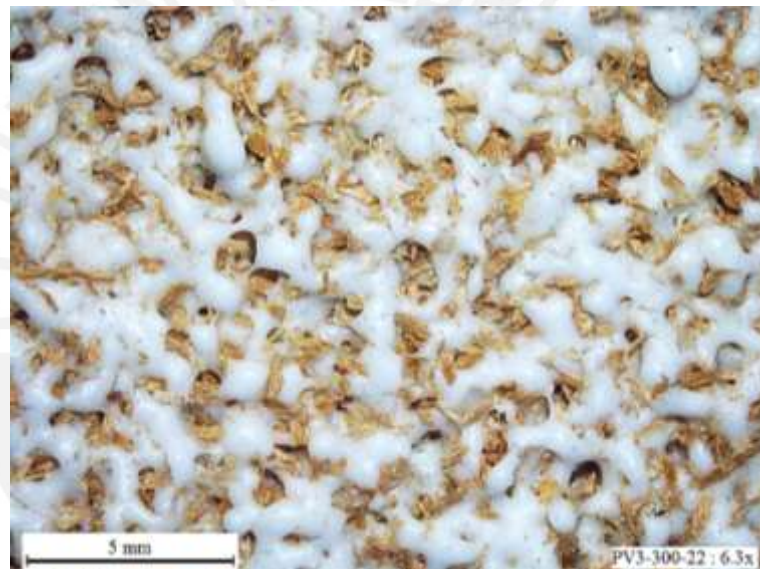


Figura 3.12. Superficie interior – Muestra PV3-300-22 (15%).



Figura 3.13. Superficie interior – Muestra PV3-300-25 (15%).



Figura 3.14. Superficie interior – Muestra PV6-300-19 (30%).

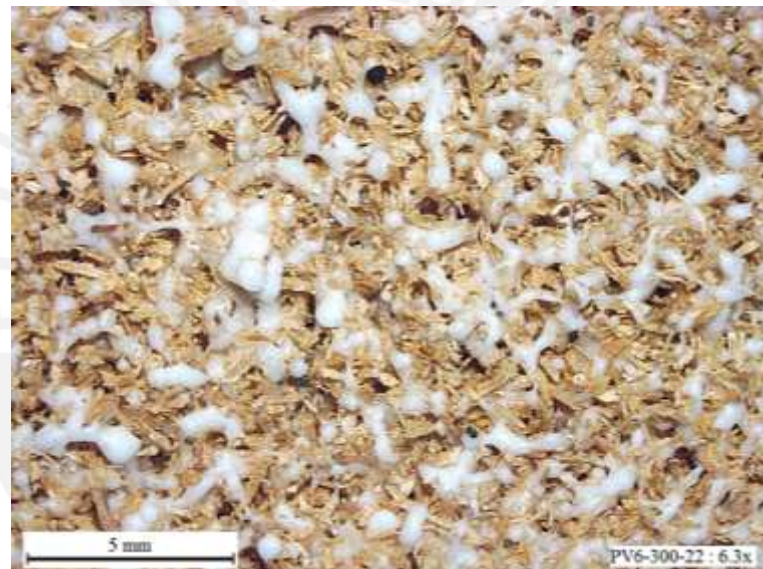


Figura 3.15. Superficie interior – Muestra PV6-300-22 (30%).

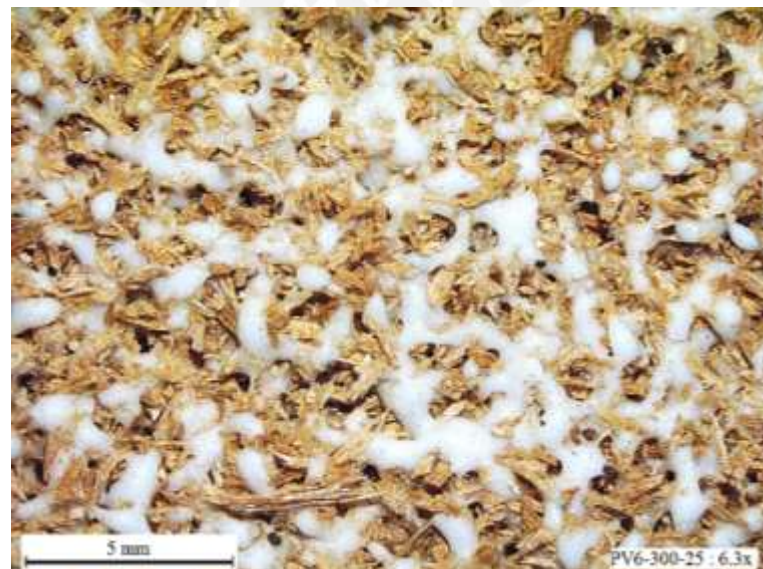


Figura 3.16. Superficie interior – Muestra PV6-300-25 (30%).

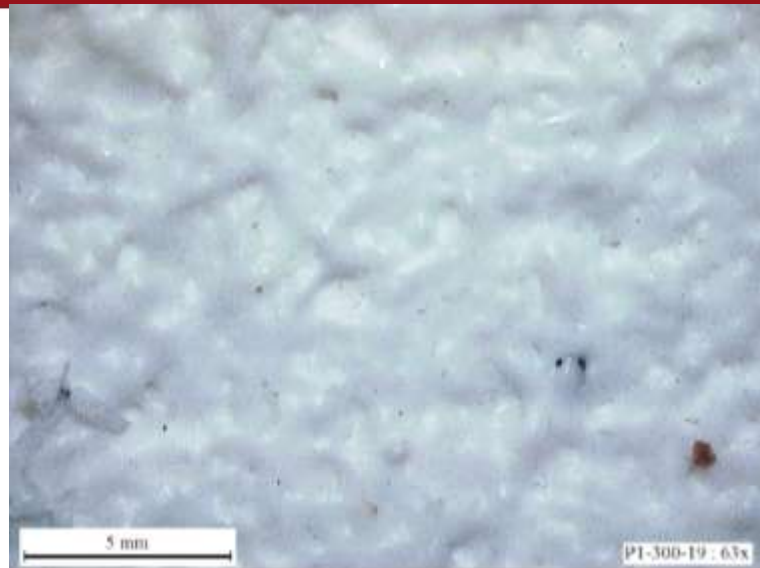


Figura 3.17. Superficie interior – Muestra PVI-300-19 (0%).



Figura 3.18. Superficie interior – Muestra PV2-300-19 (10%).

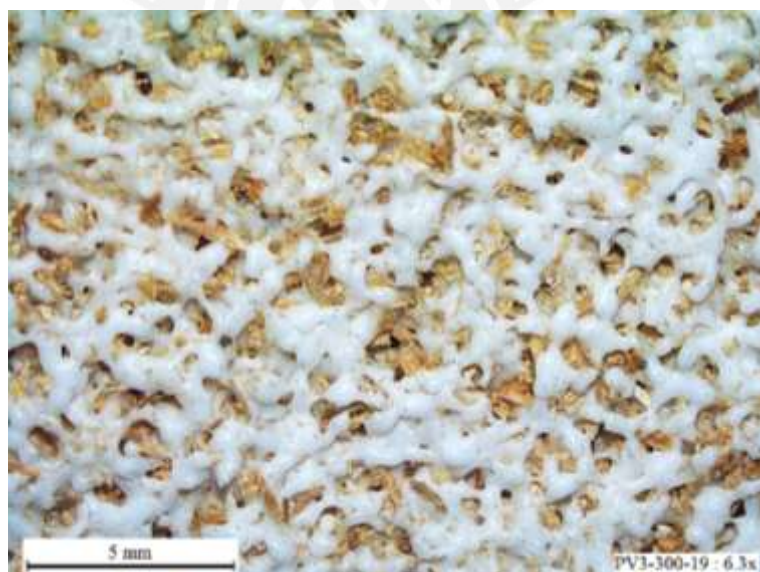


Figura 3.19. Superficie interior – Muestra PV3-300-19 (15%).

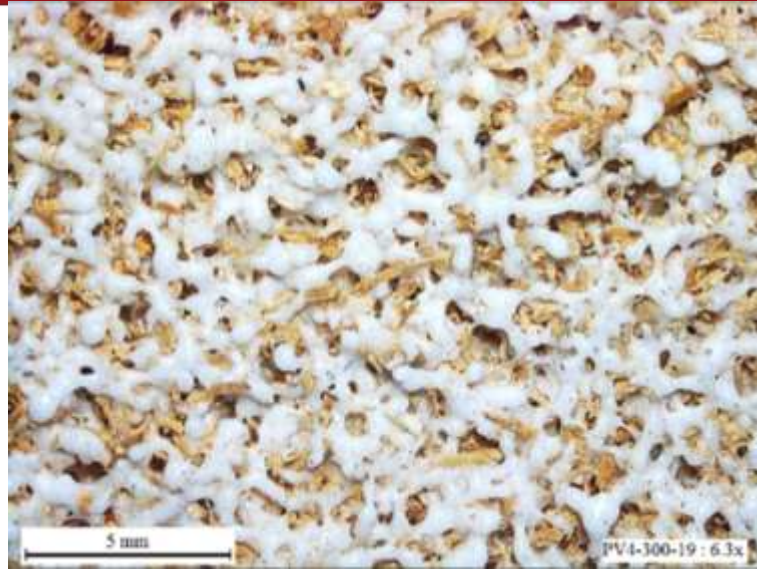


Figura 3.20. Superficie interior – Muestra PV4-300-19 (20%).

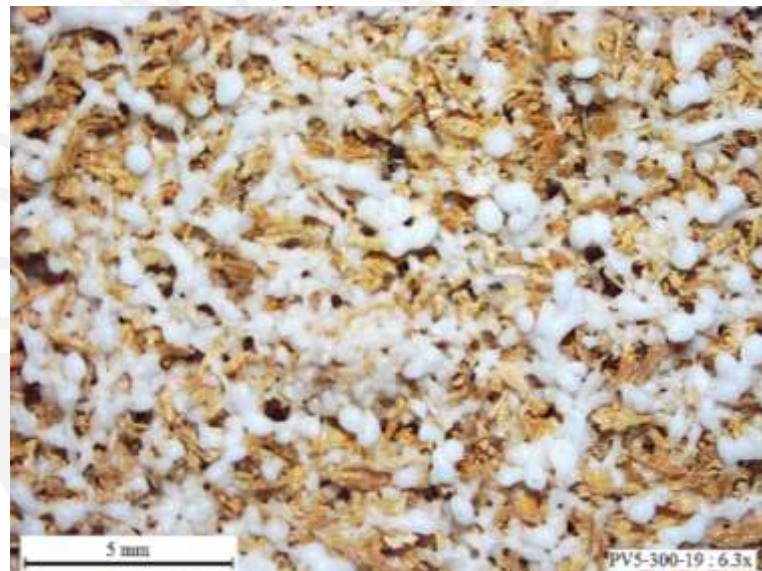


Figura 3.21. Superficie interior – Muestra PV5-300-19 (25%).



Figura 3.22. Superficie interior – Muestra PV6-300-19 (30%).

En el caso del material PV3-300- t_cR (figuras 3.11 a 3.13) que tiene 15% en volumen de partículas de madera, se observa que a medida que aumenta el tiempo de calentamiento, la superficie interior del molde presenta menos poros y discontinuidades. A 19 min, la etapa de sinterizado está en pleno apogeo pues se observa que las partículas han formado cuellos (puentes) que engrosan a 22 min y desaparecen completamente a 25 min. Al cabo de este tiempo, también se observa que las partículas de madera están bien dispersas sobre la superficie y la matriz es homogénea. Sin embargo, aquellas partículas de madera que se quedaron en esta superficie no pudieron ser bañadas completamente por el polímero, lo cual causa que la superficie sea muy rugosa; a pesar de esto, dichas partículas están bien adheridas al plástico ya que no se desprenden con facilidad. Por otro lado, en el caso del material PV6-300- t_cR (figuras 3.14-3.16) que tiene 30% en volumen de partículas, se observa el mismo comportamiento que el material anterior, esto es, el sinterizado entre partículas progresa conforme aumenta el tiempo de calentamiento. No obstante, al comprar ambos materiales a 19 min, se observa que el proceso de sinterizado se retrasa en el caso del material PV6-300- t_cR . A 19 min, la sinterización no ha empezado pues no se observa la formación de cuellos entre partículas. A 22 minutos, se observa la formación de cuellos y a 25 min el proceso de sinterizado no ha concluido ya que se observan muchos poros y discontinuidades. En este caso, el polímero no es capaz de constituir una fase homogénea y no puede bañar a todas las partículas de madera. Las figuras del 3.17 al 3.22 muestran cómo se retrasa el proceso de sinterización a medida que aumenta la proporción en volumen de partículas de madera en el caso de materiales compuestos fabricados a la misma temperatura (300 °C) y tiempo (19 min) de calentamiento. A medida que aumenta la cantidad de madera, se observa que el tamaño de los cuellos que forman las partículas va disminuyendo y estos cuellos simplemente desaparecen cuando la cantidad de partículas de madera asciende a 30%. De este modo, se puede afirmar que al aumentar la cantidad de madera, el proceso de sinterización se retrasa inevitablemente. Esto significa que, si se fabricasen materiales compuestos con diversas proporciones de madera bajo las mismas condiciones, la adherencia entre el molde y las partículas de plástico y/o la adherencia entre partículas de plástico iniciarían, mucho antes, en materiales con menor cantidad de madera.

Durante la etapa de calentamiento, la transferencia de calor del molde hacia la masa de material compuesto se da, principalmente, por conducción térmica [58]. En este sentido, el retraso del proceso de sinterización se puede explicar a partir de la conductividad térmica y difusividad térmica del material compuesto. La tabla 3.10 muestra algunos valores de dichas propiedades en función de la proporción en volumen de las partículas de madera y fueron calculados utilizando la regla de las mezclas según sugiere Banerjee et al [58]. Las propiedades térmicas de la madera no varían con la temperatura pues no han cambio de fase. Asimismo, no hay valores específicos para las propiedades térmicas de la madera capirona, pero se sabe que es una madera *sowftwood* y, por tanto, para calcular las propiedades del material compuesto, se asume que las propiedades de este grupo maderas corresponden a las propiedades de la capirona. Por otro lado, las propiedades térmicas del polímero son sensibles a la temperatura pues hay cambio de fase. En este caso, se han calculado las propiedades del material compuesto a 27 °C y 200 °C.

Tabla 3.10. Propiedades térmicas de los materiales compuestos y sus constituyentes.

| $PV_i - [\text{cm}^3/\text{cm}^3]$ | $k_{MC} - [\text{W/m K}]$ | | $\rho_{MC} - [\text{kg/m}^3]$ | | $c_{pMC} - [\text{J/kg K}]$ | | $\alpha_{MC} \times 10^9 - [\text{m}^2/\text{s}]$ | |
|--|---------------------------|--------|-------------------------------|--------|---|----------------------|---|--------|
| $[-]$ | 25 °C | 200 °C | 25 °C | 200 °C | 25 °C | 200 °C | 25 °C | 200 °C |
| 0 | 0,52 | | 996 | | 2 251 | 3 168 | 232,0 | 164,8 |
| 0,1 | 0,48 | | 947 | | 2 366 | 3 330 | 214,1 | 152,1 |
| 0,15 | 0,46 | | 923 | | 2 428 | 3 418 | 205,2 | 145,8 |
| 0,20 | 0,44 | | 899 | | 2 494 | 3 510 | 196,3 | 139,5 |
| 0,25 | 0,42 | | 875 | | 2 563 | 3 608 | 187,4 | 133,1 |
| 0,30 | 0,40 | | 850 | | 2 637 | 3 711 | 178,4 | 126,8 |
| Propiedades térmicas de los constituyentes | | | | | | | | |
| Material | $k_{MC} - [\text{W/m K}]$ | | $\rho_{MC} - [\text{kg/m}^3]$ | | $c_{MC} - [\text{J/kg K}]$ | | $\alpha_{MC} \times 10^9 - [\text{m}^2/\text{s}]$ | |
| | 25 °C | 200 °C | 25 °C | 200 °C | 25 °C | 200 °C | 25 °C | 200 °C |
| Sowftwood [59] | 0,12 | | 510 | | 1 380 | | 170,5 | |
| PEAD [60;61] | 0,52 | | 996 | | 1 544 ^(*) | 2 461 ^(*) | 338,1 | 212,1 |
| Ecuaciones de las reglas de las mezclas | | | | | | | | |
| Conductividad térmica del material compuesto [58] | | | | | : $k_{MC} = PV_i \cdot k_1 + (1 - PV_i) \cdot k_2$ | | | |
| Densidad del material compuesto [62] | | | | | : $\rho_{MC} = PV_i \cdot \rho_1 + (1 - PV_i) \cdot \rho_2$ | | | |
| Calor específico a presión constante del material compuesto [58] | | | | | : $c_{pMC} = \frac{\sum c_i \cdot \rho_i}{\rho_{MC}} = \frac{c_{p1} \cdot \rho_1 + c_{p2} \cdot \rho_2}{PV_i \cdot \rho_1 + (1 - PV_i) \cdot \rho_2}$ | | | |
| Difusividad térmica del material compuesto ^(**) [59] | | | | | : $\alpha_{MC} = \frac{k_{MC}}{\rho_{MC} \cdot c_{pMC}}$ | | | |
| (*) Valores interpolados [61] | | | | | | | | |
| (**) También aplica para la madera y el plástico. | | | | | | | | |
| 1: Sowftwood | | | | | | | | |
| 2: PEAD | | | | | | | | |

De la tabla 3.10, se resaltan varios aspectos importantes. Por ejemplo, la conductividad térmica de la madera es 23,1% el valor de la conductividad del polietileno. En este sentido, a medida que se usa mayores proporciones en volumen, la conductividad térmica del material compuesto (k_{MC}) tiende a disminuir pues la cantidad de madera está aumentando y se comporta, cada vez más, como un aislante térmico. Esto influye directamente sobre el valor de la difusividad térmica del compuesto (α_{MC}) pues es directamente proporcional a dicho valor. Como la difusividad mide que tan rápido responde el material frente a un cambio de temperatura, un material de baja difusividad tardará más tiempo en calentarse que un material con mayor difusividad [59]. En la tabla, se observa que la difusividad térmica disminuye conforme aumenta la proporción en volumen de las partículas de madera. Va desde 232 m²/s para 0% de madera hasta 178,4 m²/s hasta 30% de madera y dichos valores se atenúan a mayores niveles de temperatura. Entonces, los materiales con mayor cantidad de madera, elevarán su temperatura más lentamente durante el proceso de calentamiento. De este modo, en dichos materiales, el proceso de sinterización se retrasa o se lleva a cabo más lentamente que en materiales con baja proporción de madera, con cual, es posible afirmar, en base a las fotografías y a los valores de propiedades térmicas calculadas, que las partículas de madera impiden la sinterización. Este resultado concuerda con otras investigaciones [63-67]. Visto de otra forma, si se tienen dos materiales compuestos de diferente proporción en volumen moldeados a la misma temperatura, para que ambos alcancen el mismo nivel de sinterización, el material con mayor cantidad de partículas de madera necesitará más tiempo de calentamiento que el material con menor contenido de madera, ya que en el primer caso,

la difusividad térmica es menor, por tanto, la velocidad que la que se eleva su temperatura es más lenta y esto ocasiona que el proceso de sinterización se retrase. Como la etapa de calentamiento es un proceso transitorio, las propiedades térmicas irán cambiando con la temperatura, con lo cual se observa que, a medida que esta aumenta, el proceso de sinterizado se dificulta aún más, pues la difusividad térmica disminuye de valor. Esto se puede observar al comparar la difusividad a 25 y 200 °C.

