



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA

Universidad Nacional Autónoma de México
FACULTAD DE CIENCIAS
DIVISION DE ESTUDIOS DE POSGRADO

00368
1
14

\$2 4510

ESTUDIO SOBRE ADHESION DE FIBRAS NATURALES CON
RESINAS SINTETICAS. PROPIEDADES MECANICAS Y SU
CORRELACION CON PROPIEDADES DE SUPERFICIE

00368
1981

T E S I S

Que para obtener el titulo de
MAESTRO EN CIENCIAS
P r e s e n t a

EDUARDO VALADEZ CUENCA

\$300 23P

1981

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

TABLA DE CONTENIDOS

	Pag.
1. INTRODUCCION Y OBJETIVOS	1
2. ANTECEDENTES	4
A. Breve Panorama	4
B. Bases Teóricas sobre Energía de Superficie y Adhesión	6
C. Propiedades Fisicomecánicas	11
D. Principio de Superposición Tiempo/Temperatura /Propiedad	16
3. EXPERIMENTACION (Descripción de los Experimentos)	18
A. Materiales	18
B. Preparación de Muestras para Pruebas Fisicomecánicas	24
C. Determinación de la Temperatura Real de Proceso	30
D. Morfología de Fibra y Materiales Compuestos	31
E. Pruebas Fisicomecánicas	32
F. Tensión Superficial y Mojado	36
4. RESULTADOS Y DISCUSION	38
A. Variables de Proceso y Propiedades Fisicomecánicas	38
A1. Aplicación del Principio de Superposición Tiempo/Temperatura/Propiedad	46
B. Trabajo de Adhesión	60
C. Morfología de Materiales Compuestos	77
5. CONCLUSIONES	85
6. SUGERENCIAS PARA TRABAJOS POSTERIORES	88
7. BIBLIOGRAFIA	90
8. APENDICE	94

1. INTRODUCCION Y OBJETIVOS

Al estudiarse un material que presenta diferentes alternativas de aplicación como son los polímeros, se busca incrementar sus propiedades fisicomecánicas, añadiendo agentes reforzantes que modifiquen favorablemente sus propiedades, como son: resistencia a la tensión (V), módulo de ruptura a la flexión (M), módulo elástico a la tensión (E), etc.

Son éstas algunas de las propiedades que se buscan mejorar en la mayoría de los llamados materiales compuestos o reforzados, constituidos generalmente por una matriz polimérica y un refuerzo fibroso o granular, que mejora la transferencia de esfuerzos y la resistencia total del material. (1), (2), (3), (4), (5), (6)

Tales han sido las consideraciones sobre las cuales se basa este trabajo, donde se estudia un material compuesto por fibras de caña y resina de uréa formaldehído (U.F.). Este tipo de material es un tablero de densidad variable (según la concentración de componentes) y superficies lisas. Es semejante al producido en el país con partículas de madera (7), (8), buscando de esta manera un conocimiento más adecuado sobre las propiedades de este material. (9), (10), (11) .

El potencial industrial de la fibra de caña en el país y su posible utilización en la industria del tablero, ha cristalizado en la iniciativa de investigar estos materiales en forma exhaustiva, por sus propiedades y perspectivas de uso, (4), (9), (12) además con la idea de propiciar una tecnología en el país. Las características de la fibra de caña (bagazo de caña de azúcar), difieren morfológicamente de las partículas de madera, por lo que el material resultante presenta caracterís-

ticas de semejanza (solamente) con el material de madera.(12),(13).

Por lo anteriormente expuesto, se enlistan los siguientes objetivos para la investigación de estos materiales:

1. Optimizar una formulación de resina de uréa formaldehído para obtener las condiciones más favorables de adhesión con la fibra de caña.
2. Aprovechar un material con alto potencial de industrialización en el país.
3. Encontrar una correlación entre la estructura de la fibra, las variables de proceso y las propiedades mecánicas y fisicoquímicas de los componentes.
4. Definir cuantitativamente un mecanismo de fractura de estos materiales.

Ahora, para alcanzar los anteriores objetivos se establece la siguiente lista de experimentos:

- a. Determinar las propiedades fisicomecánicas (V y E) de los tableros.
- b. Determinar la influencia de las variables de proceso y la forma en que se afecta la resistencia del material, estas son: temperatura, tiempo de proceso, porcentaje de resina incorporada y secuencia de fabricación.
- c. Influencia de la orientación de fibras y su tamaño.
- d. Aplicación del principio de superposición de curvas y la obtención de un modelo matemático del proceso (14)

- e. Aplicación del principio de regla de mezclas
- f. Determinación del trabajo de adhesión del sistema fibra/resina/solvente(H_2O) .
- g. Analizar la micro-estructura del material, así como la presencia de fases, dispersión de la resina y mojado.

2. ANTECEDENTES

A. BREVE PANORAMA

En 1924 puede establecerse el comienzo de la producción del tablero aglomerado. Mason (4), (5) inventa un tablero duro a base de fibra de madera el cual es procesado por vía húmeda bajo presión de 100 kg/cm^2 y temperatura de 140°C . Bajo estas condiciones, la lignina natural de la madera actúa como adhesivo interfibrroso dando la consistencia y peso específico semejante a la madera, (0.6 a 1.4 gr/cm^3). Son desarrollados posteriormente otros procesos semi-húmedos y secos. Estos últimos (1938), con la participación de resinas sintéticas - que sirven de adhesivo a las partículas, pudiéndose de esta manera obtener una diversidad de texturas, densidades y calidades de material laminado con las partículas celulósicas.

En la actualidad, la producción del tablero aglomerado a base de partículas de madera es de difusión internacional, iniciándose en el país a partir de 1967, y ha mostrado un crecimiento sustancial. Ya en los años 70's se planea una producción de $35,000 \text{ m}^3/\text{año}$ (para 1976 la producción es de $150,700 \text{ m}^3/\text{año}$), planeándose incrementos superiores al 138% para la década de los 80's. (2), (5)

La anterior relación de producción de tablero define la importancia de este producto en el país, por lo que se justifica el interés en el aprovechamiento de otros celulósicos, no solamente de madera, en materiales laminados y aglomerados. Causa por la cuál se ha seleccionado como material de estudio en este trabajo a la fibra de caña, sub-producto de los ingenios azucareros. Esta materia prima representa un

potencial de 32,000,000 de toneladas/año en promedio en el país, cifra que corresponde a los años 1979 - 1980 lo cuál equivaldría a una producción de tablero aglomerado del orden de 59,000,000 m³/año. En la actualidad sólo se viene utilizando el 5 ó 6% de la fibra o bagazo de caña, siendo el restante 95% utilizado como combustible de calderas en los ingenios. (12), (13).

De esta manera se destaca la importancia del subproducto como material utilizable en la fabricación de tablero aglomerado. En éste trabajo, solamente son investigadas las características físico-mecánicas del tablero resultante, - investigando sobre su formulación para obtener un material resistente y homogéneo, además de propiedades físico-químicas de la resina.

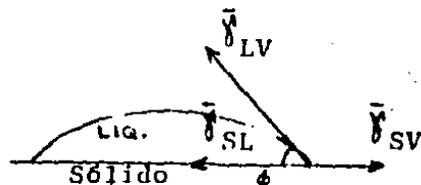
B. BASES TEORICAS SOBRE ENERGIA DE SUPERFICIE Y ADHESION

La adhesión entre dos sustancias, se relaciona a través de la expresión de Dupre (15) la cuál establece, la naturaleza vectorial de las tensiones interfaciales, que se manifiestan cuando un líquido se extiende sobre un sólido. (Ver Fig. 1)

1) Estableciéndose un balance dinámico entre dichas fuerzas, cuya diferencia es el trabajo de adhesión (W_a), la fórmula es la siguiente :

$$\text{Ec. 1} \quad \bar{W}_a = \bar{\gamma}_{SV} + \bar{\gamma}_{LV} - \bar{\gamma}_{SL}$$

Donde:



γ_L ó γ_{LV} = Tensión Superficial de la Interfase Líquido - Vapor

γ_{SL} = Tensión Superficial de la Interfase Sólido - Líquido

γ_{SV} = Tensión Superficial de la Interfase Sólido - Vapor

ϕ = Angulo de contacto entre el líquido y el sustrato sólido

Obteniéndose una ecuación que involucra al ángulo de contacto al tomar proyecciones sobre los ejes, ésta es:

$$\text{Ec. 2} \quad W_a \cong |\gamma_{LV}| (\cos \phi + 1)$$

$$\text{Ec. 3} \quad W_a = |\gamma_{LV}| (1 + \cos \phi) + \pi$$

La anterior expresión, puede ser afectada por la contribución del término por presión de película (Π) el cuál esta definido de la siguiente manera : (ref. 16 Cap. 2)

$$\text{Ec. 4} \quad \pi = \gamma_S - \gamma_{SV} = 0$$

En el caso de Polímeros de alto peso molecular, es muy cercano a cero, debido a la baja presión de vapor del polímero (γ_S) fundido.