Con el fin de determinar, las condiciones de moldeo adecuadas que permitan fabricar materiales de buenas propiedades y características, cada uno de los 18 materiales compuestos fabricados durante la segunda etapa fueron sometidos a ensayos de tracción. Los resultados globales de dichos ensayos se muestran en la tabla 3.11 y los resultados parciales se muestran en los anexos.

Tabla 3.11. Propiedades mecánicas de los materiales compuestos fabricados en la segunda etapa.

| $PV_i - T_C - t_c R - MCR_i - NM$ [-] | $10^2 \times PV_i$ [cm ³ /cm ³] | $\bar{E}_{S1\%}$ [N/mm ²] | $\Delta E_{S1\%}$ [N/mm ²] | $\bar{\sigma}_M$ [N/mm ²] | $\Delta \sigma_M$ [N/mm ²] | $10^2 \times \bar{\epsilon}_{TM}$ [mm/mm] | $10^2 \times \Delta \epsilon_{TM}$ [mm/mm] |
|--|---|--|---|--|---|--|---|
| PV1-300-19R-MCR5-01 | 0 | 848,8 | 34,0 | 19,245 | 0,27 | 11,700 | 0,27 |
| PV2-300-19R-MCR5-02 | 10 | 909,7 | 28,5 | 16,252 | 0,19 | 8,081 | 0,15 |
| PV3-300-19R-MCR5-03 | 15 | 519,9 | 76,6 | 10,608 | 0,30 | 6,272 | 0,30 |
| PV4-300-19R-MCR5-04 | 20 | 356,8 | 23,7 | 6,454 | 0,14 | 5,358 | 0,44 |
| PV5-300-19R-MCR5-05 | 25 | 219,8 | 25,5 | 4,045 | 0,23 | 5,368 | 0,41 |
| PV6-300-19R-MCR5-06 | 30 | 110,6 | 17,4 | 1,752 | 0,13 | 4,495 | 0,29 |
| PV1-300-22R-MCR5-07 | 0 | 838,3 | 32,4 | 19,090 | 0,20 | 11,483 | 0,55 |
| PV2-300-22R-MCR5-08 | 10 | 999,8 | 35,4 | 17,904 | 0,44 | 8,545 | 0,19 |
| PV3-300-22R-MCR5-09 | 15 | 859,2 | 64,1 | 14,452 | 0,22 | 5,949 | 0,18 |
| PV4-300-22R-MCR5-10 | 20 | 554,8 | 21,4 | 9,706 | 0,15 | 5,063 | 0,10 |
| PV5-300-22R-MCR5-11 | 25 | 333,9 | 8,3 | 6,070 | 0,29 | 4,322 | 0,17 |
| PV6-300-22R-MCR5-12 | 30 | 181,9 | 10,1 | 3,426 | 0,24 | 3,588 | 0,33 |
| PV1-300-25R-MCR5-13 | 0 | 927,5 | 17,4 | 20,284 | 0,18 | 11,520 | 0,17 |
| PV2-300-25R-MCR5-14 | 10 | 1045,7 | 23,0 | 18,649 | 0,37 | 8,624 | 0,27 |
| PV3-300-25R-MCR5-15 | 15 | 1071,6 | 41,8 | 16,746 | 1,59 | 6,038 | 0,07 |
| PV4-300-25R-MCR5-16 | 20 | 665,9 | 101,1 | 10,420 | 2,09 | 4,305 | 0,38 |
| PV5-300-25R-MCR5-17 | 25 | 510,5 | 72,9 | 7,957 | 0,61 | 4,057 | 0,20 |
| PV6-300-25R-MCR5-18 | 30 | 229,4 | 76,6 | 4,194 | 0,05 | 3,199 | 0,41 |

Designación de material ($PV_i - T_C - t_c R - MCR_i - NM$)

Proporción en volumen de las partículas de madera ($10^2 \times PV_i$)

Módulo elástico secante promedio al 1% ($\bar{E}_{S1\%}$)

Desviación estándar muestral del módulo elástico secante al 1% ($\Delta E_{S1\%}$)^(*)

Esfuerzo máximo promedio ($\bar{\sigma}_M$)^(*)

Desviación estándar muestral de la resistencia máxima ($\Delta \sigma_M$)^(*)

Deformación unitaria total promedio a la resistencia máxima ($10^2 \times \bar{\epsilon}_{TM}$)^(*)

Desviación estándar muestral de la deformación unitaria total promedio a la resistencia máxima ($10^2 \times \Delta \epsilon_{TM}$)^(*)

^(*) Valores atípicos no fueron considerados.

A. Módulo elástico

Los plásticos presentan una región elástica (zona lineal) a niveles de deformación pequeños [68] de tal forma que no es posible definir un módulo elástico como tal. En estos casos, se

calcula un módulo elástico secante que se define como la pendiente de la línea recta que une dos puntos específicos de la curva esfuerzo versus deformación. La mayoría de los ensayos que se llevaron a cabo no mostraron una zona elástica como tal y, por tanto, fue necesario calcular un módulo elástico secante para evaluar la rigidez de los materiales. Kissin [46] indica que las esferulitas se deforman elásticamente cuando las deformaciones unitarias son menores a 0,5%, por tanto, lo usual es calcular el modulo secante cuando la deformación unitaria es 1%. Entonces, en todos los casos, los módulos secantes se calculan considerando que uno de los extremos de la línea es el punto (1% , $\sigma_{1\%}$) y el otro es el origen de coordenadas (0,0). En este caso, la pendientes de la línea de recta que une esos dos, ha sido denominada modulo secante al 1% ($E_{s1\%}$) pero, a partir de ahora, se denominará como modulo elástico a secas. La figura 3.23 muestra los módulos elásticos de las repeticiones de cada material donde cada punto representa una repetición. Cada material fue ensayado 6 veces (6 repeticiones), sin embargo, se observa que solo hay entre 4 o 5 valores de modulo por cada material. Los valores que no se muestran son atípicos y fueron verificados según el procedimiento descrito en el capítulo 2, sección 2.4, apartado 2.4.6.

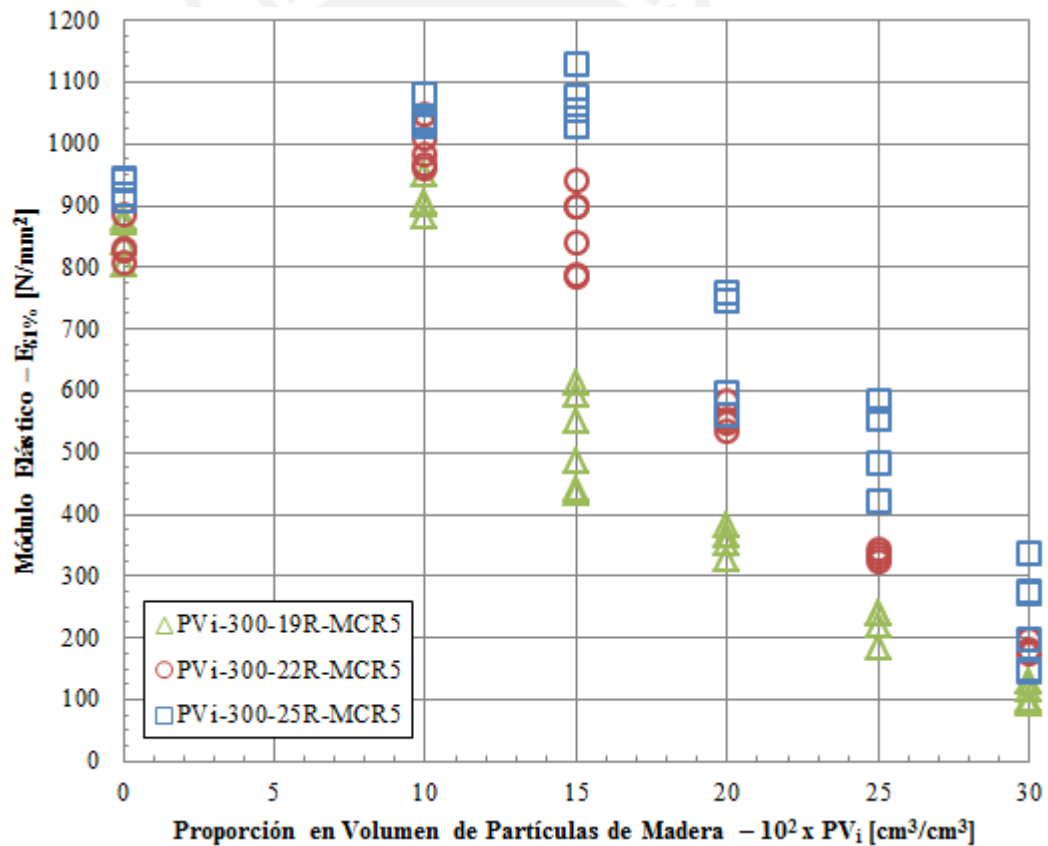


Figura 3.23. Módulos elásticos de los materiales ensayados (6 repeticiones por cada material).

En la figura 3.23, se observa que los materiales están agrupados en 3 conjuntos (hay 3 curvas) según su temperatura (19 min – triángulos verdes; 22 min – circunferencias rojas; 25 min – cuadrados azules). Cada grupo fue moldeado variando el tiempo de calentamiento y la proporción en volumen de las partículas de madera, mientras que, la temperatura de calentamiento y el tamaño de partícula se mantenían constantes. En general, se observa que a medida que el tiempo de calentamiento aumenta, el módulo elástico también tiende a

aumentar para cualquier proporción en volumen. De la misma forma, se observa que cada curva inicia con el valor del módulo elástico del material sin partículas (PEADR), alcanza un valor máximo a cierta proporción en volumen y, luego, el valor del módulo disminuye conforme aumenta la proporción en volumen. Por otro lado, la figura 3.24 muestra valores promedios del módulo elástico por cada material con su desviación estándar; valores atípicos no fueron considerados para los cálculos.

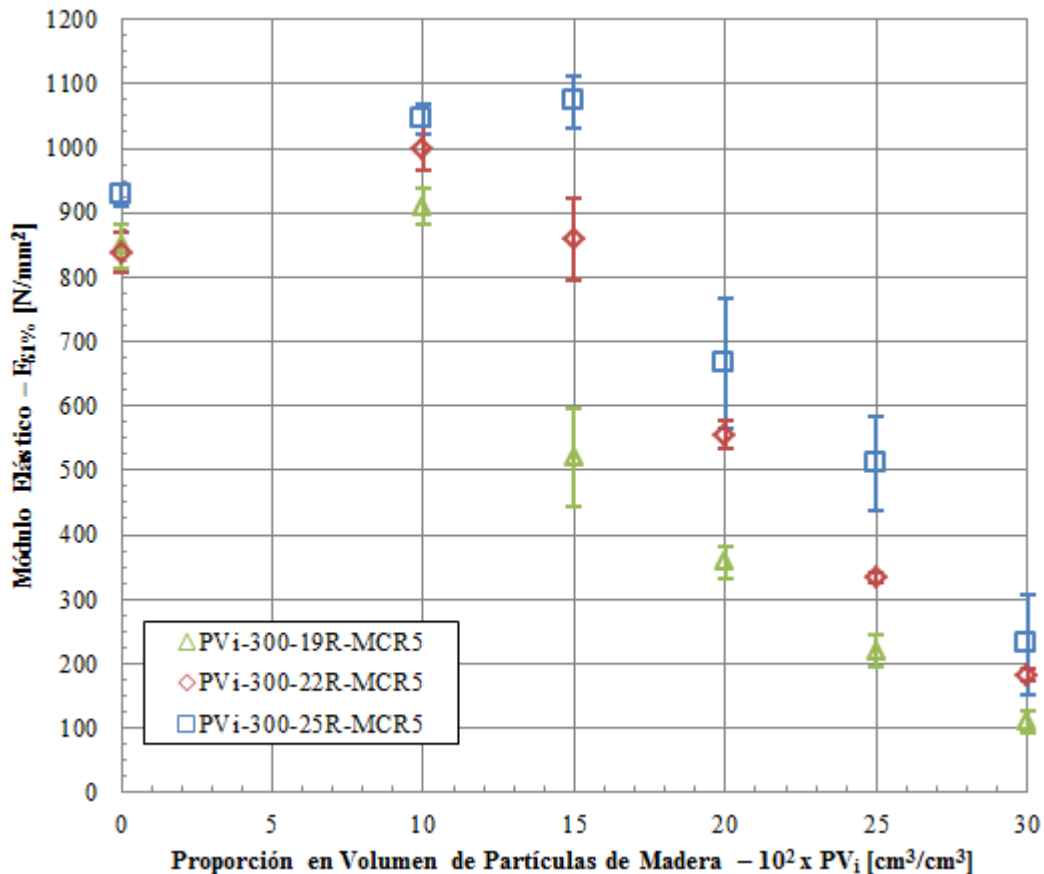


Figura 3.24. M. Elásticos promedio y desviación de los materiales moldeados en la segunda etapa. Cada punto representa el valor de un material compuesto.

La figura 3.24 muestra las mismas tendencias y características de la figura 3.23. Sin embargo, con los promedios y desviaciones es posible comparar los materiales entre sí. En la curva de 19 min, se observa que el módulo elástico inicia con un valor de $849 \text{ N}/\text{mm}^2$ que corresponde al material sin partículas (0 %), alcanza un valor máximo de $910 \text{ N}/\text{mm}^2$ con un 10 % de madera y disminuye hasta $111 \text{ N}/\text{mm}^2$ para un material con 30 % de madera. Por otro lado, en la curva de 22 min, se observa que el módulo elástico inicia con un valor de $838 \text{ N}/\text{mm}^2$ que corresponde al material sin partículas (0 %), alcanza un valor máximo de $1100 \text{ N}/\text{mm}^2$ con un 10 % de madera y disminuye hasta $182 \text{ N}/\text{mm}^2$ para un material con 30 % de madera. De la misma forma, en la curva de 25 min, se observa que el módulo elástico inicia con un valor de $1046 \text{ N}/\text{mm}^2$ que corresponde al material sin partículas (0%), alcanza un valor máximo de $910 \text{ N}/\text{mm}^2$ con un 15 % de madera y disminuye hasta $229 \text{ N}/\text{mm}^2$ para un material con 30% de madera. Según esto, no solo se observa que el módulo elástico es directamente proporcional a la temperatura; también, se observa que, a media que el tiempo de calentamiento aumenta, es posible alcanzar módulos elásticos altos

aumentando el contenido de madera del material compuesto. De este modo, se observa que el módulo elástico se desplaza hacia a valores más altos conforme aumenta la temperatura y contenido de madera. Por ejemplo, se observa que a 22 min, el módulo elástico más alto se alcanza con un 10% de madera, sin embargo, si la temperatura sube a 25 min, el módulo elástico más alto se alcanza con un 15% de madera. En general, cuando un relleno está bien adherido a la matriz actúa como un refuerzo, es decir, promueve un aumento de rigidez y resistencia [15]. Cuando el material trata de deformarse, el refuerzo, que está bien adherido, compartirá la carga con la matriz (transferencia de carga) [69]; en este caso, dicho material tiende a deformarse menos en las zonas próximas a los refuerzos y de esta forma produce un enfurecimiento [70]. Entonces, de cierta forma, las partículas de madera están impidiendo que el plástico se deforme libremente, con cual, el valor del módulo elástico aumenta con el contenido de la madera hasta alcanzar un valor máximo. En este sentido, se puede afirmar que el modulo elástico es sensible a la temperatura de moldeo y al contenido de madera. Un ejemplo interesante que muestra este comportamiento es el siguiente: por alguna razón se desea alcanzar un módulo elástico de aproximadamente 500 N/mm^2 , entonces, a 19 min se puede usar 10% de madera, a 22 min se puede usar 15% de madera y a 25 min se puede usar 20% de madera según la figura 3.24. Se observa que para alcanzar el mismo modulo elástico, es posible incrementar la cantidad de madera siempre y cuando el material sea moldeado a temperaturas más altas. De este modo, se observa que hay desplazamiento hacia la derecha de la curva modulo elástico versus proporción de madera a medida que aumenta la temperatura.

Se observa que el modulo elástico alcanza un valor máximo cuando la superficie interior de un material no presenta poros ni discontinuidades, con lo cual, es posible afirmar que el proceso de sinterización y densificación han concluido y, por tanto, las partículas madera están bien dispersas y la matriz es homogénea y continua. Cuando un material está constituido de cierta proporción en volumen, es necesario un tiempo mínimo de calentamiento a fin de alcanzar un módulo elástico máximo. De esta forma, el tiempo debe ser el necesario para que el polímero pueda fluir y bañar a las partículas de madera completamente y los procesos de sinterización y densificación puedan concluir. Los materiales PV2-300-19 (10% de madera), PV2-300-22 (10% de madera) y PV3-300-25 (15% de madera) son los materiales con los módulos elásticos más altos de los 3 grupos de materiales (agrupados en función del tiempo) fabricados durante la segunda etapa de moldeo según la figura 3.24; esto implica que han sinterizado y densificado adecuadamente. Las figuras 3.25, 3.26 y 3.27, que muestran las superficies internas de cada material, afirman lo anterior. Se observa que la figura 3.25 muestra una superficie con poros pero, de los materiales que pertenecen al grupo de 19 min, este material ha alcanzado un nivel de sinterizado superior y por eso el valor de su módulo elástico es el más alto de todos en el grupo de 19 min.

Para un mismo tiempo a medida que aumenta la cantidad de madera, la sinterización se dificulta pues el material compuesto tiene menor conductividad y difusividad térmica (ver tabla 3.10). De esta forma, cuando un material de cierta proporción de madera alcanza un nivel de sinterización y densificación adecuados a cierto tiempo de calentamiento, si

aumenta el contenido de madera, entonces, las propiedades térmicas caen y será necesario aumentar el tiempo de calentamiento para conseguir un nivel de sinterización adecuado. Sin embargo, si el tiempo no aumenta, pero el contenido de madera si, entonces, el modulo elástico tiende a disminuir de valor como se observa en cada una de las curvas de la figura 3.24. En este caso, el polímero no puede fluir adecuadamente y, por tanto, no puede bañar a las partículas de madera y estas tienden a segregar. Como las partículas no están embebidas, pues la matriz es no homogénea y ni continua, no es posible la transferencia de carga y el modulo elástico cae.

Si bien es posible fabricar materiales compuestos con altos módulos elásticos y mayor cantidad de madera a medida que aumenta el tiempo de calentamiento, para diseñar cierto material se debe tener en cuenta que, como el modulo elástico es una medida de rigidez, si este aumenta de valor, la resistencia al impacto disminuirá con lo cual el material podría tener un comportamiento frágil a temperatura ambiente.

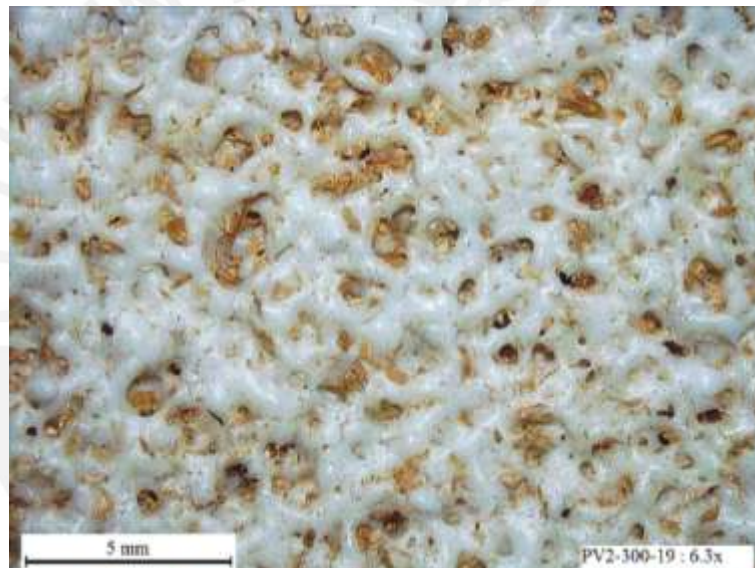


Figura 3.25. Superficie interior – Muestra PV2-300-19 (10%).

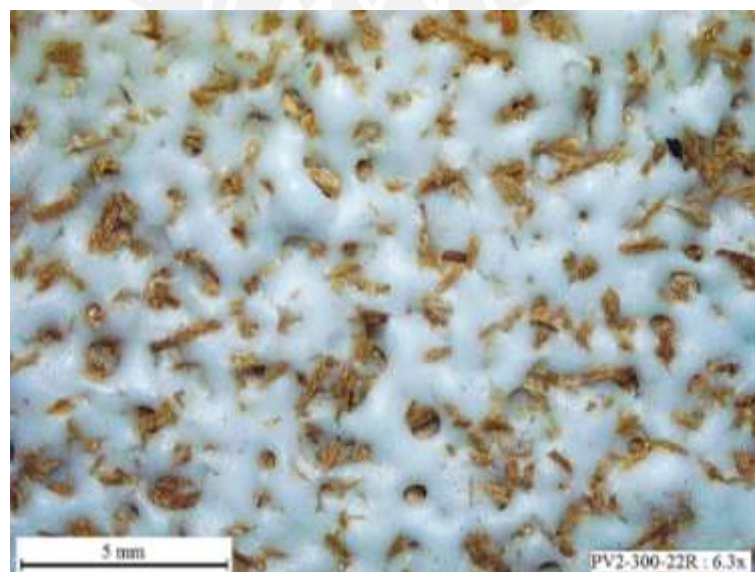


Figura 3.26. Superficie interior – Muestra PV2-300-22 (10%).



Figura 3.27. Superficie interior – Muestra PV3-300-25 (15%).

La figura 3.28 muestra un gráfico de barras de los módulos elásticos de todos los materiales de la segunda etapa con el fin de compararlos con más fácilmente.

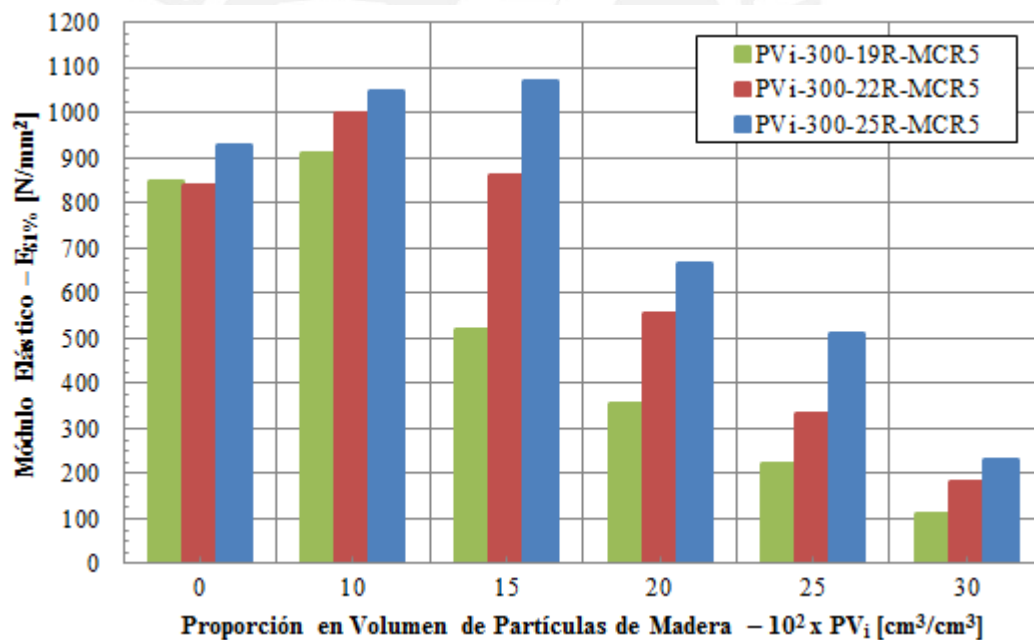


Figura 3.28. Módulos elásticos promedios de los materiales moldeados en la segunda etapa. Cada barra representa el valor de un material compuesto.

La figura 3.29 muestra un gráfico de barras porcentual. Por ejemplo, para los materiales de fabricados a 19 min, las barras de color verde indican la diferencia porcentual que hay entre el modulo elástico de un material de cierta proporción de madera y el modulo elástico de un material sin partículas fabricado a al mismo tiempo; de la misma forma para los demás tiempos. Se observa que una diferencia positiva implica que el modulo elástico es superior al del material sin partículas (ambos moldeados al mismo tiempo), mientras que, una diferencia negativa implica todo lo contrario. En la figura 3.29, se observa que 5 materiales presentan un módulo elástico superior al del material sin partículas de madera. Para los demás casos,

no se observa un aumento de rigidez y si el diseño de cierto material compuesto solo contemplara al módulo elástico como única variable, entonces, dichos materiales serian descartados. Se observa que el material, con un 10 % de madera y moldeado a 22 min, tiene el incremento de modulo elástico más alto que es 19,3 %. De la misma forma, el material compuesto constituido por un 15 % de madera y moldeado a 25 min presenta un incremento de 12,7 %. Sin embargo, este último material presenta un módulo elástico mucho mayor que el otro material según la figura 3.24 ($1\ 000\ \text{N/mm}^2$ contra $1\ 046\ \text{N/mm}^2$). Era de esperarse que a 25 min, la diferencia porcentual disminuyera de valor pues el material sin partículas alcanza un mayor nivel de sinterizado a medida que aumenta el tiempo de calentamiento, lo que origina que el incremento porcentual disminuya. De la misma forma, se observa que el material de 30% de madera moldeado a 19 min tiene un módulo elástico que disminuye un 87 % respecto al material sin partículas, con el cual, es el material con la disminución porcentual más alta. Según esto, su nivel de sinterizado y densificación es el más bajo de todos los materiales moldeados durante esta etapa. Esta afirmación se puede verificar al observar la figura 3.22 donde se las partículas de la superficie exterior no han comenzado la adherencia y, por tanto, no se observan cuellos o puentes.

Considerando toda la discusión anterior, el material compuesto que está constituido por 15 % de partículas de madera MCR5 y ha sido moldeado $300\ ^\circ\text{C}$ durante 25 min, presenta el modulo elástico más alto de todos los materiales moldeados durante la segunda etapa. En este sentido, como el objetivo fue analizar el efecto de la proporción en volumen e identificar aquella que permite alcanzar un valor máximo de modulo elástico, se determinó que la proporción en volumen PV3 (15 %) es la que cumplía con estas condiciones y, por tanto, fue usada en las otras etapas de moldeo. Asimismo, los materiales compuesto PV2-300-22 y PV3-300-25 son muy parecidos en cuanto a modulo elástico, sin embargo, el segundo de ellos permite el uso de mayor cantidad de madera y, por tanto, su proporción en volumen se consideró como adecuado para las siguientes etapas de moldeo.

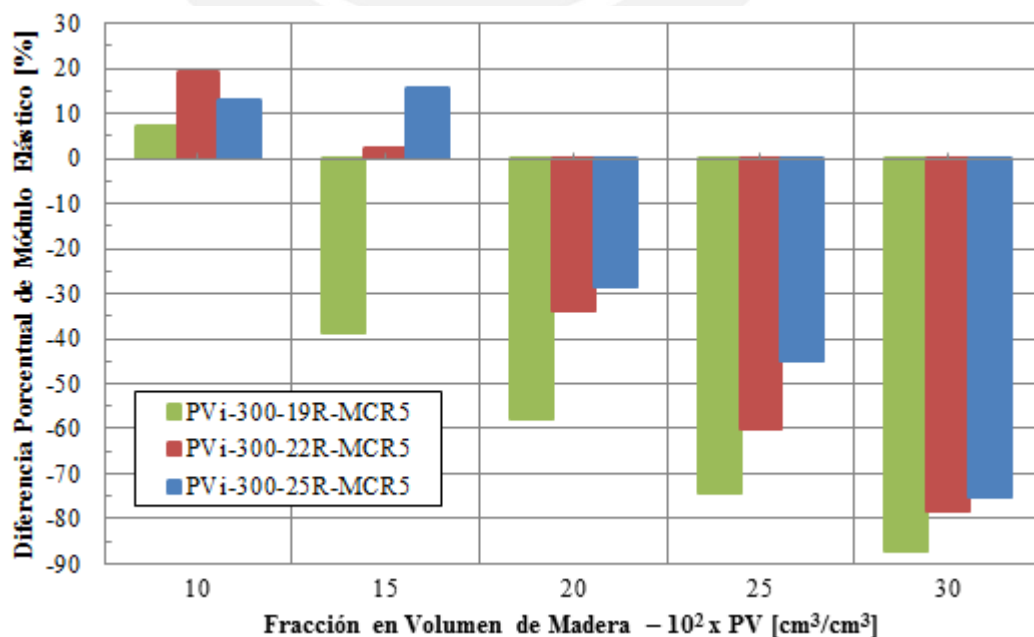


Figura 3.29. Diferencia porcentual de módulos elásticos. Cada barra representa una diferencia.

Yan et al [67], quienes usan una combinación de polietileno lineal de media densidad y partículas inorgánicas para fabricar materiales por modelo rotacional, también reportan que el módulo elástico alcanza un valor máximo a medida que aumenta la fracción en volumen de partículas. Por otro lado, López et al [71], quienes fabrican materiales compuestos de polietileno lineal de media densidad y fibras de agave, también reportan un incremento máximo de módulo elástico (430 N/mm^2) cuando el material está constituido por 10% de partículas madera (de 40 a 50 Mesh). Comparado con el material PV2-300-19-MCR5 (10% de madera) cuyo módulo es 900 N/mm^2 , se observa que el valor reportado por López et al es la mitad. De la misma forma, Ward et al [72], quienes fabricaron materiales compuesto de polietileno lineal de media densidad con partículas de madera por moldeo rotacional, reportan que un material con 10% de partículas de madera (de 150 a 500 mm.) alcanza un módulo elástico de 175 N/mm^2 . Los materiales de López y Ward presentan valores de módulo elástico muy bajos comparados con el material PV2-300-19-MCR5 (10% de madera). En ambos casos, los investigadores usaron un polietileno de menor módulo elástico y su temperatura y tiempo de moldeo fueron $260 \text{ }^\circ\text{C}$ y 20 min, respectivamente. Estos factores pudieron haber afectado el nivel de sinterizado y por eso el módulo elástico es mucho menor en ambos casos. En contraste, Bouafif et al [73], quienes han estudiado materiales compuestos de PEAD y partículas de madera fabricados por infección, reportan módulos elásticos superiores a $1\ 200 \text{ N/mm}^2$ con un contenido de madera mayor al 25% en peso. De este modo, parece que el proceso de moldeo también tiene un efecto sobre las propiedades mecánicas de los WPC y se observa que los procesos de altas presiones, permiten de alguna forma que las partículas de madera se adhieran bien a la matriz, de tal forma que la transferencia de carga es efectiva.

B. Resistencia máxima

La figura 3.29 muestra la resistencia máxima promedio de los materiales compuestos del segundo grupo. Se observa que, a diferencia del módulo elástico, la resistencia máxima cae conforme aumenta la proporción en volumen, pero aumenta con el tiempo de calentamiento como en el caso del módulo elástico. Así, la curva de 19 min inicia con un valor de resistencia máxima de 19,2 N para un material sin madera (0 %) y disminuye hasta 1,8 N para un material con 30 % de madera. De la misma forma, la curva de 22 min inicia con un valor de resistencia máxima de 19,1 N para un material sin madera (0 %) y disminuye hasta 3,4 N para un material con 30 % de madera. Finalmente, la curva de 25 min inicia con un valor de resistencia máxima de 19,2 N para un material sin madera (0 %) y disminuye hasta 4,2 N para un material con 30 % de madera. Al igual que el módulo elástico, se observa que hay desplazamiento hacia la derecha de la curva resistencia versus proporción en volumen conforme aumenta el tiempo de calentamiento. Esto implica que es posible usar mayores cantidades de madera al aumentar la temperatura de calentamiento. Por ejemplo, si se desea diseñar un material compuesto cuya resistencia máxima sea de 10 N, entonces según la figura 3.29, a 19 min se puede usar 15 % de madera, a 22 min se puede usar 17,5 % (valor interpolado) y a 25 min, se puede usar 20 % de madera. De este modo, se observa que la resistencia es sensible a la temperatura de calentamiento y al a proporción en volumen.

Se observa que la resistencia máxima aumenta con el tiempo de calentamiento. Esto se debe a que el plástico puede fluir más fácilmente a medida que aumenta el tiempo, de esta forma, pueden cubrir mejor a la madera, con lo cual, la transferencia de carga es más efectiva y la resistencia aumenta. Sin embargo, a medida que aumenta la cantidad de madera, el material plástico necesita más energía para poder fluir y bañar a las partículas de madera pues la difusividad térmica del material compuesto disminuye conforme aumenta el contenido de madera. De esta forma, un tiempo de calentamiento mayor es necesario para que los procesos de sinterización y densificación culminen. En este caso, como los procesos de sinterización y densificación están inconclusos, la resistencia máxima disminuirá de valor conforme aumenta la proporción en volumen. En el caso del módulo elástico siempre se alcanza un valor máximo pues la madera impide, hasta cierto punto, que el material se deforme. Pero, en el caso de la resistencia máxima, debido a que los constituyentes son de naturaleza incompatible [74], hay una pobre adherencia interfacial, la transferencia de carga no es efectiva y las partículas actúan como inclusiones que generan discontinuidades (concentradores de tensiones) que disminuyen la resistencia mecaniza. Entonces, conforme aumenta la cantidad de madera, las discontinuidades también aumentarán y el material perderá mayor resistencia. A esto se le debe sumar, la presencia de poros en la zona de fractura como se muestra en las figuras 3.31 y 3.32, que contribuyen con la disminuyen el área resistiva y actúan como concentradores también. La figura 3.30 muestra un gráfico de barras con el fin de comparar mejor los valores de cada módulo.