Mediante la expresión 2 es posible calcular el trabajo de adhesión (W_A), y la variación de éste al estar en contacto sólido y líquido, haciéndose una medición directa del ángulo de contacto entre las dos fases, y de la tensión superficial mediante un método indirecto. (ver Cap. 4-B)

Estos métodos para determinar el valor de γ_{LV} son muy diversos (16), (17), (18), (19). Y cada uno propone diversos factores de corrección, tanto para corrección de variaciones en el aparato de medición, como en el sistema sólido/líquido considerado. En este trabajo se usaron ----- dos métodos con fines comparativos, para estudiar como se afecta la variación de γ_{LV} según el proceso seleccionado.

Método 1. Determinación de γ_{LV} , mediante el ascenso de un anillo en la solución del adhesivo. (16), (17).

Este método utiliza originalmente un tensiómetro de Dunqy el cuál mide la fuerza ejercida al izar un anillo de alambre colocado en forma horizontal dentro del seno de un líquido, y formar una película cilíndrica con el anillo. La expresión utilizada es la siguiente: (ver apéndice E)

$$\text{Ec. 5} \quad \gamma_{LV} = \frac{mGC_0}{4\pi R} : \frac{\text{dina}}{\text{cm}}$$

m : Tensión ejercida para levantar el arillo (gr)

G : Aceleración de la gravedad (9.8 m/seg²)

C₀ : Constante de calibración del arillo (16), (18)

R : Radio interior del arillo (cm)

γ_{LV} : Tensión superficial en dinas/centímetro

Método 2. Determinación de γ_{LV} , mediante el método de la gota estática (16),(19).

Este segundo método de determinación de γ_{LV} , es independiente del ángulo de contacto ϕ , que tenga el líquido respecto al sólido en la interfase. Sólo considerando los parámetros siguientes de una gota del líquido estudiado, depositada sobre una placa metálica o el sólido seleccionado:

h : Altura de la gota desde su base (cm)

r : Radio ecuatorial de la gota (cm)

La expresión que relaciona estos parámetros con el valor de la tensión superficial es la siguiente :

$$\text{Ec. 6} \quad \gamma_{LV} = K\rho Gh \quad (0.5)$$

Donde la corrección de Porter (19), basada en las tablas de Bashforth & Adams. (20), da una función en términos de h/r, ésta es:

$$\text{Ec. 7} \quad K = 0.3047 \left(\frac{h}{r}\right)^3 \left(1 - 4 \left(\frac{h}{r}\right)^2\right)$$

Con la cual se obtienen los valores correspondientes de la constante de ajuste.

Ambos métodos fueron seleccionados además por su bajo % de error en la medición (<1%) (Ref. 16, Cap. 1)

El presente estudio, calcula el trabajo de adhesión, como función de la Energía de Superficie γ_L , y el ángulo de contacto, en soluciones de resina de Urea formaldehído, donde la concentración de solvente es variable, y con ello, la capacidad de adhesión de la resina cambia. El ángulo de contacto entre la resina en solución y el sustrato fibroso utilizado, es una medida específica del sistema y no es comparable con otros sistemas, pues las características de la superficie del sólido en cuanto a su rugocidad, porosidad, energía de superficie, etc., son diferentes en cada caso. (21)

Al determinarse el trabajo de adhesión del sistema, puede calcularse también un esfuerzo a la tensión (∇) teórico de la interfase de adhesión, considerando una distancia de interacción intermolecular (d_j), entre polímero y fibra, con la siguiente relación reportada (22) (23), siendo de utilidad para comparar el valor de resistencia obtenido experimentalmente en el material, esta expresión es :

$$\text{Ec. 8} \quad \nabla = \frac{W_A}{K \cdot d_j} : \frac{\text{Kg}}{\text{cm}^2}$$

Donde:

W_A : Trabajo de adhesión dn/cm ($\text{dn} \approx \text{dina}$)

d_j : Parámetro de Interacción molecular ($4 \text{ a } 6 \times 10^{-8} \text{ cm}$)

K : Constante de Conversión de Unidades (9.81×10^5)

Por otra parte, en los trabajos de Zisman y colaboradores(24), al observar el comportamiento de diversos polímeros ante el fenómeno de tensión superficial, se determinó una relación lineal, entre el ángulo de contacto ϕ , al mojar un líquido a una superficie, y la tensión superficial γ_L del líquido. Esta relación es importante pues permite determinar un valor característico del sistema al mojado. Este valor es el de la tensión superficial crítica (γ_c) que se define como el valor límite de la tensión superficial de la solución, cuando el ángulo de contacto al mojado (ϕ) tiende a cero. La expresión general es la siguiente:

$$\text{Ec. 9} \quad \text{Cos } \phi = A - B \gamma_L$$

$$\text{si } \phi \rightarrow 0 \text{ por lo tanto } \text{Cos } \phi \rightarrow 1$$

A y B son constantes del sistema.

Mediante una relación gráfica, se obtiene dicho valor de γ_c , además del coeficiente de Zisman, que se expresa en otra ecuación, también en función de ϕ y γ_L , ésta es :

$$\text{Ec. 10} \quad \text{Cos } \phi = 1 - \beta(\gamma_L - \gamma_c)$$

β es un coeficiente que también es característico del sistema - particularmente estudiado, y que en este trabajo se determinará en base a la mezcla de solución de adhesivo y fibra de caña. Que son los componentes principales, de los materiales a los cuales se les hace el estudio de resistencia físico-mecánica.

C. PROPIEDADES FISICO-MECANICAS

Son analizadas dos propiedades físico - mecánicas para los materiales preparados: tablero aglomerado rígido, a base de fibra de caña y adhesivo, estas son:

a) Resistencia a la tensión paralela al eje de carga y medida al punto de ruptura (∇)

b) Módulo Elástico a la tensión, paralelo al eje de carga (E)

Ambas propiedades poseen información característica sobre la micro-estructura y resistencia interna del material. Así, el módulo elástico es una prueba de corto alcance, pues permite probar el material dentro de su límite elástico sin que sufra deformaciones permanentes y en cierta medida es un índice de la resistencia a cargas bajas. Por otra parte, el valor de la resistencia a la tensión a la ruptura (∇), es el valor límite en que el material falla, habiendo rebasado el límite de deformación elástica, con la aparición de fallas permanentes.

Dichas pruebas son estandarizadas en su realización por la norma ASTM-D-1037-72a y definidas las propiedades de la siguiente manera: (39)

$$\text{Ec. 11} \quad \nabla = \frac{\text{Carga máxima a la ruptura (kg)}}{\text{Sección transversal (cm}^2\text{)}} = \frac{C_{\text{max}}}{A_0}$$

$$\text{Ec. 12} \quad E = \frac{\text{Esfuerzo al Límite Elástico (kg/cm}^2\text{)}}{\text{Deformación Unitaria}} = \frac{\nabla^*}{(L-L_0)/L_0}$$

Al usar fibras de caña largas, para la fabricación de una variedad de estos materiales aglomerados, se hace necesario determinar los módulos o resistencias, de los materiales-componentes en forma aislada. Lo anterior es posible al aplicar la expresión de regla de mezclas (1), la cuál de acuerdo a su definición, la resistencia final de un material compuesto, es igual a la sumatoria de las contribuciones de la resistencia individual de cada componente, por su fracción peso o volumen, esto es:

$$\text{Ec. 13} \quad \sigma = c(\sigma_1 F_1 + \sigma_2 F_2 + \sigma_3 F_3 + \dots + \sigma_n F_n)$$

Donde :

σ : Resistencia ultima a la tension del material compuesto.

F_i : Fracción peso ó volumen del componente.

c : Constante del sistema, determinable experimentalmente.

Definiendose la fracción peso como :

$$\text{Ec. 14} \quad F_i = \frac{m_i}{\sum m_i}$$

Y para el caso de dos componentes, como són: masa de la fibra de caña (m_f) y masa de sólidos de resina (m_s) (usados en este estudio), se tienen las siguientes expresiones:

$$\text{Ec. 15 y 16} \quad F_s = \frac{m_s}{m_s + m_f} \quad ; \quad F_f = \frac{m_f}{m_s + m_f}$$

$$\text{Ec. 17 y 18} \quad F_s + F_f = 1 \quad \delta \quad \sum F_i = 1$$

Quedando la ecuación 13:

$$\text{Ec. 19} \quad \sigma_c = F_s \sigma_s + F_f \sigma_f$$

En caso de ser necesaria la fracción volumétrica (F_v) de los compuestos, en lugar de la fracción peso, se tienen las siguientes relaciones :

Ec. 20 y 21

$$\text{Donde :} \quad F_s = \frac{\rho_s}{\rho_c} F_{vs} \quad F_f = \frac{\rho_f}{\rho_c} F_{vf}$$

F : Fracción peso de un componente

F_v : Fracción volumétrica de un componente

ρ_c : Es el peso específico del material compuesto
(En este caso, el tablero de fibra de caña)

ρ_f : Es el peso específico de la fibra de caña
(promedio) determinado por picnometría -
con mercurio, siendo igual a 0.364 gr/cm^3

ρ_s : Es el peso específico de la resina polimerizada, aquí llamada sólidos de resina. Su peso específico es 0.81 gr/cm^3

La ecuación 19 después de aplicar la sustitución de la Ley de Hooke ($E = \nabla/\epsilon$) (1), y hacer una simplificación a la expresión resultante, en el sentido de considerar una isodeformación en todos los componentes del material compuesto, ante un esfuerzo aplicado, permite obtener una nueva expresión en términos de los módulos elásticos (E) ó de las resistencias a la tensión (∇) de los componentes aislados. Las expresiones son las siguientes :

$$\text{Ec.22} \quad E_c = E_s + F_f (E_f - E_s)$$

$$\text{Ec. 23} \quad \nabla_c = \nabla_s + F_f (\nabla_f - \nabla_s)$$

Que representan el comportamiento ideal, de líneas rectas para el comportamiento elástico ó plástico del material compuesto, donde :

E_c : Módulo elástico del material compuesto

∇_c : Resistencia a la tensión (ruptura) del compuesto

s : Propiedades de sólido polimérico (Adhesivo curado)

f : Propiedades de la fibra de caña

F : Fracción peso del componente

Las anteriores expresiones se grafican con datos experimentales, (E_c v.s. F_f ó ∇_c v.s. F_f) pudiéndose determinar un valor teórico de las propiedades de la fibra (E_f y ∇_f) por el conocimiento de la pendiente de la recta (\bar{m}), donde además son datos, las propiedades del sólido (E_s y ∇_s). Quedando las siguientes expresiones para evaluar las propiedades de la fibra en el compuesto :

$$\text{Ec. 24} \quad E_f = \bar{m}_1 + E_s$$

Donde: \bar{m} es la pendiente de cada una de las rectas evaluadas.

$$\text{Ec. 25} \quad \nabla_f = \bar{m}_2 + \nabla_s$$

La determinación del módulo elástico E en base a la ecuación 12, tiene que modificarse por los parámetros de proporcionalidad entre escalas que utiliza la máquina de pruebas utilizadas (INSTRON 1125), quedando la siguiente

expresión:

$$\text{Ec. 26} \quad E = \frac{10C * P_{\gamma} * L_0}{L * A_0} = \frac{\text{kg}}{\text{cm}^2}$$

donde :

- C* = Carga en el límite elástico (kg)
- L* = Extensión de la probeta en el límite elástico.(cm) (L-L₀)
- L₀ = Longitud de la probeta (12.7cm)
- A₀ = Sección transversal de la probeta (cm²)
- P_γ = Factor de proporcionalidad entre velocidad de carta y velocidad de cabezal, en este caso P_γ = 1

La expresión 11 no posee modificaciones, por parte de factores de proporción de la máquina de prueba, determinándose la resistencia a la tensión V (ruptura), por la sustitución directa del valor de carga máxima a la ruptura de la probeta.

D. PRINCIPIO DE SUPERPOSICION TIEMPO/TEMPERATURA/PROPIEDAD

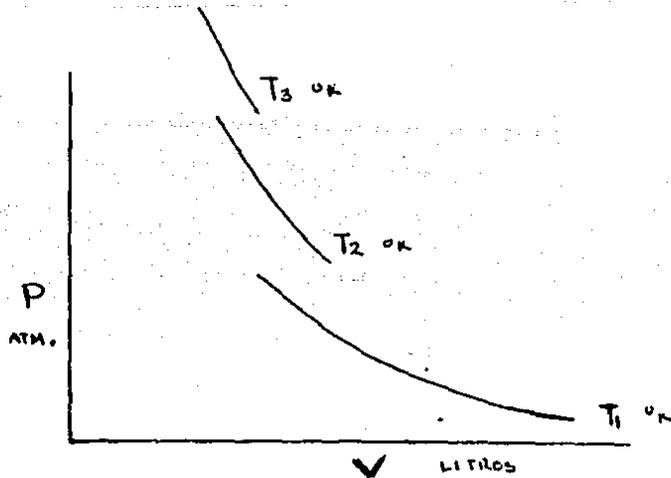
Dentro del estudio fisicomecánico de los materiales - poliméricos, se desarrolló en 1955 por Williams, Landel y Ferry(11)(12)(34), una expresión matemática en función de dos variables térmicas importantes, que describen el esfuerzo de relajación por tensión, del Poli-isobutileno. Así, en lugar de tener varias gráficas a temperatura constante de esfuerzo v.s. tiempo de relajación, se obtuvo una sola gráfica en la cual quedaron involucradas todas las seleccionadas, y esto es posible al determinarse una ecuación paramétrica, que se toma como variable del eje "X" coordinado, dejando en el eje "Y" la variable del esfuerzo mecánico.

Tal es el principio de - - superposición de curvas, aplicando a un proceso térmico/mecánico, mediante el cual se obtiene una curva maestra para un proceso global, de un material que maneja dos o más variables en un eje coordinado, dejando una variable dependiente en el eje "Y", sobre la que recaen las variaciones de la ecuación paramétrica en "X". La forma de la curva maestra, es una sumatoria de las curvas originales.

Obtener una sola expresión matemática que involucre las principales variables del proceso y que además, se apegue a los valores experimentales obtenidos, es un caso de idealidad entre experimento e interpretación del mismo, y así, - obtener una gráfica maestra por superposición matemática de otras gráficas del proceso, es un acercamiento muy importante en la definición del sistema y del proceso.