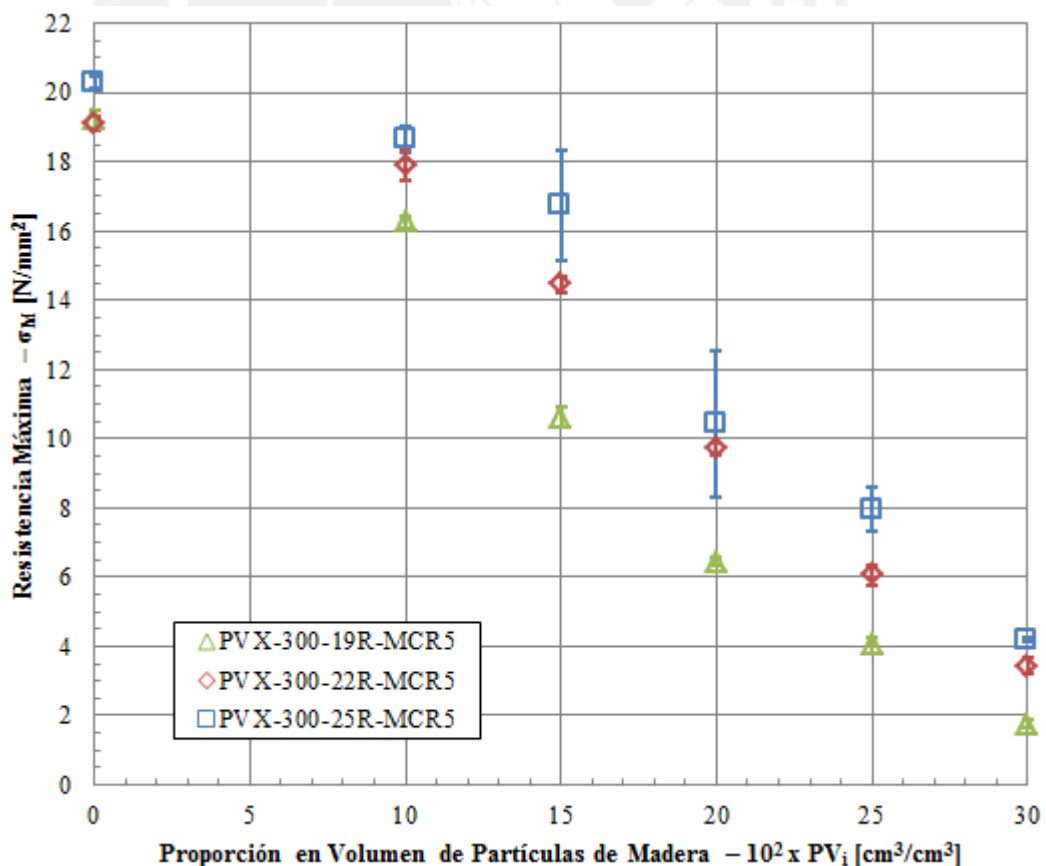


Figura 3.30. Resistencia máxima y desviación de los materiales moldeados en la segunda etapa. Cada punto representa el valor de un material compuesto.

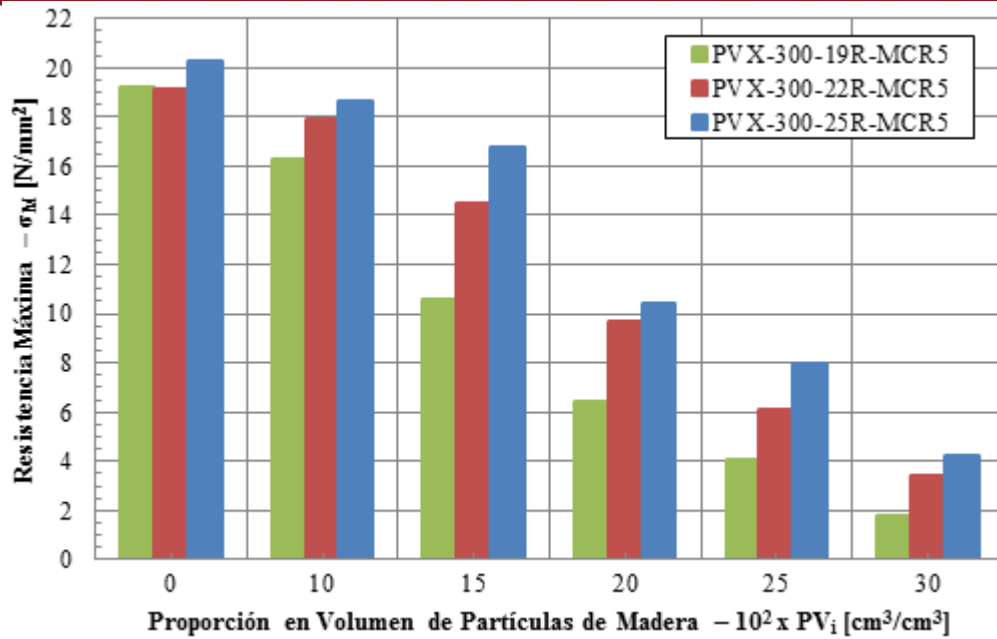


Figura 3.31. Resistencia máxima y desviación de los materiales moldeados en la segunda etapa. Cada barra representa el valor de un material compuesto.

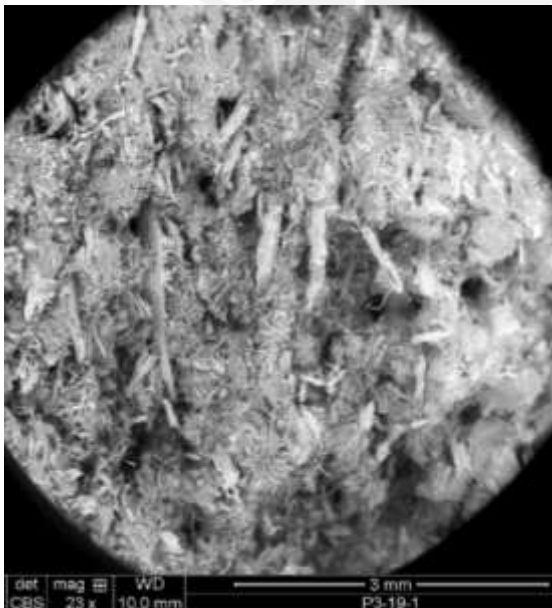


Figura 3.32. Zona de fractura de material PV3-300-19 (15%)

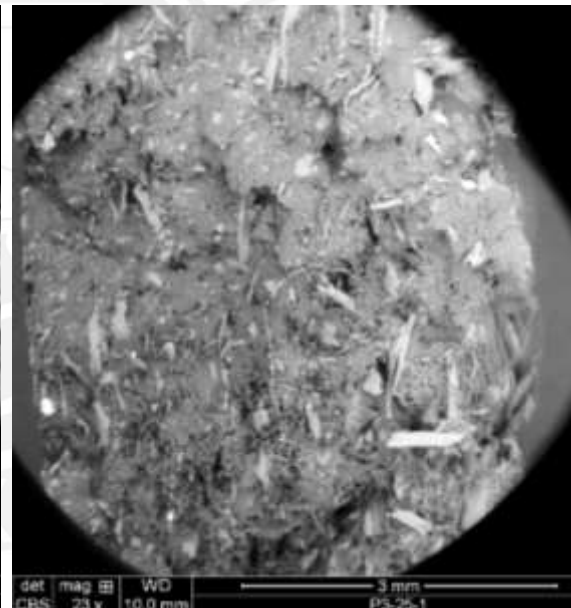


Figura 3.33. Zona de fractura de material PV3-300-25 (15%).

En las figuras 3.31 y 3.32 se observa la zona de fractura de dos materiales con la misma proporción en volumen (15%) pero moldeados a diferentes tiempos. En ambos casos, se observa que la zona de fractura es frágil. Por otro lado, en la figura 3.33 muestra la diferencia porcentual de la resistencia mecánica de un material con partículas respecto al material sin partículas. En todos los casos, la diferencia porcentual es negativa pues el material compuesto pierde resistencia conforme aumenta la cantidad de madera. Se observa que el material compuesto 10% de madera y moldeado a 22 min alcanza la menor diferencia porcentual (6,21 %), lo cual implica que la resistencia mecánica (17,9 N) es similar al material sin reforzar (19,1 N). A pesar de que dicho material tiene la menor diferencia

porcentual, como se desea usar la mayor cantidad de plástico posible, en las siguientes etapas de moldeo se utilizó la proporción en volumen PV3 (15 %) pues con este valor se alcanza el modulo elástico más alto a 25 min y la diferencia porcentual de resistencia es relativamente baja a 25 min (17,4 %). Por otro lado, se observa que con 30% de madera y un tiempo de calentamiento de 19 min, la resistencia mecánica solo es 1,8 N/mm² y es un 90 % inferior al valor del material sin partículas. Si bien el modulo elástico aumenta a conforme aumenta el tiempo y, de este modo, es posible usar mayor cantidad de madera, la resistencia mecánica pone un límite con respecto a cuanta madera se puede usar, pues, dicha propiedad es inversamente proporcional a la cantidad de madera. Entonces, si bien se gana rigidez, también se pierde resistencia.

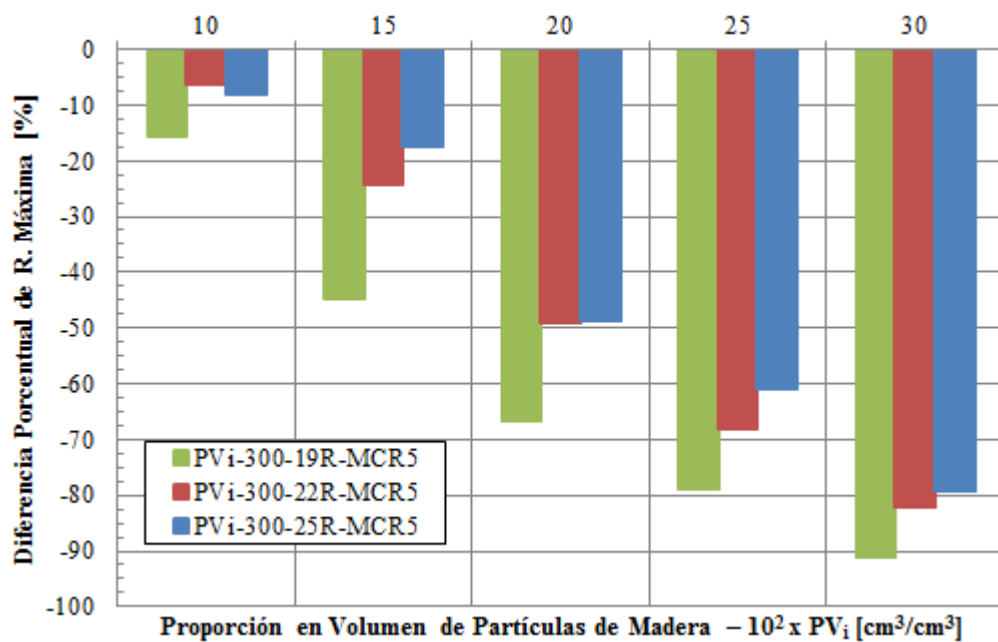


Figura 3.34. Diferencia porcentual de resistencias. Cada barra representa una diferencia.

Yan et al [67] reportan que la resistencia máxima disminuye a medida que aumenta la fracción en volumen de partículas. López et al [71] también reportan una disminución de la resistencia mecánica conforme aumenta la proporción en volumen. Para una proporción de 10 % (partículas de 40 a 50 Mesh) determinaron que la resistencia máxima fue 16 N. Este valor es similar al del material PV2-300-19-MCR5 (10% de madera) cuya resistencia es 16,2 N. Sin embargo, el material PV3-300-19-MCR5 (15% de madera) tiene una resistencia de 10,6 N que es menor a la reportada por López (13 N) para el mismo porcentaje de fibra. Sin embargo, si el material se moldea a 25 min, su resistencia aumenta a 16,7 N. Ward et al [72], quienes fabricaron materiales compuesto de polietileno lineal de media densidad con partículas de madera por moldeo rotacional, reportan que un material con 10% de partículas de madera (de 150 a 500 mm.) alcanza una resistencia de 11,4 N/mm². Sin embargo, el material PV3-300-19-MCR5 (15% de madera) moldeado a 25 min presenta una resistencia superior (16,7 N). Bouafif et al [73] reportan resistencias mecánicas superiores a 17 N con un contenido de madera mayor al 25% en peso. Al igual que el modulo elástico, la resistencia mecánica también se ve afectada por el proceso de moldeo, pero cada cual tiene sus ventajas y desventajas.

Por otro lado, se hicieron fotografías de la zona de fractura de algunos materiales fabricados en esta etapa como se observa en las figuras 3.35 y 3.36



Figura 3.35. Material compuesto PV3-300-25-MCR5 (15%)



Figura 3.36. Material compuesto PV6-300-25-MCR5 (15%)

Si bien en las figuras se observa que, el proceso de sinterización y densificación ha culminado pues no se observan partículas independientes formando puentes, a medida que aumenta la cantidad de madera, el plástico no puede bañar la madera adecuadamente. Entonces, a medida que aumenta la cantidad de madera, la matriz es menos homogénea (presenta más discontinuidades) por lo que no es capaz de transferir la carga a las partículas y la resistencia del material compuesto disminuye. De este modo, las partículas actúan como inclusiones que generan discontinuidades (concentradores de tensiones) y disminuyen la resistencia. Adicionalmente, se observa que la presencia de cavidades, como el de la figura 3.35 (lado inferior derecho), que se forman como consecuencia de la aglomeración de la madera en dicha zona que impide que el polímero fluya libremente, también contribuyen con

la disminución de la resistencia pues el área resistiva es mucho menor en dicha zona y, al mismo tiempo, estas cavidades actúan como concentradores. Del mismo modo, a menor cantidad de madera, el plástico puede bañar mejor a las partículas con lo cual la resistencia disminuye menos con respecto a un material con mayor contenido de madera. Sin embargo, en todos los casos, la resistencia siempre disminuye con el aumento del contenido de madera pues las partículas siempre actúan como elementos que generan discontinuidades en la matriz; no están adheridos a esta dado que ambos materiales son de naturaleza incompatible. De este modo, como la resistencia disminuye con el contenido de madera, el plástico es el único que está resistiendo la carga y como las partículas generan discontinuidades la resistencia baja. Se sugiere revisar los anexos del documento para ver más fotografías.

3.2.3. Tercera etapa: Ensayos de moldeo para evaluar el efecto del tamaño de las partículas de madera

Los ensayos de moldeo de la tercera etapa se llevaron a cabo como se muestra en la tabla 3.12. En dicha tabla, se observa que las muestras se fabricaron a una temperatura constante (300 °C) y variando el tiempo de calentamiento (19, 22, 25 y 28 min). Por cada tiempo, las muestras se fabricaron variando el tamaño de partícula (MCR4 y MCR5 – Ver tabla 3.2) con el fin de evaluar su efecto sobre las propiedades mecánicas. En total, 8 materiales compuestos fueron estudiados, se fabricaron 24 muestras (3 repeticiones por cada material) y se llevaron a cabo 48 ensayos de tracción (6 repeticiones por cada material). Los resultados se muestran en la tabla 3.13. En este caso, las 3 repeticiones de cada material fueron moldeadas al mismo tiempo dentro del horno. De este modo, en la primera ronda se fabricaron 2 materiales compuestos y 6 muestras: 3 repeticiones PV3-300-9R-MCR3 y 3 repeticiones PV3-300-19R-MCR4. De la misma forma para los otros materiales.

Tabla 3.12. Tercera etapa – Efecto del Tamaño de Partícula.

| Tiempo de calentamiento | | Temperatura de calentamiento | | | Tiempo de enfriamiento |
|----------------------------|--------|------------------------------|----------------|---------------------------|------------------------|
| | | T_c [°C] | | | t_E [min] |
| t_c [min] | | $T_{c1} = T_c - \Delta T$ | $T_{c2} = T_c$ | $T_{c3} = T_c + \Delta T$ | $t_{E1} = t_E$ |
| | | 280 °C | 300 °C | 320 °C | 20 min |
| $t_{c1} = t_c$ | 19 min | PV3 – MCR3 PV3 – MCR4 | | | |
| $t_{c2} = t_c + \Delta t$ | 22 min | PV3 – MCR3 PV3 – MCR4 | | | |
| $t_{c3} = t_c + 2\Delta t$ | 25 min | PV3 – MCR3 PV3 – MCR4 | | | |
| $t_{c4} = t_c + 3\Delta t$ | 28 min | PV3 – MCR3 PV3 – MCR4 | | | |

Valores de los parámetros de enfriamiento y velocidad son constantes. Ver tabla 3.7.