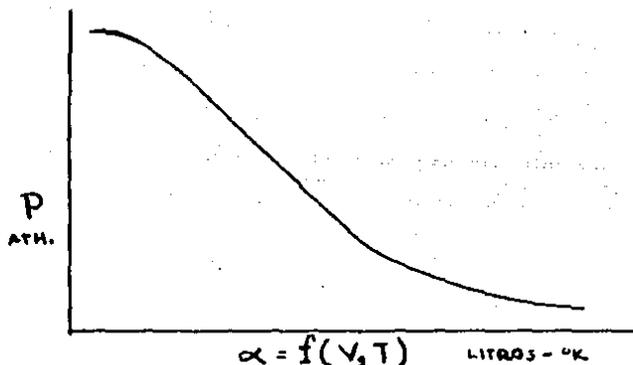
En síntesis, por ejemplo, si se tienen unas gráficas - isotermas de tres procesos, por ejemplo presión y volumen se tendrá una triada como la siguiente: (Fig. 2)

Fig.2



Y se puede obtener una gráfica de superposición, como la siguiente:

Fig.3



En la que $f(V, T)$ es una función paramétrica de dos variables, que funciona en los dominios propios de las variables originales.

Pues bien este principio matemático es aplicado al análisis del comportamiento físico-mecánico/térmico de los materiales fibrosos, desarrollados en este trabajo. Los resultados se estudian en el Capítulo 4.

3. EXPERIMENTACION (Descripción del Experimento)

A. MATERIALES

La preparación de los materiales compuestos en cuestión, requieren de dos componentes, estos son:

1. Fibra de Caña
2. Resina de Uréa formaldehido

DESCRIPCION DE MATERIALES

1. Fibra de Caña

Las fibras de caña utilizada para la preparación de los materiales aglomerados, son de tres tipos :

1.1 Fibra molido, con finos. Este tipo de fibras, son obtenidas directamente del proceso de molienda y clasificación, llevado a cabo en los equipos semi-pesados, instalados en el Instituto de Investigaciones en Materiales de la U.N.A.M. - La fibra molido posee las siguientes características :

finos : 18%, en peso (de tamaño menor a 1 cm y polvo)

humedad residual : 8%

Tamaño promedio de la fibra restante (82%): 2.5 cm \pm 0.5 cm

Peso específico : 0.364 gr/cm³ (picnometría/Hg^o)

1.2 Fibras largas sin finos. Estas son seleccionadas directamente de los tallos de la caña, los cuales son tratados sin molienda, para obtener fibras de mayor longitud.

1.3 Fibra corta sin finos. Estas fibras se seleccionan de las anteriores y tampoco pasan por un proceso de molienda. Las características de estas dos fibras sin finos, aparecen en la Tabla 1.

TABLA 1

Características de Fibras de la Caña sin finos.

	Fibra Larga	Fibra Corta
Tamaño	15 a 20 cm	3 a 5 cm
Humedad	1% máximo	1% máximo
Peso Específico	0.36 g/cm ³	0.36 g/cm ³
% Finos	<1%	<1%
Secado en Estufa	60°/12hr	60°/12hr

Como anteriormente fué indicado, la fibra de caña es usada como un elemento de refuerzo en la formulación de los tableros aglomerados, usándose en longitudes corta y larga, para el estudio del efecto del tamaño, y disposición de la fibra, en la resistencia del material.

2. Uréa Formaldehido

La resina de uréa formaldehido es un pre-polímero en solución alcalina y de regular viscosidad comúnmente usado como adhesivo en la industria. (8)

Al mezclarse con el material fibroso debe agregársele un catalizador químico, que activa la reacción de polimerización. Además, la catálisis térmica es necesaria para concluir la reacción de polimerización hasta la solidificación de la resina.

Las características de la resina así como la de una emulsión de cera que se agrega en pequeñas cantidades, con fines antihumectantes en el producto final, aparecen en la tabla 2.

2.1 La siguiente formulación de resina, se basó en parte en las formulaciones industriales reportadas en boletines técnicos de Industrias Resistol, S.A. (8), (3). A dicha formulación se le hicieron modificaciones en cuanto a concentración de solvente (H_2O) y emulsión de cera, por representar variables tenso-activas, que se abordaran sistemáticamente en capítulos posteriores. La formulación usada en los tableros es resultado de los experimentos preliminares, la formulación de la resina catalizada, aparece en la tabla 3.

Las concentraciones de NH_4OH y $(NH_4)_2SO_4$ fueron sugeridas por el fabricante de resina como la cantidad mínima

TABLA 2

Especificaciones de Resina y Cera

	Resina	Cera
	Uréa Formaldehido	Emulsión de cera
Fabricante	Resistol, S.A.	Resistol, S.A.
Clave	RR-843	Resimul-1535
% Sólidos	64 a 68%	44 a 46%
pH apróx.	8 a 8.6	7 a 8
Viscosidad a 25° C	3 a 6 ps. (20 ps. actual)	1 a 3 ps.
Densidad gr/cm ³ a 25° C	1.275 a 1.285 (1.292 actual)	1.1. a 1.2

TABLA 3

Resina Catalizada para Elaboración de Tablero Aglomerado

Resina Preparada	Fracción Peso
Resina U.F.	0.800
Emulsión de Cera	0.041
(NH ₄) ₂ SO ₄ (acelerador)	0.012
Solvente (H ₂ O)	0.127
NH ₄ OH (catalizador)	0.020
	Total: 1.000

Para la terminación de la polimerización, de la resina de Urcá
Formaldehido, la relación de sólidos de resina a catalizador
es la siguiente :

51.2 gr sólidos de resina
2 gr de NH_4OH

Y la relación de sólidos de resina a acelerador -
es :

51.2 gr sólidos de resina
1.2 gr $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

B. PREPARACION DE MUESTRAS. (Para pruebas Físico-Mecánicas)

Se diseñaron tres tipos de experimentos con tableros aglomerados, a base de fibra de caña. En cada uno de éstos, se determinó la influencia de las variables seleccionadas.- Los experimentos son los siguientes :

1. Efecto del tamaño de probeta para pruebas de ruptura a la tensión (V) (Fibra promedio)

2. Efecto en la resistencia (V) y el módulo elástico (E) por la concentración de resina, tiempo de proceso y temperatura. (Fibra promedio)

3. Efecto del uso de fibras largas (continuas) y cortas para estudiar el efecto del tamaño y disposición en la resistencia (V) y el módulo elástico (E). (Fibras seleccionadas).

En la preparación de muestras para los experimentos 1y2, se sigue la secuencia de operaciones siguiente, controlandose en cada fase de su elaboración, las variables correspondientes.(Ver detalles en el Apéndice F). Los materiales del experimento 3, solo siguen parte de la secuencia(A5,A6,A7 Y A8).

Secuencia :

- A₁ Recepción y Control de Materia Prima (Humedad, plagas, temperatura interior)
- A₂ Secado de Bagazo de Caña
- A₃ Molienda de Fibra

- A₄ Transporte neumático del material
- A₅ Clasificación del tamaño de partículas
- A₆ Preparación y mezclado de resina
- A₇ Pre-formado del tablero
- A₈ Formado del tablero (Ciclos de prensado)

La selección de las variables para el proceso de formación del tablero, así como la magnitud con que cada una actúa, se detallan en el apéndice "B".

A continuación se describen las operaciones para la elaboración de tableros aglomerados (partes A₆ y A₈ de la lista anterior).

- A₆ {
 - a) Preparación de la solución de resina
 - b) Control de la masa de fibra
 - c) Mezcla de fibra y solución de resina
- A₈ {
 - d) Pre-formado del material impregnado
 - e) Prensado en caliente
 - f) Ciclos de prensado

a) Preparación de la Solución de Resina

Una vez determinada la concentración de cada componente en la resina (ver apéndice "B"), se mezcla como se indica, obteniéndose dos soluciones que posteriormente se mezclan también a homogeneidad, estas son :

1. Solución de Resina U.F., cera y NH₄OH

2. Solución de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

El tiempo recomendado para mezclar la solución de resina y el acelerador químico es:

$$\frac{2 \text{ min.}}{1 \text{ Lt de solución}} \quad \text{a 180 rpm.}$$

b) Control de la masa de fibra

El porcentaje en peso de resina ha sido establecido en el diagrama experimental (apéndice "B"), y de ésta manera puede calcularse la cantidad en masa de fibra y de resina, con la siguiente expresión :

$$\text{Ec. 27} \quad \%R = \frac{m_r}{m_f + m_r} \cdot 100$$

donde:

$$m_f + m_r = 1500 \text{ gr} \quad (*)$$

c) Mezcla de fibra y solución de resina.

Esta mezcla debe llevarse a cabo de forma tal que la fibra sea mojada, uniformemente por la resina. Para este proceso se usó una revolvedora mecánica, y se aplica la resina por asperción fina. La relación de mezclado fué :

$$\frac{3 \text{ minutos de mezclado}}{1.5 \text{ kg de fibra}}$$

(*) . Estimación hecha en base al tamaño de molde utilizado.

d) Pre-formado del material impregnado

Una vez impregnado el material fibroso, se procede a vaciarlo en un molde de forma cúbica, (63 x 63 x 63 cm) - compactandose para pre-formar la masa. Acto seguido se pasa el pre-formado sobre una lámina al interior de la prensa de platos previamente calentados, a una temperatura pre-determinada. (100 a 140°C)

e) Prensado en caliente

Una vez que el pre-formado está dentro dentro de la prensa, se aplica presión hasta reducir su espesor a un espesor nominal pre-determinado de 2.54 cm ó 1.2 cm, el cuál se mantiene por medio de topes metálicos.

No se ejerce más presión al sistema, cuando se alcanza el límite que marcan los topes. La presión hidráulica en este punto es de ≈ 500 psi, para que la densidad del producto sea de 0.5 a 0.7 gr/cm³.

f) Ciclos de prensado

La temperatura de operación permanece constante durante el proceso, pero no así la presión, pues a través de períodos de presión - descompresión, se facilita la eliminación de agua evaporada de la masa fibrosa. Durante el proceso, el panel va tomando la forma final. El ciclo de prensado sobre el cuál se basa este proceso se muestra en la fig.4.

En dicha figura, se muestra un ciclo completo de presión - descompresión, a temperatura constante. El objetivo del proceso, es el dar salida lo más pronto posible a los

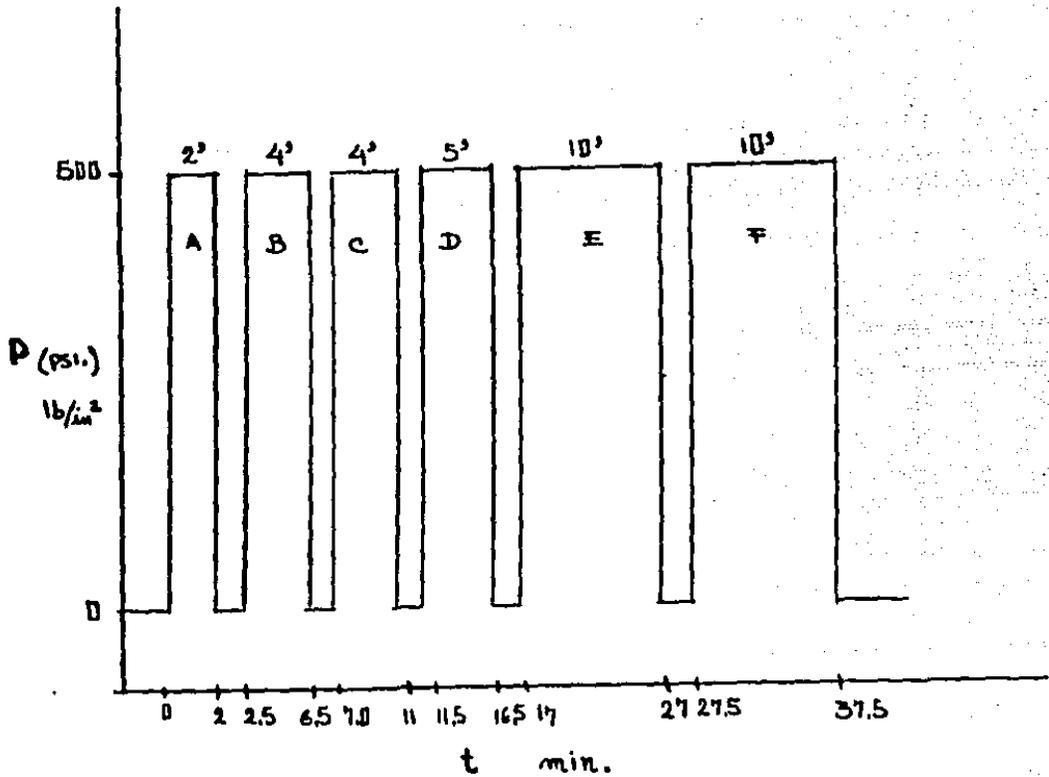
vapores de agua, producidos por y durante el curado de la resina. La cantidad de agua originalmente en la resina es 34% en peso, y después de preparar la solución catalizada es de 43% (Ver apéndice A y B).

En la parte superior de la figura 4, se observa el tiempo efectivo de proceso, tiempo que corresponde en forma aditiva a los usados de 15, 25 y 35 minutos en los procesos. Los intervalos de respiración en los cuáles se desaloja el vapor de agua, generado por la acción térmica, es de 10 a 30 segundos. Así, el ciclo nominal de 15 minutos corresponde a un ciclo de prensado con la sumatoria de etapas siguientes :

$$A + B + C + D = 15 \text{ min}$$

Las dimensiones del tablero obtenido són : 50x50 x1.27 cm., cortándose las probetas para la prueba de ruptura a tensión paralela a las caras, (V) según normas : (59)

ASTM-D 705-62 y ASTM-D-1037-72a



P : Presión hidráulica del sistema

t : Tiempo de proceso

Fig. 4 Ciclo completo de prensado a temperatura constante, los tiempos de compresión son aditivos.

C. DETERMINACION DE LA TEMPERATURA REAL DE PROCESO

Debido al gradiente térmico que se establece por la baja conductividad de la fibra de caña, fué necesario de terminar la temperatura real al centro y en la superficie del tablero, para confirmar que la acción térmica para polimerizar la resina impregnada era suficiente, no obstante el espesor del material. Con tal fin se diseñó un experimento de medición de dicho gradiente térmico, colocando termopares de Cu/Constantan, con referencia de punto frío a 0°C, en diferentes lugares del tablero.

Fueron usados dos espesores de material, para evaluar la importancia del gradiente térmico, por la distancia desde el centro del tablero hasta el exterior, que está en contacto con la plancha caliente de la prensa (Ver apéndice B.3).

D. MORFOLOGIA DE FIBRAS Y MATERIALES COMPUESTOS

Con objeto de complementar este estudio, se analizó la estructura de la fibra de caña y de la interfase de adhesión fibra/matriz polimérica. Se obtuvieron una serie de imágenes, por medio de un microscopio electrónico de barrido (*) en las que se muestran las características de la superficie fibrosa en donde se desarrolla la adhesión.

El quipo usado fue un Electron Probe X Ray Microanalyzer - Marca Jeol-Jxa-35, las películas fotográficas usadas son : Kodak Plux X Pan Profesional PXP-120. (Ver resultados cap. 4C)

(*) Instituto de Investigaciones
Eléctricas.

E.

PRUEBAS FISICOMECAICAS

De los tableros preparados con las formulaciones mencionadas (Sección A de este capítulo), se obtuvieron las probetas correspondientes, de acuerdo a las normas ASTM-D-705-62 y D-1037-72a. Las dimensiones y forma de la probeta cortada del tablero, aparecen en la fig. 5 y 6.

Las especificaciones de la prueba de ruptura a la tensión uniaxial (paralela a las caras), fueron las siguientes :

Máquina	Instron Modelo 1125
Celda de carga	500 kg
Sensibilidad	100 gr
Precisión	± 10gr
Velocidad de Carga Constante	3mm/min

Una gráfica típica de carga (C) v.s. extensión ($L-L_0$), se presenta en la figura 7; en ésta, se muestra como fueron determinados los valores de carga máxima a la ruptura (C_{max}) y la carga del límite elástico (C^*).