Cada uno de los 8 materiales compuestos fabricados durante la tercera etapa de moldeo fue sometido a ensayo de tracción. Los resultados globales se muestran en la tabla 3.14. A la tabla de resultados se agregaron las propiedades de los materiales PV1 (0 % de partículas de madera) y PV3 (15 % de partículas de madera) moldeados a varios tiempos y con un tamaño de partícula MCR5 durante la segunda etapa de moldeo para comprar el efecto del tamaño de todos los grupos de partículas.

Tabla 3.13. Tercera etapa – Resultados de los ensayos de moldeo.

| $PV_i - T_C - t_cR - MCR_i$ | t_c | T_C | T_T | t_E | T_E | T_M |
|-----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| [-] | [min] | [°C] | [°C] | [min] | [°C] | [°C] |
| PV3-300-19R-MCR3 | 19 | 300 | 277 | 20 | 31 | 77 |
| PV3-300-22R-MCR3 | 22 | 300 | 274 | 20 | 31 | 79 |
| PV3-300-25R-MCR3 | 25 | 300 | 281 | 20 | 33 | 84 |
| PV3-300-28R-MCR3 | 28 | 300 | 274 | 20 | 32 | 79 |
| PV3-300-19R-MCR4 | 19 | 300 | 277 | 20 | 31 | 77 |
| PV3-300-22R-MCR4 | 22 | 300 | 274 | 20 | 31 | 79 |
| PV3-300-25R-MCR4 | 25 | 300 | 281 | 20 | 33 | 84 |
| PV3-300-28R-MCR4 | 28 | 300 | 274 | 20 | 32 | 79 |

[1] Designación ($PV_i - T_C - t_cR - MCR_i$)

[2] Tiempo de calentamiento (t_c)

[3] Temperatura nominal de calentamiento o temperatura nominal de horno (T_C)

[4] Temperatura de termocupla (T_T)

[5] Tiempo de enfriamiento (t_E)

[6] Temperatura de desmoldeo (T_E)

[7] Temperatura superficial de muestra al desmoldar (T_M)

Tabla 3.14. Propiedades mecánicas de los materiales compuestos fabricados en la tercera etapa.

| $PV_i - T_C - t_cR - MCR_i - NM$ | $10^2 \times PV_i$ | $\bar{E}_{S1\%}$ | $\Delta E_{S1\%}$ | $\bar{\sigma}_M$ | $\Delta \sigma_M$ | $10^2 \times \bar{\epsilon}_{TM}$ | $10^2 \times \Delta \epsilon_{TM}$ |
|------------------------------------|-------------------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|-----------------------------------|------------------------------------|
| [-] | [cm ³ /cm ³] | [N/mm ²] | [N/mm ²] | [N/mm ²] | [N/mm ²] | [mm/mm] | [mm/mm] |
| PV3-300-19R-MCR3-01 | 15 | 304,9 | 123,5 | 10,584 | 0,26 | 5,473 | 0,26 |
| PV3-300-22R-MCR3-02 | 15 | 543,7 | 33,7 | 12,393 | 0,33 | 5,185 | 0,65 |
| PV3-300-25R-MCR3-03 | 15 | 685,1 | 38,6 | 12,566 | 0,37 | 4,936 | 1,02 |
| PV3-300-28R-MCR3-04 | 15 | 909,4 | 16,8 | 13,416 | 0,73 | 4,051 | 1,23 |
| PV3-300-19R-MCR4-05 | 15 | 329,2 | 27,2 | 11,205 | 0,41 | 6,233 | 0,68 |
| PV3-300-22R-MCR4-06 | 15 | 630,2 | 36,3 | 13,134 | 0,17 | 5,577 | 0,88 |
| PV3-300-25R-MCR4-07 | 15 | 741,0 | 33,3 | 14,247 | 0,38 | 5,429 | 0,52 |
| PV3-300-28R-MCR4-08 | 15 | 938,3 | 71,8 | 15,077 | 0,45 | 4,730 | 0,47 |
| PV3-300-19R-MCR5-03 ⁽¹⁾ | 15 | 519,9 | 76,6 | 10,608 | 0,30 | 6,272 | 0,30 |
| PV3-300-22R-MCR5-09 ⁽¹⁾ | 15 | 859,2 | 64,1 | 14,452 | 0,22 | 5,949 | 0,18 |
| PV3-300-25R-MCR5-15 ⁽¹⁾ | 15 | 1071,6 | 41,8 | 16,746 | 1,59 | 6,038 | 0,07 |
| PV1-300-19R-MCR5-03 ⁽¹⁾ | 0 | 848,8 | 34,0 | 19,245 | 0,27 | 11,700 | 0,27 |
| PV1-300-22R-MCR5-09 ⁽¹⁾ | 0 | 838,3 | 32,4 | 19,090 | 0,20 | 11,483 | 0,55 |
| PV1-300-25R-MCR5-15 ⁽¹⁾ | 0 | 927,5 | 17,4 | 20,284 | 0,18 | 11,520 | 0,17 |

Designación de material ($PV_i - T_C - t_cR - MCR_i - NM$)

Proporción en volumen de las partículas de madera ($10^2 \times PV_i$)

Módulo elástico secante promedio al 1% ($\bar{E}_{S1\%}$)

Desviación estándar muestral del módulo elástico secante al 1% ($\Delta E_{S1\%}$)^(*)

Esfuerzo máximo promedio ($\bar{\sigma}_M$)^(*)

Desviación estándar muestral de la resistencia máxima ($\Delta \sigma_M$)^(*)

Deformación unitaria total promedio a la resistencia máxima ($10^2 \times \bar{\epsilon}_{TM}$)^(*)

Desviación estándar muestral de la deformación unitaria total promedio a la resistencia máxima ($10^2 \times \Delta \epsilon_{TM}$)^(*)

^(*) Valores atípicos no fueron considerados.

⁽¹⁾ Valores Pertenecen a la tabla 3.11 – Resultados de la segunda etapa.

A. Modulo Elástico

La figura 3.37 muestra como varia el modulo elástico conforme cambian los tiempos de calentamiento y los tamaños de las partículas de madera. Se observa que el modulo elástico aumenta conforme aumenta la temperatura de calentamiento y disminuye el tamaño de partícula de madera. Al parecer las partículas más grandes (grupos MCR3 y MCR4) dificultan el proceso de sinterización. Por su tamaño, estas tienen un área superficial más grande comparada con las partículas MCR5, de modo que, dificultan la transferencia de calor pues actúan como aislantes (baja conductividad), el plástico no puede fluir adecuadamente y no puede bañar a las todas las partículas. Entonces, a medida que aumenta el tiempo, pues de este modo, se proporciona más energía térmica, el modulo elástico aumentara pues el plástico puede fluir mejor y cubrir todas las partículas de madera. Cuando las partículas están embebidas adecuadamente impiden la deformación del material compuesto y, por tanto, permiten un aumento de módulo elástico. Para una misma temperatura, se observa que el modulo elástico aumenta conforme disminuye el tamaño de partícula pues mientras más pequeña sea la partícula (menor área de contacto), más fácil será la transferencia de calor y mejor la sinterización.

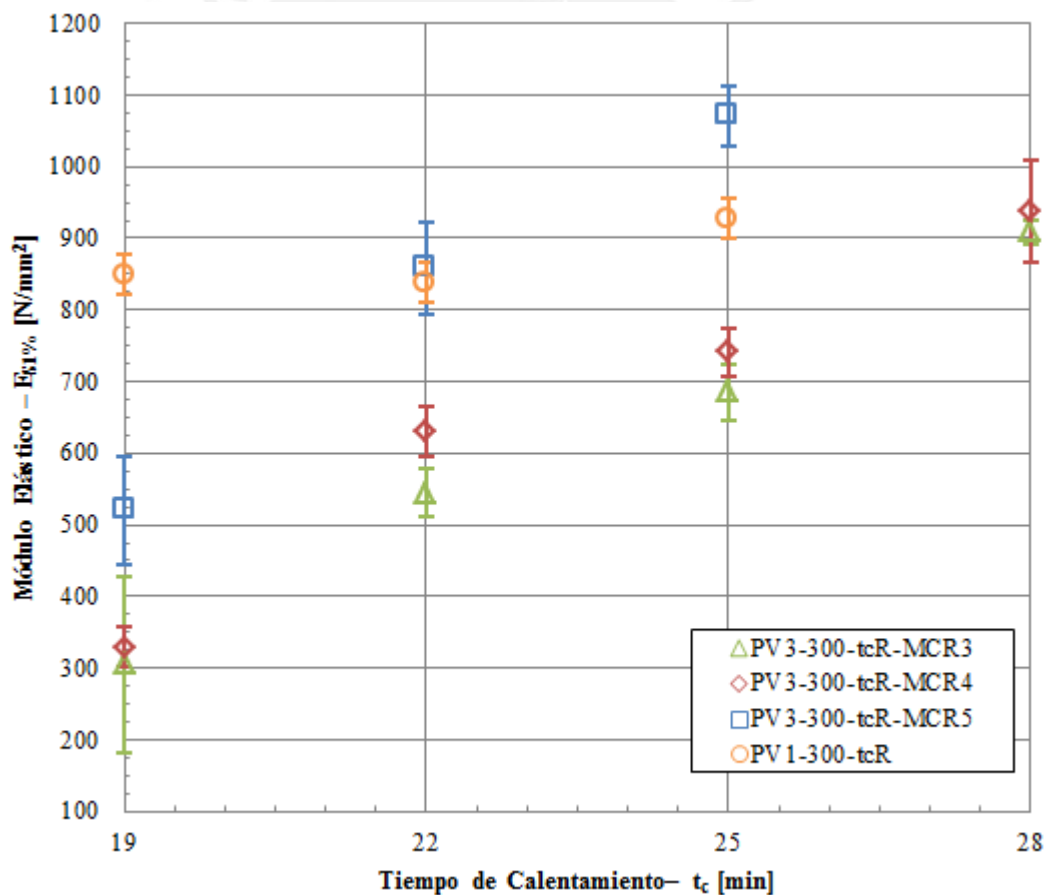


Figura 3.37. Módulo elástico de los materiales moldeados en la tercera etapa.

Se observa que hasta 25 min, el material plástico tiene un valor más alto de modulo elástico que los materiales moldeados con partículas MCR3 y MCR4. Es posible que la resistencia también disminuya al igual que los materiales de la segunda etapa. En este sentido, no es conveniente usar materia materiales con estos tamaños de partículas pues se pierde modulo

elástico. En todo caso, esto depende de la aplicación. También se observa que el módulo elástico del material sin partículas se mantiene constante a medida que aumenta el tiempo de calentamiento. De este modo, es posible que el módulo elástico de los materiales con partículas MCR3 y MCR4, alcancen valores tan altos como el plástico sin partículas siempre y cuando sean moldeados a mayores temperaturas. Según esta tendencia, a 28 min, los materiales con partículas MCR3 y MCR4 alcanzan el valor de un material sin partículas moldeado a 25 min. También se observa que no hay una diferencia significativa entre los módulos de los materiales con partículas MCR3 y MCR5. Por otra parte, la figura 3.38 muestra un gráfico de barras para comparar mejor los módulos elásticos.

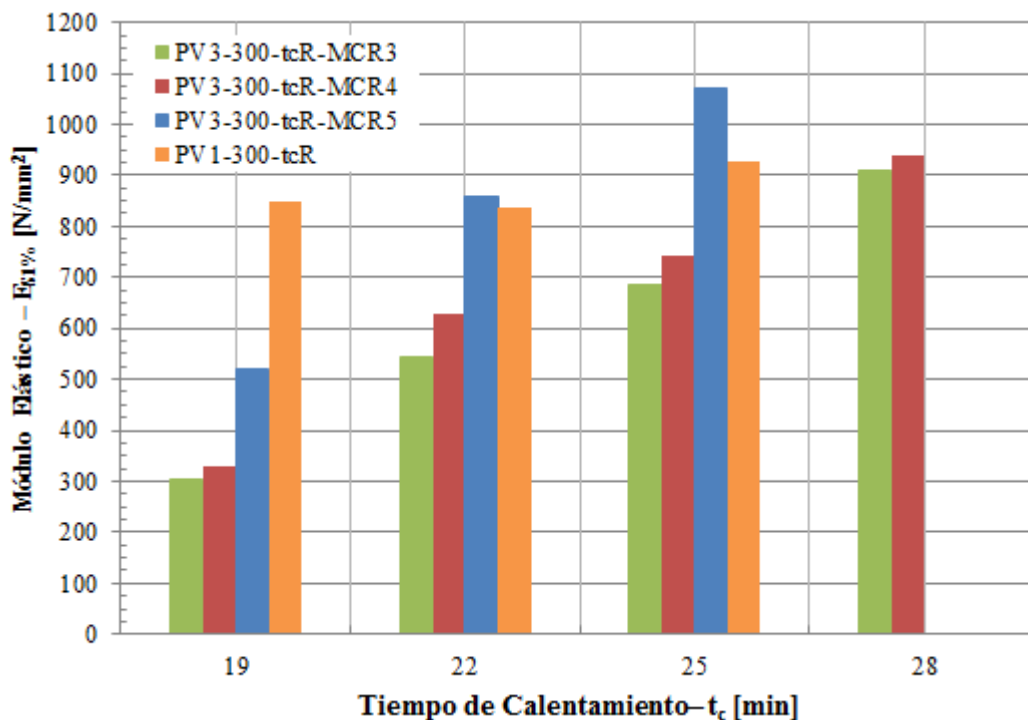


Figura 3.38. Módulo elástico de los materiales moldeados en la tercera etapa.

B. Resistencia máxima

La figura 3.39 muestra en valor de la resistencia mecánica en función de tamaño de partícula y el tiempo de calentamiento. Para cualquier tamaño de partícula, se observa que la resistencia máxima aumenta con el tiempo de calentamiento pues el nivel de sinterización y densificación mejora con el aumento del tiempo. A medida que aumenta el tiempo, las partículas de plástico ganan más energía, de modo que, pueden fluir mejor y bañar las partículas madera. Entonces, si el nivel de sinterizado mejora, también mejoran las propiedades. En el caso de cualquier material compuesto, se observa que los valores de resistencia máxima son inferiores al de los materiales moldeados sin partículas. Posiblemente, no existe una transferencia de carga adecuada de la matriz hacia las partículas, de modo que éstas podrían actuar como inclusiones que generan discontinuidades y disminuyen la resistencia. Estas discontinuidades serían más grandes a medida que aumenta el tamaño de partículas y por eso la resistencia es menor en estos casos (MCR3 y CMR4). Esta disminución de resistencia podría implicar que no existe una adherencia adecuada. Esto está demostrado pues los constituyentes no son compatibles y no pueden formar enlaces

químicos. Sin embargo por la morfología de las partículas es posible que la adherencia sea más física. Por otro lado, al igual que el modulo elástico, la resistencia mecánica de los materiales sin partículas se mantiene prácticamente constante con el tiempo de calentamiento. Sin embargo, cuando los materiales tienen partículas de algún tamaño, la resistencia aumenta conforme aumenta el tiempo de calentamiento. En este caso, se observa que media que disminuye el tamaño de partícula, es posible usar un menor tiempo de calentamiento para alcanzar cierta resistencia. Por ejemplo, si por alguna razón se desea alcanzar una resistencia de 14,5 N, para un material compuesto con partículas MCR3, el tiempo requerido es mayor a 28 min. Si el material está constituido por partículas MCR4, el tiempo requerido sería 25 min. Pero, si el material está constituido por partículas MCR4, el tiempo requerido es de 22 min. Esto implica que el nivel de sinterización mejora conforme disminuye el tamaño de partícula. Las partículas más pequeñas dificultan menos la transferencia de calor que las partículas grandes y, de este modo, la sinterización mejora. Por otro lado, un gráfico de barras se presenta en la figura 3.40 para comparar los valores de resistencia.

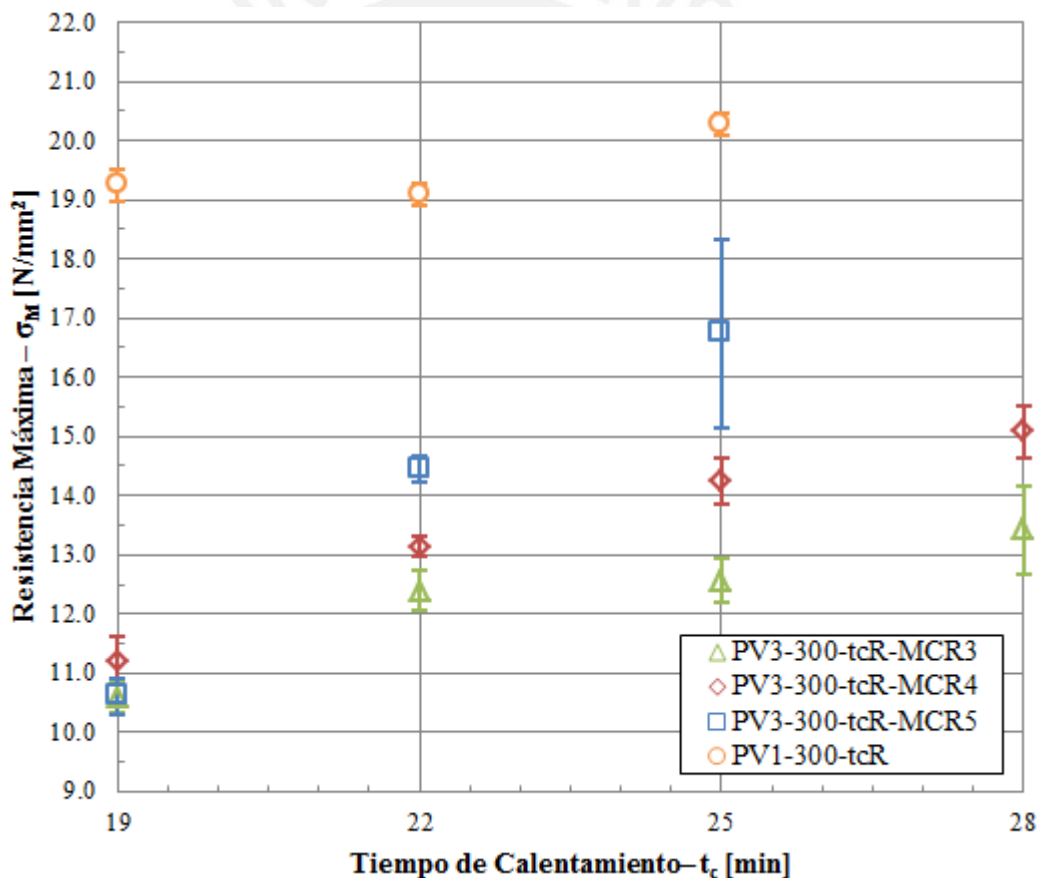


Figura 3.39. Resistencia máxima de los materiales moldeados en la tercera etapa.