El valor de extensión ϵ , es igual a la diferencia $L-L_0$ y sirve para calcular la deformación unitaria (ϵ) del material, definida como :

$$\epsilon = \frac{L-L_0}{L_0} \quad \text{Ec. 27-1}$$

El módulo elástico (E) y el esfuerzo de ruptura a la tensión (∇), anteriormente definidos, se calcularon de los valores de cargas y deformaciones. Como ejemplo de cálculo de ∇ y E, se tomaron los siguientes valores de la fig. 7

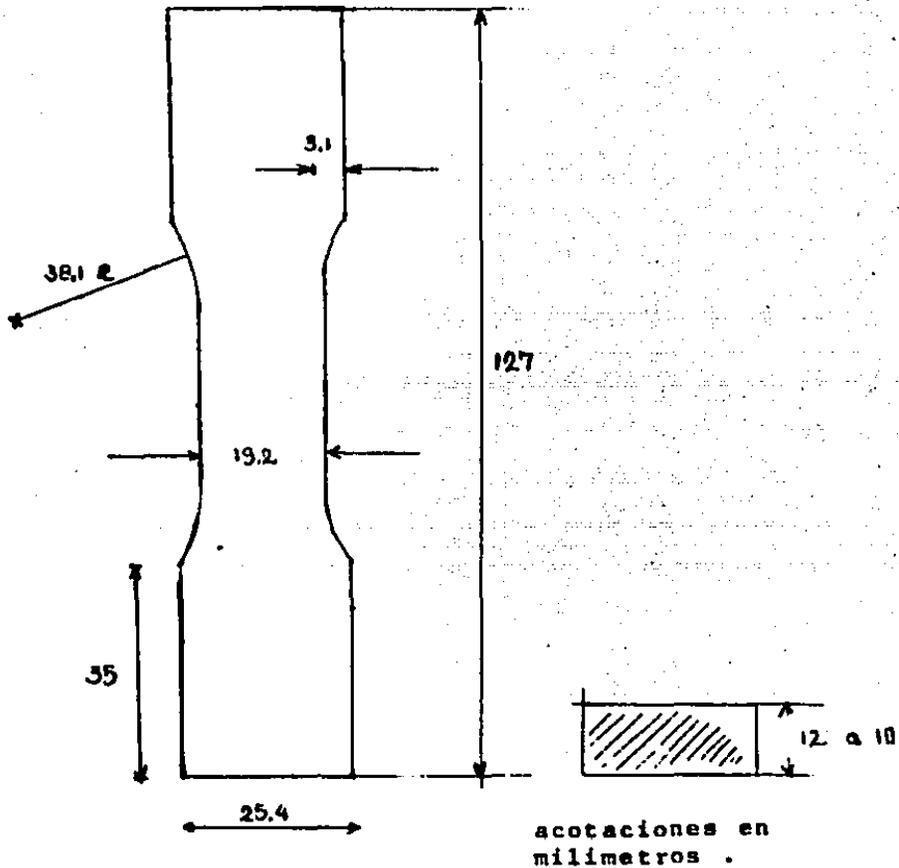


Fig. 5 PROBETA PARA PRUEBA DE ESFUERZO A LA TENSION UNIAxIAL DE MATERIALES FIBROSOS AGLOMERADOS SEGUN NORMA ASTM-D-1037-72a (Ver apéndice B-2 DISEÑO EXPERIMENTAL) (39)

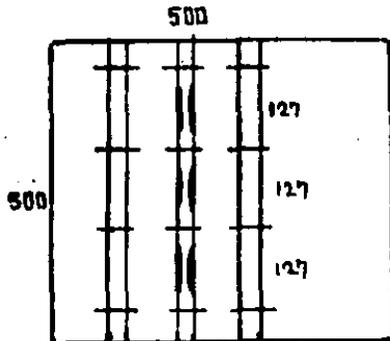


Fig. 6 Corte de probetas para la prueba de tensión.

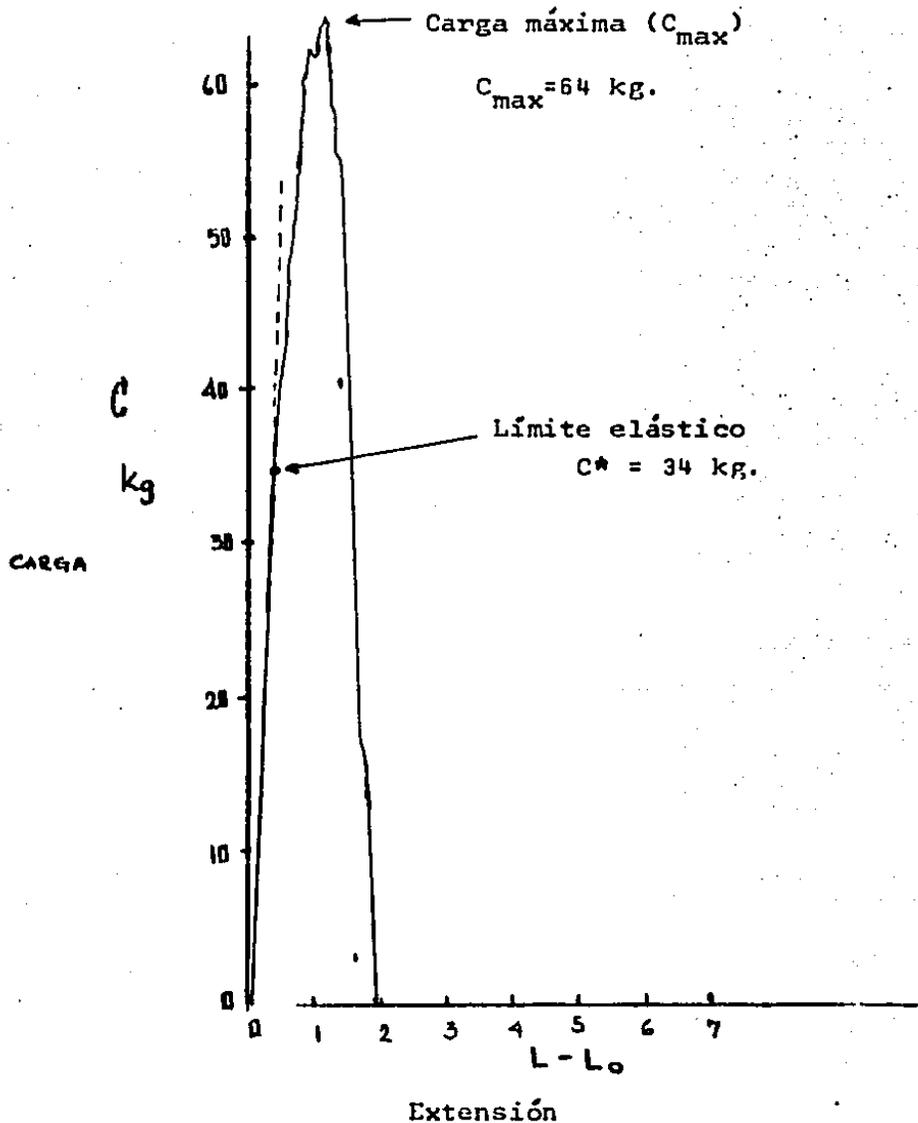


Fig. 7 Gráfica típica de una prueba de resistencia a la tensión, tomada directamente de la graficadora de la máquina de pruebas INSTRON II25, mostrando los límites de cedencia por ruptura (C_{max}) y el límite elástico (C^*)

$$\begin{aligned}
 C_{\max} &= 64 \text{ kg} \\
 C^* &= 34 \text{ Kg} \\
 L^* &= 0.55 \text{ cm}
 \end{aligned}$$

Además los siguientes parámetros :

$$\begin{aligned}
 \text{Longitud de probeta } (L_0) &: 12.7 \text{ cm} \\
 \text{Sección Transversal } (A) &: 1.92 \text{ cm}^2 = (1.92 \times 1) \text{ cm}^2 \\
 \text{Velocidad de carta } (V_c) &: 2 \text{ mm/min} \\
 \text{" " cabezal } (V_k) &: 3 \text{ mm/min} \\
 \text{Factor de proporción } (P_f) &: 1
 \end{aligned}$$

Al sustituir estos datos en las ecuaciones para ∇ y E (Ec. 11 y 26) se obtiene.

$$\nabla = \frac{64}{1.92} = 33.33 \text{ kg/cm}^2$$

$$E = \frac{34 (10) (1) (12.7)}{(1.92) (0.55)} = 4089.01 \text{ kg/cm}^2$$

$$\epsilon = \frac{\nabla^*}{E}$$

$$\epsilon = \frac{34/1.92}{4089.01} = 4.33 \times 10^{-3}$$

F.

TENSION SUPERFICIAL Y MOJADO

En este estudio se han seleccionado dos métodos, para determinar el valor de tensión superficial (γ_L), y ángulo de contacto entre la intercara de resina/fibra, estos son: Levantamiento de una película cilíndrica del líquido, o método del arillo (LA), y el método de la gota estática sobre un sustrato (G.E), ambos métodos detallados en el apéndice "E".

En equipo usado normalmente en el método L.A., es un tensiómetro de Dunoy (16), (18). En este estudio se sustituyó dicho aparato por una máquina de pruebas INSTRON, Mod. 1125 con una celda de carga de 500 gr. Con esta máquina pudo calibrarse el arillo utilizado, con mucho mayor exactitud.

Además, esta innovación aunque simple no se ha visto reportada en la literatura dando valores muy regulares y reproducibles de γ_L .

Este método (L.A.) sólo permite, la determinación de γ_L . Los parámetros utilizados en la medición de γ_L por este método son:

a) Velocidad del cabezal	2mm/min
b) Velocidad de carta	20mm/min
c) Temperatura de líquido	18.5°C ± 1/2°C
d) Concentración de Solvente en las soluciones de resina	de 0% a 100%

Arillo de medición :

a) Altura de soporte	100.0 mm
b) Radio exterior (R)	15.95 mm
c) Radio alambre (r)	0.375 mm
d) Relación R/r	42.533
e) Aleación	Ni/C ^o
f) Precisión en el registro	0.1 gr

La velocidad de cabezal fué también seleccionada, en base a la velocidad de izamiento, recomendada cuando se usa el tensiómetro de Dunoy. (16), (18)

La determinación de ángulo de contacto (ϕ), entre la solución de resina y la intercara con el sustrato fibroso, fue medida en forma directa, mediante un dispositivo de lentes que proyecta la silueta del contacto (27). Mediante este método (G.E) es también determinable un valor indirecto de γ_L con la expresión de Porter (19) (Ver detalles en apéndice "E"). (21).

4. RESULTADOS Y DISCUSION

En este capítulo se muestran los resultados y la interpretación de estos. Los resultados se analizan de la siguiente manera.:

A. Variables de proceso y propiedades fisicomecánicas

A1. Aplicación del principio de superposición Tiempo/ Temperatura/Propiedad.

B. Trabajo de adhesión.

C. Morfología de materiales compuestos.

A continuación se analizan los anteriores puntos.

A. VARIABLES DE PROCESO Y PROPIEDADES FISICOMECAICAS

Como se menciona en el diagrama experimental (Apendice B), se prepararon cuatro tipos de tableros con las denominaciones: M1, M2, M3 y M4. En cada uno de estos, se investigó la influencia de las variables de proceso y de formulación, en las propiedades finales. Estos són:

- M1. Este tipo de materiales corresponde a tableros de fibras cortas (con finos) dispuestas al azar. En esta forma, se simulan condiciones industriales de proceso. Los tipos siguientes tienen por objeto, estudiar el tipo de fibra y orientación de esta. (Ver Cap. 3A)
- M2. Tableros de fibras largas (continuas) dispuestas paralelamente al eje de carga. (sin finos)
- M3. Tablero de fibras cortas dispuestas paralelamente. (sin finos)
- M4. Tablero de fibras cortas dispuestas al azar. (sin finos)

NOTA: Un listado de propiedades fisicomecánicas de estos materiales fibrosos, se reporta en un trabajo anterior a éste (38), en el cual se determinaron entre otras propiedades: Módulo a la flexión, extracción de clavo y de tornillo (canto y cara) inflamabilidad, tensión perpendicular a las caras, etc.

MATERIALES M1.

La fibra usada en este tipo de tableros, corresponde a la fibra obtenida directamente de un proceso de molienda y separación parcial de finos. Estas condiciones simulan a las empleadas industrialmente, al tratar partículas celulósicas (3)(6)(7).

En la tabla 4 se presentan los resultados obtenidos, y representan valores promedio de 5 probetas cada uno. Además, se estudia el efecto de la concentración de resina en la resistencia ∇ y el módulo elástico E, para los tres tiempos de moldeo (ver figuras 8 y 9).

La resistencia a la tensión, hasta el punto de ruptura (∇), se incrementó a tiempos cortos de proceso (15 min). y se observó que para este tiempo, aumentó con la concentración de resina, hasta alcanzar un valor de 48 kg/cm^2 , esto es a la mayor concentración de resina utilizada (40 %). Al incrementarse el tiempo de proceso, la resistencia decrece hasta valores tan bajos como 28 kg/cm^2 . Esta conducta se atribuye al incremento de fisuras internas en el material, provocadas por la retención forzada de vapor de agua. Esta agua es proveniente del solvente y la reacción química de condensación, al polimerizar la resina. El vapor formado en el interior del tablero en proceso, debe eliminarse rápidamente, ya que la aplicación térmica prolongada, propicia cada vez mayor cantidad de vapor, que genera más microfisuras internas, que reducen la resistencia.

Se observó que, aplicaciones de calor por tiempos cortos, favorecen más la resistencia interna del material, aumentando ∇ .

El módulo elástico E, se incrementó con el tiempo de polimerización, y la concentración de resina, observándose que es anormal el hecho de que el módulo elástico se incrementa si la resistencia a la tensión disminuye. Esto es debido a la rigidez de la capa superficial de polímero, causada por el entrecruzamiento excesivo de las moléculas del termofijo (28), ya que la superficie está expuesta a

V	\bar{V} $\pm 2.2 \text{ kg/cm}^2$	E $\pm 6.6\%$	T °C	%R	t min.	
V1	48.37	7539.57	120	40	15	
V2	39.00	8246.12	"	"	25	
V3	28.78	10065.92	"	"	35	
V4	36.35	6636.03	"	20	15	
V5	38.54	7554.00	"	"	25	
V6	41.08	7902.57	"	"	35	
V7	45.02	6922.61	"	30	15	
V8	35.73	7411.16	"	"	25	
V9	29.98	8864.50	"	"	35	
V10	25.14	3972.00	100	"	15	
V11	22.94	3492.20	"	"	25	
V12	26.80	5466.42	"	"	35	
V7=	V13	45.02	6922.61	120	"	15
V8=	V14	35.73	7411.16	"	"	25
V9=	V15	29.98	8864.50	"	"	35
V16	41.52	9100.23	140	"	15	
V17	38.50	9204.43	"	"	25	
V18	30.31	9800.16	"	"	35	
V5"	33.87	5761.22	120	25	20	
V10"	36.03	3488.60	"	"	20	

} ver apén-
dice B2

- V_i clave del material
V resistencia a la tensión paralela a las caras y hasta el punto de ruptura. kg/cm^2
E módulo elástico a la tensión. (valores promedio) kg/cm^2
T temperatura de proceso. °C
%R % en peso de resina.
t tiempo de proceso bajo presión. min.

TABLA 4

LISTA DE RESULTADOS DE PRUEBAS FISICAS
SOBRE 18 FORMULACIONES Y PROCESOS DIFERENTES
PARA LA FABRICACION DE TABLERO AGLOMERADO
USANDO FIBRA DE CAÑA Y RESINA DE UREA FORMALDEHIDO
(MATERIALES M1).