Las figuras 3.40 y 3.41 de las superficies interiores de dos materiales moldeados a las mismas condiciones, pero con diferente tamaño de partículas de madera, muestran la incompatibilidad entre el plástico y la madera pues, el primero no es capaz de mojar la madera, y por tanto no hay adhesión. Se observa que el efecto se agrava a medida que aumenta el tamaño de partícula y, por eso, aquellos materiales con partículas grandes tienen bajas propiedades mecánicas.

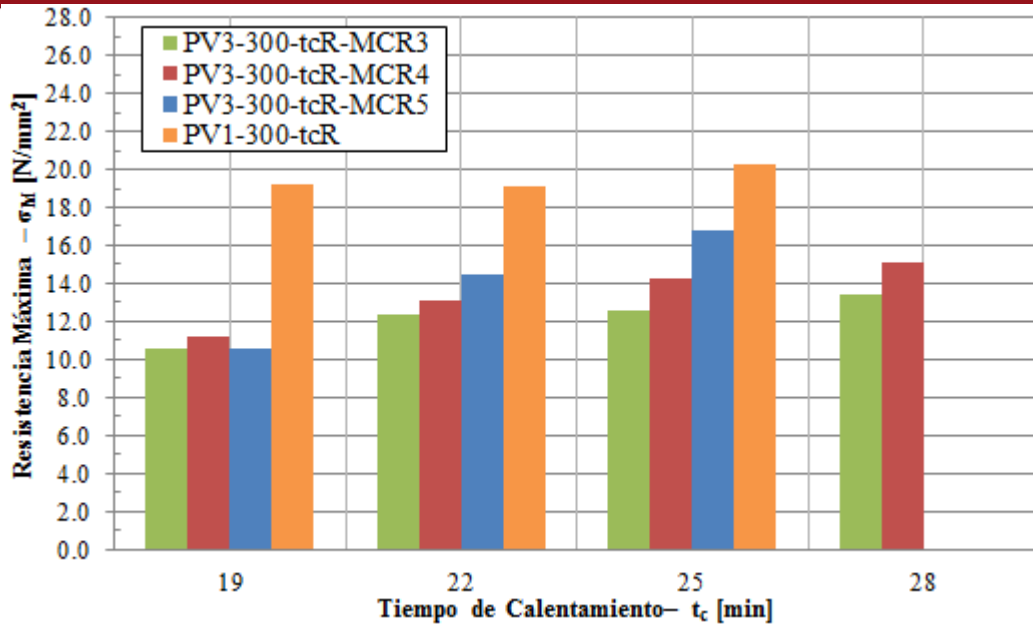


Figura 3.40. Resistencia máxima de los materiales moldeados en la tercera etapa.



Figura 3.41. Material compuesto PV3-300-25-MCR5 (15%)



Figura 3.42. Material compuesto PV6-300-19-MCR4 (15%)

Por otro lado, las figuras 3.43 y 3.44 también muestran la sección de fractura de dos materiales de distintos. Se sabe que las partículas de madera tienen forma alargada, pero baja relación de aspecto. En las figuras se observa que dichas partículas han quedado orientadas en dirección perpendicular al esfuerzo, de modo que, redujeron la sección resistiva, el plástico no pudo cubrir esas zonas, con lo cual, la resistencia disminuyó. En ambos casos, se observa que la adhesión mejora si las partículas son más delgadas o cortas pues el plástico las puede bañar mejor.



Figura 3.43. Material compuesto PV3-300-28-MCR3 (15%)



Figura 3.44. Material compuesto PV6-300-19-MCR4 (15%)

3.2.4. Cuarta etapa: Ensayos de moldeo para el efecto de la temperatura

Los ensayos de la cuarta etapa se llevaron a cabo según se especifica en la tabla 3.15. En dicha tabla se observa que los materiales compuestos se fabricaron en función de 2 temperaturas (280, 320 °C), 4 tiempos (19, 22, 25, 28 min), 1 proporción en volumen (PV3) y 1 tamaño de madera (MCR5). Cada material se fabricó fijando 1 temperatura y variando el tiempo de calentamiento. La proporción PV3 (15%) de madera fue la óptima en los ensayos de moldeo de la primera etapa y, por esa razón, fue usada en esta etapa. Por otro lado, según los resultados de la tercera etapa, el módulo y la resistencia mejoran a medida que disminuye

el tamaño de partícula, por tanto, las partículas MCR5 son las más adecuadas para el proceso de moldeo y se usaron en esta etapa. Para evaluar el efecto de la temperatura, se fabricaron 8 materiales compuesto, 24 muestras (3 repeticiones por material) y se ensayaron 48 probetas (2 probetas por muestra). Los resultados de los ensayos de moldeo se muestran en la tabla 3.16 y la tabla 3.17 muestra los resultados globales de los ensayos de tracción.

En la tabla 3.16, se observa que la temperatura superficial y la de desmoldeo incrementan para 320 °C y no es posible alcanzar temperaturas entre 30 y 40 °C con 20 min de enfriamiento como se había establecido; esto era de esperarse pues la temperatura del horno ha aumentado. El mismo comportamiento se observa para la temperatura superficial de las muestra al desmoldeo. Un efecto contrario ocurre cuando la temperatura es 280 °C. Por otro lado, en las muestras moldeadas a altas temperatura y tiempos de calentamiento (300 °C, 25 y 28 min), se observa que algunas muestras se descascaran en ciertas zonas (ver figura 3.49). Es posible que cúmulos de aire hayan quedado atrapados en dichas zonas; entonces, conforme aumenta la temperatura, la presión también sube y supera la resistencia del material, lo cual ocasiona que dicha zona falle.

Tabla 3.15. Cuarta etapa – Efecto de la temperatura.

| Tiempo de calentamiento | | Temperatura de calentamiento | | | Tiempo de enfriamiento |
|----------------------------|--------|------------------------------|----------------|---------------------------|------------------------|
| | | T_C [°C] | | | t_E [min] |
| t_c [min] | | $T_{C1} = T_C - \Delta T$ | $T_{C2} = T_C$ | $T_{C3} = T_C + \Delta T$ | $t_{E1} = t_E$ |
| | | 280 °C | 300 °C | 320 °C | 20 min |
| $t_{c1} = t_c$ | 19 min | PV3 – MCR5 | | PV3 – MCR5 | |
| $t_{c2} = t_c + \Delta t$ | 22 min | PV3 – MCR5 | | PV3 – MCR5 | |
| $t_{c3} = t_c + 2\Delta t$ | 25 min | PV3 – MCR5 | | PV3 – MCR5 | |
| $t_{c4} = t_c + 3\Delta t$ | 28 min | PV3 – MCR5 | | PV3 – MCR5 | |

Valores de los parámetros de enfriamiento y velocidad son constantes. Ver tabla 3.7.

Tabla 3.16. Cuarta etapa – Resultados de los ensayos de moldeo.

| $PV_i - T_C - t_c R - MCR_i$ | t_c | T_C | T_T | t_E | T_E | T_M |
|------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| [-] | [min] | [°C] | [°C] | [min] | [°C] | [°C] |
| PV3-280-19R-MCR3 | 19 | 280 | 253 | 20 | 32 | 79 |
| PV3-280-22R-MCR3 | 22 | 280 | 255 | 20 | 35 | 78 |
| PV3-280-25R-MCR3 | 25 | 280 | 253 | 20 | 37 | 82 |
| PV3-280-28R-MCR3 | 28 | 280 | 250 | 20 | 34 | 91 |
| PV3-320-19R-MCR4 | 19 | 320 | 297 | 20 | 38 | 84 |
| PV3-320-22R-MCR4 | 22 | 320 | 303 | 20 | 37 | 81 |
| PV3-320-25R-MCR4 | 25 | 320 | 290 | 20 | 47 | 92 |
| PV3-320-28R-MCR4 | 28 | 320 | 295 | 20 | 48 | 84 |

[1] Designación ($PV_i - T_C - t_c R - MCR_i$)

[2] Tiempo de calentamiento (t_c)

[3] Temperatura nominal de calentamiento o temperatura nominal de horno (T_C)

[4] Temperatura de termocupla (T_T)

[5] Tiempo de enfriamiento (t_E)

[6] Temperatura de desmoldeo (T_E)

[7] Temperatura superficial de muestra al desmoldar (T_M)

Tabla 3.17. Propiedades mecánicas de los materiales compuestos fabricados en la cuarta etapa.

| $PV_i - T_c - t_c R - MCR_i - NM$ [-] | $10^2 \times PV_i$ [cm ³ /cm ³] | $\bar{E}_{S1\%}$ [N/mm ²] | $\Delta E_{S1\%}$ [N/mm ²] | $\bar{\sigma}_M$ [N/mm ²] | $\Delta \sigma_M$ [N/mm ²] | $10^2 \times \bar{\epsilon}_{TM}$ [mm/mm] | $10^2 \times \Delta \epsilon_{TM}$ [mm/mm] |
|--|---|--|---|--|---|--|---|
| PV3-280-19R-MCR5-01 | 15 | 411,6 | 49,9 | 10,807 | 0,29 | 7,431 | 0,22 |
| PV3-280-22R-MCR5-02 | 15 | 684,9 | 34,6 | 13,587 | 0,61 | 7,075 | 0,39 |
| PV3-280-25R-MCR5-03 | 15 | 821,6 | 40,2 | 14,633 | 0,23 | 7,029 | 0,19 |
| PV3-280-28R-MCR5-04 | 15 | 903,1 | 31,8 | 15,674 | 0,27 | 6,338 | 0,32 |
| PV3-320-19R-MCR5-05 | 15 | 823,7 | 44,9 | 14,534 | 0,14 | 6,873 | 0,14 |
| PV3-320-22R-MCR5-06 | 15 | 855,7 | 7,6 | 15,709 | 0,03 | 7,266 | 0,13 |
| PV3-320-25R-MCR5-07 | 15 | 1214,0 | 120,7 | 18,671 | 1,11 | 7,195 | 0,24 |
| PV3-320-28R-MCR5-08 | 15 | 1113,6 | 117,1 | 17,598 | 0,75 | 6,269 | 0,44 |
| PV3-300-19R-MCR5-03 ⁽¹⁾ | 15 | 519,9 | 76,6 | 10,608 | 0,30 | 6,272 | 0,30 |
| PV3-300-22R-MCR5-09 ⁽¹⁾ | 15 | 859,2 | 64,1 | 14,452 | 0,22 | 5,949 | 0,18 |
| PV3-300-25R-MCR5-15 ⁽¹⁾ | 15 | 1071,6 | 41,8 | 16,746 | 1,59 | 6,038 | 0,07 |
| PV1-300-19R-MCR5-03 ⁽¹⁾ | 0 | 848,8 | 34,0 | 19,245 | 0,27 | 11,700 | 0,27 |
| PV1-300-22R-MCR5-09 ⁽¹⁾ | 0 | 838,3 | 32,4 | 19,090 | 0,20 | 11,483 | 0,55 |
| PV1-300-25R-MCR5-15 ⁽¹⁾ | 0 | 927,5 | 17,4 | 20,284 | 0,18 | 11,520 | 0,17 |

Designación de material ($PV_i - T_c - t_c R - MCR_i - NM$)

Proporción en volumen de las partículas de madera ($10^2 \times PV_i$)

Módulo elástico secante promedio al 1% ($\bar{E}_{S1\%}$)

Desviación estándar muestral del módulo elástico secante al 1% ($\Delta E_{S1\%}$)^(*)

Esfuerzo máximo promedio ($\bar{\sigma}_M$)^(*)

Desviación estándar muestral de la resistencia máxima ($\Delta \sigma_M$)^(*)

Deformación unitaria total promedio a la resistencia máxima ($10^2 \times \bar{\epsilon}_{TM}$)^(*)

Desviación estándar muestral de la deformación unitaria total promedio a la resistencia máxima ($10^2 \times \Delta \epsilon_{TM}$)^(*)

^(*) Valores atípicos no fueron considerados.

⁽¹⁾ Valores Pertenece a la tabla 3.11- Resultados de la segunda etapa.

A. Módulo elástico

La figura 3.45 muestra los módulos elásticos promedios de los 8 materiales compuestos moldeados. En general, se observa que el módulo elástico aumenta con la temperatura. Esto era de esperarse pues las el plástico gana más energía conforme aumenta la temperatura y puede fluir mejor y bañar las partículas madera más adecuadamente como se observa en las figuras 3.46 y 3.47 donde se observa que la sinterización inicia mucho antes cuando la temperatura es 320 °C. En la figura 3.45, se observa que los materiales moldeados a 320 °C alcanzan los valores de módulo elástico más altos. Dicha curva presenta un valor máximo a 25 min, lo cual, aparentemente, indicaría que a partir de ese punto, el material compuesto tiende a sufrir degradación térmica que se traduce como pérdida de propiedades mecánicas. Las curvas indican que es posible moldear materiales compuestos a menores tiempos siempre y alcanzar las mismas propiedades siempre y cuando se eleve la temperatura de calentamiento. Por ejemplo, si por alguna razón se desea alcanzar un módulo elástico de 850 N/mm², a 280 °C, el tiempo de calentamiento debe ser 25 min y, a 320 °C, dicho tiempo debe ser 22 min. En este caso, la cámara de calentamiento trabaja con gas licuado (GLP) cuyo nivel de temperatura durante la combustión es superior a los 1 000 °C. En este sentido, es más viable aumentar la temperatura de la cámara en vez del tiempo pues el consumo será el mismo cuando las variaciones de temperatura no son significativas. También se observa

que los materiales moldeados a menos de 22 min, tienen un módulo elástico inferior al del material sin partículas; sin embargo, a partir de 25 min, la situación cambia.

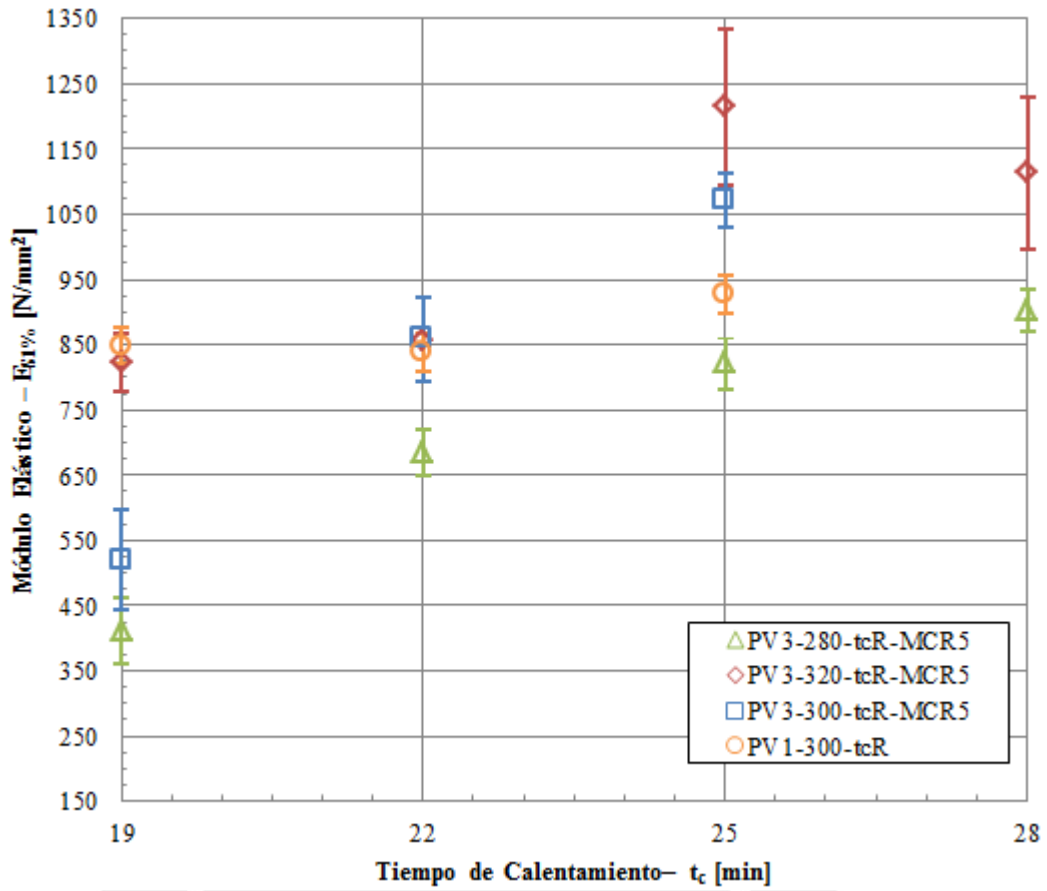


Figura 3.45. Módulo elástico de los materiales moldeados en la cuarta etapa.



Figura 3.46. Material compuesto PV3-280-19-MCR5 (15%)



Figura 3.47. Material compuesto PV3-320-19-MCR5 (15%)

B. Resistencia máxima

La figura 3.48 muestra la resistencia máxima de los materiales compuestos moldeados en la cuarta etapa.

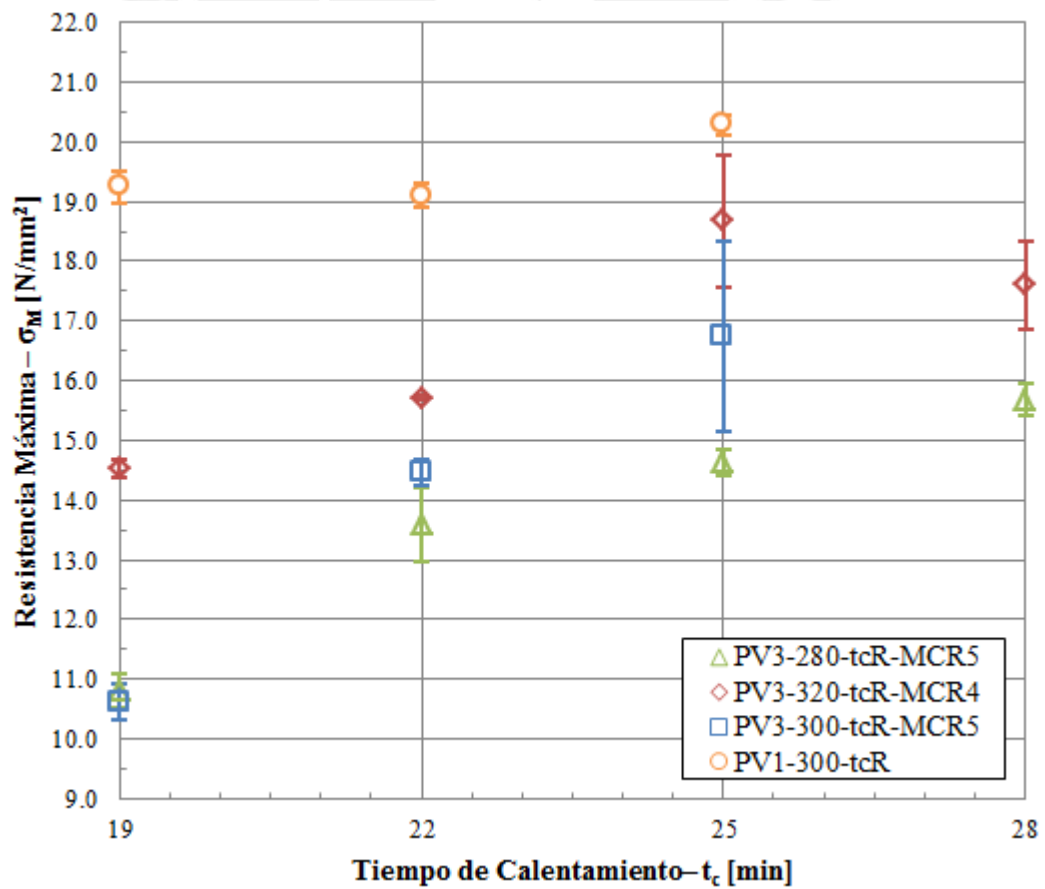


Figura 3.48. Resistencia máxima de los materiales moldeados en la cuarta etapa.

Se observa que, sin importar la temperatura o tiempo de calentamiento, la resistencia del material sin partículas siempre será mayor a la de todos los materiales moldeados. Este

indica que la matriz no está transmitiendo la carga adecuadamente, es decir, no hay buena adhesión entre los constituyentes y las partículas generan discontinuidades que debilitan la matriz y, a la vez, disminuyen su ductilidad como se muestra en las figuras 3.49 y 3.50 (se observa que la matriz no presenta deformación).



Figura 3.49. Material compuesto PV3-280-25-MCR5 (15%)



Figura 3.50. Material compuesto PV3-320-25-MCR5 (15%)

En la figura 3.48, se observa que la curva de 320 °C alcanza un valor máximo a 25 min; a partir de este punto, la resistencia cae pues, aparentemente, ha comenzado el proceso de degradación térmica. Es posible que las otras curvas presente el mismo comportamiento pero a tiempos mayores a los que se muestran en dicha figura. Al igual que le módulo elástico, dos materiales tengan la misma resistencia al ser moldeados con diferentes tiempos de calentamiento siempre y cuando la temperatura, en cada caso, sea diferente. Así por ejemplo, es posible que un material alcance si es moldeado a 320 °C durante 22 min o si es moldeado a 280 °C durante 28 min. Se observa que el mejor material, es decir, el que tiene la mejor resistencia es el PV3-300-25-MCR5 (15 %) pues no presenta defectos superficiales a diferencia del mismo material moldeado a 320 ° C.

3.3. Ensayos de caracterización de los materiales compuestos

3.3.1. Análisis termogravimétrico (TGA)

El material PV3-300-25-MCR5 fue sometido a un ensayo TGA según el procedimiento descrito en el capítulo 2, sección 2.4, apartado 2.4.1 (b). Según el ensayo, la degradación inicia en 470,6 °C y finaliza a 497,8 °C; la temperatura de degradación es 472,3 °C pues en este punto la pérdida de peso es máxima (56,28 %/min). Según la norma, los contenidos porcentuales de materia volátil (20 y 200 °C) y altamente volátil (200 y 600 °C) son 2,05 % y 91,67 %, respectivamente. La masa restante, que equivale al 6,28 %, está constituida por material combustible y cenizas que pertenecen al plástico y la madera. Según Smith [75] el contenido de cenizas de la madera capirona es 2,11 %, entonces, 4,11 % de la masa del material compuesto corresponde a la masa combustible del material compuesto ya que el contenido de cenizas del PEAD es despreciable [76]. La curva DTGA solo muestra un pico que a 472,3 °C, lo cual implica que el material compuesto tiene un comportamiento térmico muy similar al material plástico puro, pues la temperatura pico de degradación de este último es entre 450 y 470 °C [76,77]. La figura 3.50 muestra la gráfica DTGA del ensayo.

3.3.2. Densidad

La figura 3.51 muestra un gráfico de barras de la densidad de los materiales compuesto fabricados durante la segunda etapa de moldeo. Los resultados concuerdan con la regla de las mezclas (tabla 3.10) que indica que la densidad del material compuesto disminuye con el contenido de madera pues esta tiene menor densidad que el plástico. Se observa que la densidad aumenta conforme disminuye el tiempo. Esto se debe a que a menor tiempo de calentamiento, el nivel de sinterización y densificación serán menores, con lo cual, el aire atrapado dentro del espesor de la muestra no ha desaparecido en su totalidad. De esta forma, el volumen de la muestra aumenta y la densidad disminuye. Esto se verifica al observar los espesores de las muestras, los cuales aumentan con el contenido de madera. De esta forma aumenta el volumen y disminuye la densidad.

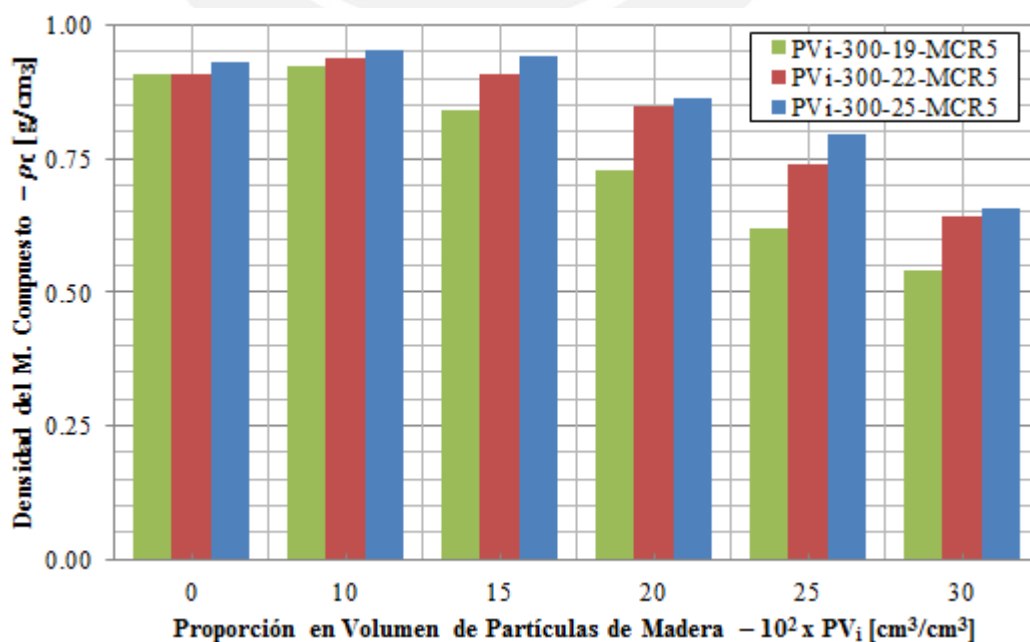


Figura 3.51. Densidad de los materiales compuestos de la segunda etapa de moldeo.

En el gráfico se observa que los materiales moldeados a 25 min presentan las densidad más, pues, presentan un nivel de sinterización y densificación más altos respecto a los otros material, minimizando así el volumen de la muestra, con lo cual, aumenta la densidad. Los materiales con un contenido de madera del 10 y 15%, moldeados a 300 durante 25 min, presentan las densidades más altas, lo cual implica que tienen menor volumen y mayor grado de sinterización y densificación y, por tanto, tienen buenas propiedades mecánicas como se ha demostrado en la discusión previa. En ambos casos, los valores de las densidades son 0,956 y 0.942 g/cm³. De este modo, varían 4,0 y 5,3 % respecto al PEAD (0,995 g/cm³) y varían 34,3 y 32,5 % respecto a la madera (0,711 g/cm³). Según los valores, estos materiales son ligeramente más livianos que el plástico, pero mucho más pesados que la madera.

3.3.3. Absorción de agua

Se determinó la absorción de agua de los materiales compuestos fabricados durante la segunda etapa de moldeo. Las probetas fueron sumergidas en agua durante 24 horas; para cada probeta se midió su masa inicial antes de ser sumergidas y la masa final al cabo de este tiempo. Los resultados se muestran en la figura 3.52. En la figura se observa que a medida que aumenta el contenido de madera la cantidad de agua absorbida aumenta. Este comportamiento era de esperarse pues la madera tiene naturaleza higroscópica. Por otro lado, la absorción aumenta conforme disminuye la temperatura de calentamiento. Esto sucede porque a 19 min, los procesos de sinterización y densificación no han culminado y el agua introduce en los espacios vacíos; como la matriz no es homogénea por el nivel de sinterización, algunas partículas de madera no han sido completamente embebidas por la matriz y por tanto tienden a absorber más agua que aquellas que si lo están. Se observa que sin importar la temperatura, el material sin partículas prácticamente no absorbe agua. En cambio, el material con 30% de madera, moldeado a 300 °C durante 19 min (menor nivel de sinterización) presenta la mayor absorción de este grupo de materiales y es 32,7 %. Por otro lado, los niveles de absorción de agua de los materiales con 10 y 15 % de madera, moldeados a 300 °C durante 25 min, son mínimos (0,39 y 0,57 %, respectivamente).

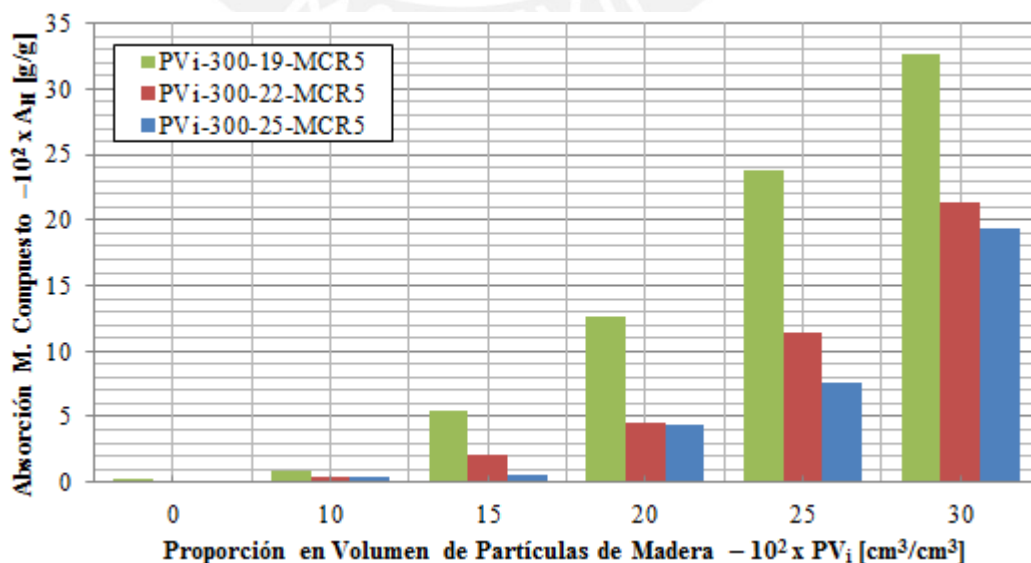


Figura 3.52. Absorción de agua de los materiales compuestos de la segunda etapa de moldeo.

REFERENCIAS

- [1] USAD, Wood Handbook: Wood as an Engineering Material, Chapter 4: Moisture Relations and Physical Properties of Wood, Centennial Edition, 2010, p.4/9 - 4/19.
- [2] S.A. Sierra, Tesis: Estudio de Materiales Compuestos de Matriz Polimérica y Refuerzos de Partículas de Madera Obtenidos a Partir de Polipropileno Reciclado y Capirona Recuperada, Pontificia Universidad Católica del Perú, 2012.
- [3] N. Ward, D. Rodrigue, Analysis of Wood Particle Drying For Rotomolding Application, SPE/ANTEC (2012).
- [4] B.J. Zobel, J.B. Jett, The Importance of Wood Density (Specific Gravity) and Its Component Parts, Genetics of Wood Production, Springer, 1995, p. 78 -97.
- [5] ASTM D2395-14: Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Wood and Wood-Based Materials.
- [6] H. Valderrama, Características Tecnológicas y Uso Industrial de Nuevas Especies Forestales de la Amazonia Peruana, Folia Amazonica, 5:1-2 (1993), p. 75-97.
- [7] A. Aróstegui, Estudio Tecnológico de Maderas del Perú (Zona Pucallpa), Características Tecnológicas y Usos de la Madera de 145 Especies del País, Ministerio de Agricultura. UNALM-La Molina, Lima-Perú, Volumen I, 1974.
- [8] M. Díaz, R.G. Pecho de la Cruz, D. Guarda, Variación de las Propiedades Físicas de *Calycophyllum Spruceanum* (Benth) Hooker F. Ex Chuman (Capirona) de una Plantación de Ocho Años en la Zona Tingo María-Perú, Facultad de Recursos Naturales Renovables, Universidad Nacional Agraria de la Selva.
- [9] J.A. Pantigoso, Tesis: Propiedades Físicas y Mecánicas de la Capirona (*Calycophyllum Spruceanum* (Benth) Hook Ex Schumann) Procedente de una Plantación Experimental en San Alejandro Ucayali-Perú, Universidad Nacional Agraria La Molina, 2009.
- [10] D. J. Frederick, H.A. Madgwick, G.R. Oliver, Wood Basic Density and Moisture Content of Young *Eucalyptus Regnans* Grown In New Zealand, New Zealand Journal of Forestry Science, 12:3 (1982), p. 494-500.
- [11] A. Aróstegui, Recopilación y Análisis de Estudios Tecnológicos de Maderas Peruanas, Ministerio de Agricultura, Instituto Nacional Forestal y de Fauna, Lima-Perú, 1982.
- [12] D.D. Stokke, Q. Wu, G. Han, Introduction to Wood and Natural Fiber Composites, Chapter 3: Wood as a Lignocellulose Exemplar, John Wiley & Sons Ltd., 2014, p. 61-84.
- [13] A.M. Sibille, Guía de Procesamiento Industrial Fabricación de Muebles con Maderas Poco Conocidas LKS, Capitulo 3: Capirona - *Calycophyllum Spruceanum*, WWF Perú, 2006, p. 5-20.
- [14] ASTM D1921-12: Standard Test Methods for Particle Size (Sieve Analysis) of Plastic Materials.
- [15] M. Xanthos, Functional Fillers for Plastics, M. Xanthos, Chapter 1: Polymer and Polymer Composites, p. 3-17, C.M. Clemons, Chapter 15: Wood Flour, p. 269-290, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., 2010.
- [16] C.M. Clemons, N. Stark, Use of Saltcedar and Utah Juniper as Fillers in Wood-Plastic Composites, Research Paper FPL-RP-641, Madison, U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory.
- [17] A.A. Klyosov, Wood-Plastic Composites, Chapter 3: Composition of Wood-Plastic Composites: Cellulose and Lignocellulose Fillers, John Wiley & Sons, Inc., 2007, p. 75-122.

- [18] C. Reynell, T.D. Pennington; R.T. Pennigton, C. Flores, A. Daza, Árboles útiles de la Amazonía peruana y sus usos, 2003.
- [19] C. Clemons, Use of Invasive Wood Species in Wood Plastic Composites: Compositional Differences and Their Effects on Processing and Performance, Progress in Wood and BioFibre Plastic Composites, Toronto, Canada, 2006.
- [20] N.M. Stark, R.E. Rowlands, Effects of Wood Fiber Characteristics on Mechanical Properties of Wood Polypropylene Composites, Wood and Fiber Science, 35:2 (2003), p. 167-174.
- [21] ASTM D1238-13: Standard Test Method for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer.
- [22] Borealis, <http://www.borealisgroup.com/>, Document 11.03.2009 Ed.1, viewed online on July 2015.
- [23] L.D. Shoup, Injection Molding Fractional Melt Index, High Density Polyethylene Materials, SPE/ANTEC (2005).
- [24] P.F. Bruins, Basic Principles of Rotational Molding, Gordon and Breach Science Publishers, D. Tomo, Rotational Molding of Polyethylene Powders, 1971, p. 163-190.
- [25] A.B. Strong, Plastics: Materials and Processing, Materials and Manufacturing Processes, 12:3 (1997), p. 560-562.
- [26] E. Lokensgard, Industrial Plastics: Theory and Applications, Chapter 8: Characterization and Selection of Commercial Plastics, Thomson, 2004, p. 127
- [27] S.K. Najafi, Use of Recycled Plastics in Wood Plastic Composites -A review, Waste Management, 33 (2013), p. 1898-1905.
- [28] A. Boldizar, A. Jansson, T. Gevert, K. Moller, Simulated Recycling of Post-Consumer High Density Polyethylene Material, Polymer Degradation and Stability, 68 (2000), p. 317-319.
- [29] R.J. Crawford, J. L. Throne, Rotational Molding Technology, Chapter 2: Rotational Molding Polymers, p. 19-65, Chapter 6: Processing, p. 201-299, Plastic Design Library, William Andrew Publishing, 2002.
- [30] C.A. Harper, Handbook of Plastic Processes, P. Nugent, Chapter 6. Rotational Molding, Wiley, 2006, p. 387-454.
- [31] Chevron Phillips Chemical, <http://www.cpchem.com/bl/polyethylene/en-us/Pages/MarlexHMNTR-942-TR-942G.aspx>, Technical Data Sheet of Marlex HMN TR-942 and TR-942G, viewed online on January 2016.
- [32] Lyondellbasell, <https://www.lyondellbasell.com/en/products-technology/polymers/process-type/rotomolding/>, Technical Data Sheets of Microthene MP652762, Microthene MP652962 and Microthene MP672962.
- [33] M.A. Rao, J.L. Throne, Principles of Rotational Molding, Polymer Engineering & Science, 12:4 (1972), p. 237-264.
- [34] R.P. Zou, A.B. Yu, Evaluation of the Packing Characteristics of Mono-Sized Non-Spherical Particles, Powder Technology, 88:1 (1996), p. 71-79
- [35] A. Greco, A. Maffezzoli, Powder-Shape Analysis and Sintering Behavior of High-Density Polyethylene Powders for Rotational Molding, Journal of Applied Polymer Science, 92 (2004), p. 449-460.

- [36] J. McDaid, Thesis: The Grinding of PE Powders for Use in Rotational Moulding, The Queen's University, 1998.
- [37] D.S. Achilias, E. Antonakou, C. Roupakias, P. Megalokonomos, A. Lappas, Recycling Techniques of Polyolefins From Plastic Wastes, *Global NEST Journal*, 10:1 (2008), p. 114-122.
- [38] I. Baquero, N. Moreno, M. Ichazo, M.A. Sabino, Thermal and Mechanical Studies of Recycled HDPE, PP and Pet From Blow Extruded and Blow Injected Bottles, *SPE/ANTEC* (2002).
- [39] M. Kostadinova, M. Proietto, N. Jilovb, F.P. La Mantis, Recycling of High Density Polyethylene Containers, *Polymer Degradation and Stability*, 57 (1997),p. 77-81.
- [40] G. Gogos, Bubble Removal in Rotational Molding, *SPE ANTEC* (1999).
- [41] A.G. Spence, R.J. Crawford, The effect of processing variables on the formation and removal of bubbles in rotationally molded products, *Engineering & Science*, 36:7 (1996), p. 993-1009.
- [42] R.J. Crawford, A.G. Spence, M.C. Cramez, M.J. Oliveira, Mould Pressure Control in Rotational Moulding, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers – Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 218 (2004), p. 1683-1693.
- [43] A. Spence, R. Scott, Rotational Molding Process Control, *SPE/ANTEC* (2003), p. 1241-1245.
- [44] G. Liang, J. Xu, S. Bao, W. Xu, Polyethylene Maleic Anhydride Grafted Polyethylene Organic-Montmorillonite Nanocomposites: I. Preparation, Microstructure, And Mechanical Properties, *Journal Application of Polymer Science*, 91 (2004), p. 3974-3980.
- [45] M. James, *Physical Properties of Polymers Handbook*, American Institute of Physics, 1996.
- [46] Y. V. Kissin, *Polyethylene: End-Use Properties and Their Physical Meaning*, Hanser Publications, 2013.
- [47] A. Valadez, J.M. Cervantes, L. Veleva, Mineral Filler Influence on the Photo-Oxidation of High Density Polyethylene: I. Accelerated UV Chamber Exposure Test, *Polymer Degradation and Stability*, 63 (1999), p. 253-260.
- [48] T.H. Hinsken, S. Moss, J.R Pauquet, H. Zweifela, Degradation of Polyolefins during Melt Processing, *Polymer Degradation and Stability*, 34 (1991), p. 279-293.
- [49] S.M. Tamboli, S.T. Mhaske, D.D. Kale, Crosslinked Polyethylene, *Indian Journal of Chemistry Technology*, 11 (2004), p. 853-864.
- [50] M. Ghaemy, M.R. Hadjmohammadi, R. Tabaraki, Study of Crystallinity of High-density Polyethylene by Inverse Gas Chromatography, *Iranian Polymer Journal*, 9:2 (2000), p. 117-124.
- [51] N. Callan, M.P. Kearns, M. Spencer, R.J. Crawford, Effects of Cooling Rate on the Mechanical Properties of Rotationally Moulded Polyethylene Parts, *SPE ANTEC* (2002).
- [52] E. Miller, *Plastics Products Design Handbook – Part B: Processes and Design for Processes*, D. Ramazzotti, Chapter 4: Rotational Molding, Marcel Dekker INC, 1983, p. 75-104.
- [53] M.Z. Abdullah, S. Bickerton, D. Bhattacharyya, R.J. Crawford, E. Harkin-Jones, Rotational Molding Cycle Time Reduction Using a Combination of Physical Techniques, *Polymer Engineering and Science*, (2009), p. 1846-1854.

- [54] S. Thomas, Y. Weimin, Advances in polymer processing, F.G. Torres, Chapter 8: Rotational moulding of polymers, Woodhead Publishing Limited, 2009, p. 204-223.
- [55] P.Y, Kelly, Microscopic Examination of Rotomolded Polyethylene, Du Pont, Toronto, Canada (1981).
- [56] C.T. Bellehumeur, J.S. Tiang, Modeling of Bubble Form Action in Rotational Molding, SPE ANTEC (2000).
- [57] M. Kontopoulou, J. Vlachopoulos, Bubble Dissolution in Molten Polymers and Its Role in Rotational Molding, Polymer Engineering and Science, 39:7 (1999), p. 1189-1198.
- [58] S.Y. Banerjee, W.D. Bhattacharyya, Modeling of Heat Transfer in Rotational Molding, Polymer Engineering and Science, 48: 11 (2008), p. 2188-2197.
- [59] T.L. Bergman, A.S. Lavine, F.P. Incropera, D.P. Dewitt, Introduction to Heat Transfer, Six Edition, John Wiley & Sons, Inc (2011).
- [60] J.E. Mark, Physical Properties of Polymers Handbook, Springer, 2007.
- [61] J.E. Mark, Polymer Data Handbook, Oxford University Press, 1998.
- [62] F.C. Campbell, Structural Composite Materials, Chapter 1: Introduction to Composite Materials, ASM International, 2010, p. 1-29.
- [63] F.G. Torres, M. Aguirre, c of Natural Fibre Reinforced Thermoplastics, International Polymer Processing, 18:2 (2003), p. 204-210.
- [64] F.G. Torres, R.M. Díaz, Morphological Characterization of Natural Fibre Reinforced Thermoplastics (NFRTP) Processed by Extrusion, Compression and Rotational Moulding, Polymers & Polymer Composites, 12:8 (2004), p. 705-718.
- [65] F.G. Torres, M.L. Cubillas, Melt Densification of Polymeric Powder Beds Filled with Natural Fibres, Polymers & Polymer Composites, 14:7 (2006), p.691-699.
- [66] M. Cubillas, Tesis: Estudio del Sinterizado de Polímeros Reforzados con Fibras Naturales, Pontificia Universidad Católica del Perú, Perú 2007.
- [67] W. Yan, R.J.T. Lin, D. Bhattacharyya, Particulate Reinforced Rotationally Moulded Polyethylene Composites - Mixing Methods and Mechanical Properties, Composites Science and Technology, 66 (2006), p. 2080-2088.
- [68] ASTM D638-14, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.
- [69] S.V. Hoa, Principles of the Manufacturing of Composite Materials, chapter 1: Introduction, DEStech Publications, Inc., 2009, p. 3-43.
- [70] N.G. McCrum, C.P. Buckley, C.P. C.B. Bucknall, Principles of Polymer Engineering, Chapter 6: Reinforced Polymers, Oxford University Press, 1997, p. 209-258.
- [71] R.H. Lopez, F.J. Moscoso, P. Ortega, E. Mendizabal, D. Rodriguez, R. Gonzalez, Rotational Molding of Polyethylene Composites Based on Agave Fibers, Polymer Engineering And Science, 52:12(2012), p. 2489-2704.
- [72] N. Ward, D.Rodrigue, Natural Fiber Reinforced Thermoplastics (NFRTP) Processed By Rotomolding, SPE/ANTEC (2012).
- [73] H. Bouafif, A. Koubaa, P. Perré, A. Cloutier, Effects of Fiber Characteristics on the Physical and Mechanical Properties of Wood Plastic Composites, Composites: Part A 40, 2009, p. 1975-1981.
- [74] Y. Cui, S. Lee, B. Noruziaan, M. Cheung, J. Tao, Fabrication and Interfacial Modification of Wood/Recycled Plastic Composite Materials, Composites, Part A39 (2008), p. 655-661.

- [75] S.A. Sierra, Tesis: Estudio de Materiales Compuestos de Matriz Polimérica y Refuerzos de Partículas de Madera Obtenidos a Partir de Polipropileno Reciclado y Capirona Recuperada, Pontificia Universidad Católica del Perú, 2012.
- [76] F. Mengelöglu, K. Karakus, Thermal Degradation, Mechanical Properties and Morphology of Wheat Straw Flour Filled Recycled Thermoplastic Composites, Sensors, 8 (2008), p. 500-519.
- [77] S. Kumar, R. K. Singh, Thermolysis of High-Density Polyethylene to Petroleum Products, Journal of Petroleum Engineering, 2013 (2013).



CONCLUSIONES

Se ha estudiado el sinterizado de materiales compuestos de polietileno reciclado y madera capirona recuperada fabricados mediante moldeo rotacional y se ha demostrado que el proceso de sinterización se realiza más eficazmente a mayor temperatura y mayor tiempo de calentamiento para una misma proporción de madera. El material de mejores propiedades mecánicas es aquel que está constituido por un 15 % en volumen de partículas de madera y ha sido moldeado a 300 °C durante 25 minutos.

Se ha diseñado una metodología experimental que contempla los parámetros del proceso de moldeo rotacional de materiales compuestos constituidos por un polímero termoplástico y madera capirona recuperada. La metodología permitió fabricar un número óptimo de materiales compuestos pues la cantidad inicial de materiales se redujo de 162 (486 muestras, 972 probetas) a 34 (102 muestras, 204 probetas) gracias a que los ensayos se llevaron por etapas. Los resultados de estos ensayos posibilitaron el estudio del proceso de sinterización de materiales compuestos obtenidos por proceso de moldeo rotacional.

La madera capirona tiene una densidad seca de 0,711 g/cm³ y una densidad básica de 0,781 g/cm³. Según estos resultados, la capirona se puede clasificar como una madera de alta densidad y de buenas propiedades mecánicas. Después del proceso de tamizado, solo un 20,3% en peso de estas partículas puede ser considerada como polvo de madera (*wood flour*) de tamaño caracterizado como regular, de superficie rugosa y forma alargada semejante a astillas de distintos tamaños. Según estas características, las partículas de madera capirona utilizadas son adecuadas para el proceso de moldeo rotacional de materiales compuestos de plástico y madera.

El polietileno de alta densidad reciclado (PEADR) tiene un índice de fluidez de 1,814 g/10 min que es 13,1% mayor respecto al valor del material virgen (PEADV) como consecuencia de la inyección previa de las tapas. Por la misma razón, la cristalinidad del PEADV disminuye desde 79,0 % hasta 72,4 %; mientras que, las temperaturas de fusión y cristalización del PEADR prácticamente no cambian respecto al PEADV y son 133,4 °C y 116,4 °C, respectivamente.

El índice de fluidez y el tipo de partículas (L y M) del PEADR utilizados son adecuados para el proceso de moldeo rotacional. El valor de 1,814 g/10 min, indica que el PEADR es apto para ser usado en proceso de moldeo rotacional de tanques y contenedores cuyo valor está en el rango de 1,7 y 2,0 g/10 min.

A mayor tiempo de calentamiento, el proceso de sinterizado progresa, incrementando las propiedades mecánicas del material compuesto paulatinamente hasta la finalización del sinterizado. En el rango de tiempos estudiado, para un material de 15% de madera, con un tamaño inferior a 500 μm (MCR5) y moldeado a 300 °C, el módulo elástico varía de 520 N/mm² para 19 min hasta 1 072 N/mm² para 25 min y la resistencia a la tracción varía de 10,6 N para 19 min hasta 16,7 N para 25 min.

A medida que el contenido de partículas de madera aumenta, el proceso de sinterización se ve obstaculizado, es decir, inicia mucho antes en materiales con menor contenido de madera, de modo que, sus propiedades mecánicas serán superiores aquellos materiales que sinterizan tardíamente. Para el rango de proporciones en volumen de partículas de madera estudiado, los materiales compuestos con un tamaño de partícula inferior a $500\ \mu\text{m}$ (MCR5) y moldeados a $300\ ^\circ\text{C}$ durante 19 min, tienen un módulo elástico varía desde $849\ \text{N/mm}^2$ para un material sin partículas hasta $111\ \text{N/mm}^2$ para un material con 30 % de madera y alcanza un valor máximo de $910\ \text{N/mm}^2$ cuando el contenido de madera es 10 %; mientras que, la resistencia máxima disminuye desde 19,2 N hasta para un material sin partículas hasta 1,8 N para un material con 30 % de madera.

Se ha demostrado que, a medida que disminuye el tamaño de las partículas de madera, el proceso de sinterización ocurre más eficazmente pues las propiedades mecánicas mejoran. Para el rango de tamaños estudiados, los materiales de un 30% de partículas de madera, moldeados a $300\ ^\circ\text{C}$ durante 22 min, tienen un módulo elástico varía desde $859\ \text{N/mm}^2$ para un tamaño de partícula inferior a $500\ \mu\text{m}$ (MCR5) hasta $544\ \text{N/mm}^2$ cuando el tamaño esta entre 1 000 y 2 000 μm (MCR3); mientras que, la resistencia mecánica disminuye desde 14,5 N para un tamaño inferior a $500\ \mu\text{m}$ (MCR5) hasta 12,4 N cuando el tamaño esta entre 1 000 y 2 000 μm (MCR3).

Los materiales constituidos por partículas MCR3 y MCR4 y moldeados a $300\ ^\circ\text{C}$, no presentan niveles de sinterización adecuados cuando se fabrican con tiempos de calentamiento menores a 25 min, pues para este tiempo de calentamiento, los módulos elásticos son 36,1 % y 30,8 % más bajos que el material sin partículas moldeado a las mismas condiciones. De la misma forma, las resistencias mecánicas son 25,0 % y 14,9 % más bajas que el material sin partículas moldeado a las mismas condiciones.

Se ha justificado que el módulo elástico y la resistencia máxima de los materiales compuestos mejoran a medida que aumenta la temperatura y el tiempo de calentamiento hasta alcanzar, aparentemente, valores máximos en un tiempo determinado, a partir del cual, dichas las propiedades disminuyen de valor. Para el rango de temperaturas estudiado, un tiempo de calentamiento de 25 min y una proporción en volumen de 15 % (PV3) de partículas de maderas de tamaño menor a $500\ \mu\text{m}$ (MCR5), el módulo elástico va desde $822\ \text{N/mm}^2$ para $280\ ^\circ\text{C}$ hasta $1\ 214\ \text{N/mm}^2$ para $320\ ^\circ\text{C}$. De la misma forma, la resistencia máxima va desde $14,6\ \text{N/mm}^2$ para $280\ ^\circ\text{C}$ hasta $18,7\ \text{N/mm}^2$ para $320\ ^\circ\text{C}$; sin embargo, la resistencia de un material compuesto siempre es menor a la de un material sin partículas.

Los resultados muestran que es posible fabricar materiales compuestos aumentando la temperatura y disminuyendo el tiempo de calentamiento. En este sentido, para el rango de temperaturas estudiado y una proporción en volumen de 15 % (PV3) de partículas de maderas de tamaño menor a $500\ \mu\text{m}$ (MCR5), los materiales moldeados a $280\ ^\circ\text{C}$ durante 25 min, los materiales moldeados a $300\ ^\circ\text{C}$ durante 22 min y los materiales moldeados a $320\ ^\circ\text{C}$ durante 19 min tienen un módulo elástico y una resistencia máxima de aproximadamente $850\ \text{N/mm}^2$ y 14,5 N, respectivamente.