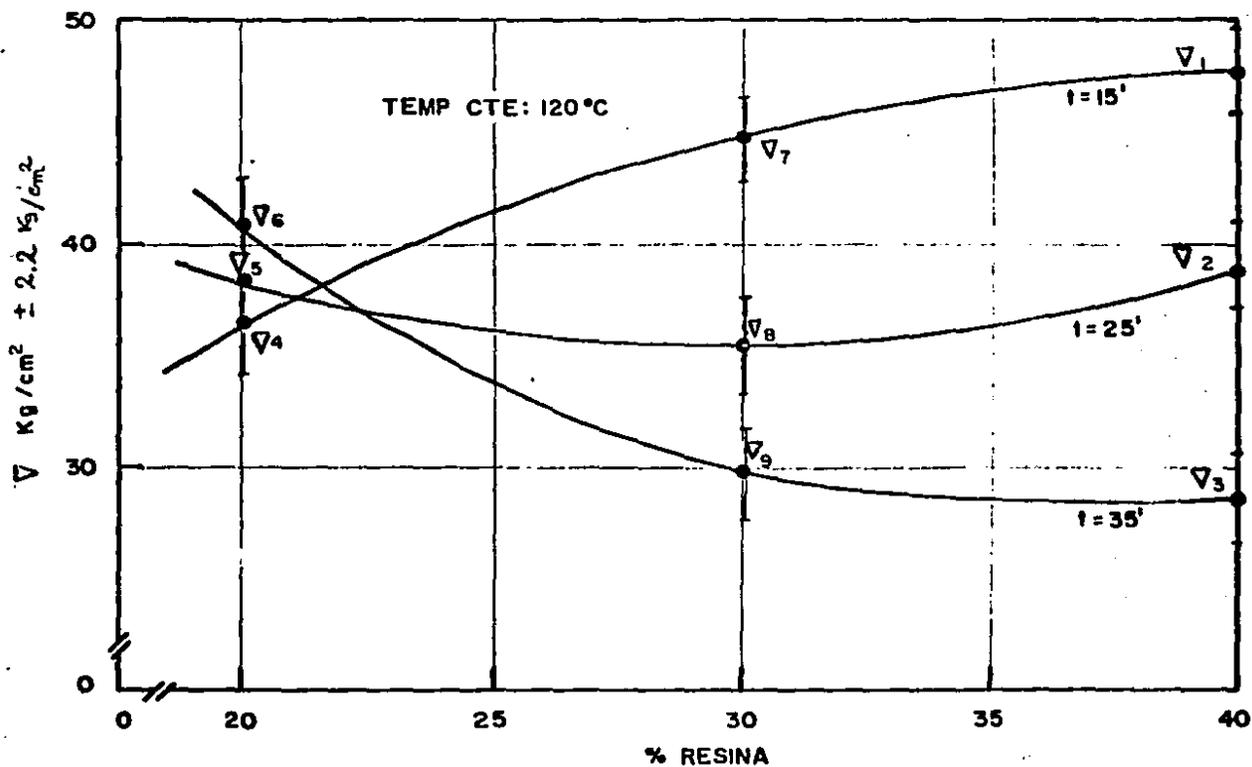


Fig. 8 EFECTO DE LA CONCENTRACION DE RESINA EN LA RESISTENCIA A LA TENSION HASTA EL PUNTO DE RUPTURA, PARA DIFERENTES TIEMPOS DE PROCESADO

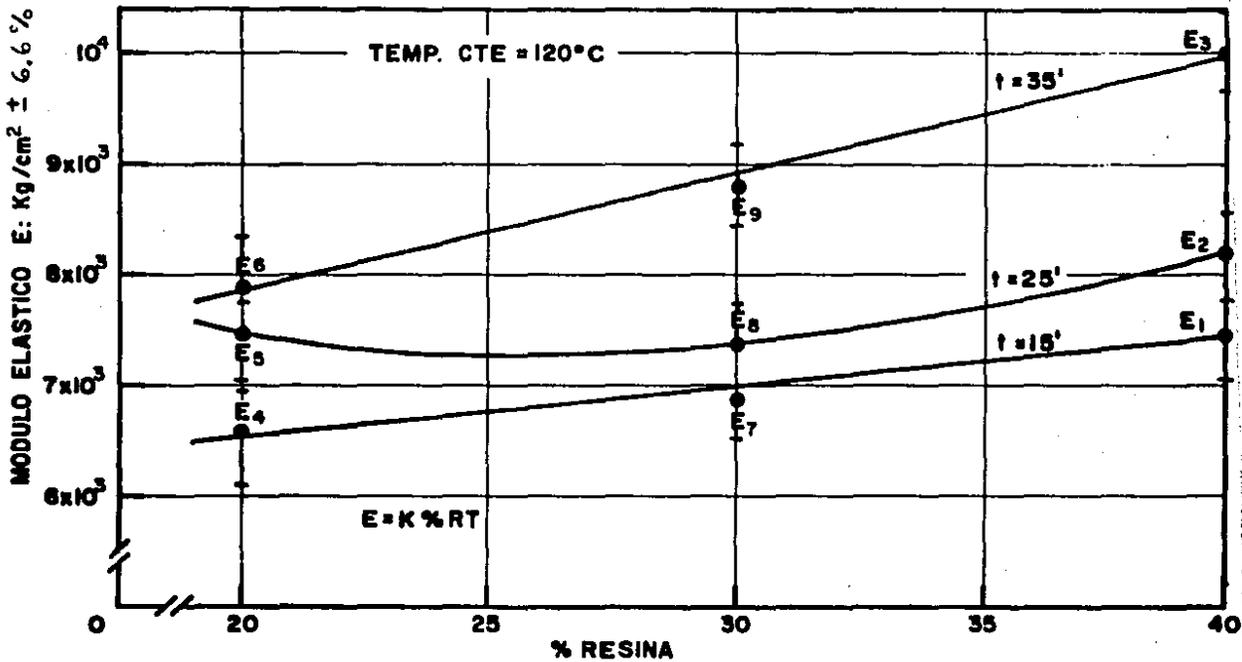


Fig. 9 EFECTO DE LA CONCENTRACION DE RESINA EN EL MODULO ELASTICO A TENSION A DIFERENTES TIEMPOS DE PROCESO

mayor temperatura.

(Ref. 26 cap. 2)

De esta manera al aumentar el grado de polimerización por entrecruzamiento molecular ,aumenta también la rigidez y el módulo elástico del material.Sin embargo, como se mencionó anteriormente,un calentamiento prolongado provoca la formación de burbujas de vapor, que actúan como auténticas micro-fisuras que afectan la resistencia del material. Así entonces, el material mejor logrado desde el punto de vista fisicomecánico y polimerización eficiente, es aquél moldeado durante 15 minutos a temperaturas intermedias (120 °C)

En la figura 10 y 11 , se observa el comportamiento fisicomecánico de estos materiales cuando permanece constante el % de resina incorporada. Se seleccionó un % de resina de 30 %, por representar un valor intermedio y que proporciona una resistencia adecuada (ver fig. 8 y 9).

En la figura 10 se observa el efecto degradativo de la resina al haberse sostenido una temperatura alta (140 °C) durante tiempos largos de proceso(35 min) . Además,es de notarse, que la resistencia del material N°16 (V16), debería haber alcanzado valores más altos que 45 kg/cm², dada la tendencia general de las gráficas. Por lo que se considera un experimento con deficiencias de control y no contabilizable. Al eliminar este experimento, la tendencia de los demás sigue siendo correcta, o sea , que la resistencia del material disminuye con tiempos y temperaturas altas (> 15 min. y > 120 °C).

La figura 11,muestra las isotermas para la variación del módulo elástico con el tiempo de procesamiento.Se observa que los valores del módulo elástico aumentan sensiblemente con la temperatura,obteniendose el efecto de entrecruzamiento químico, provocado en la resina (discutido anteriormente).No obstante es deseable que el módulo elástico del material sea alto,por lo que,procurando liberar rapidamente el vapor generado, la resistencia ∇ y el módulo elástico E se favorecerían. .

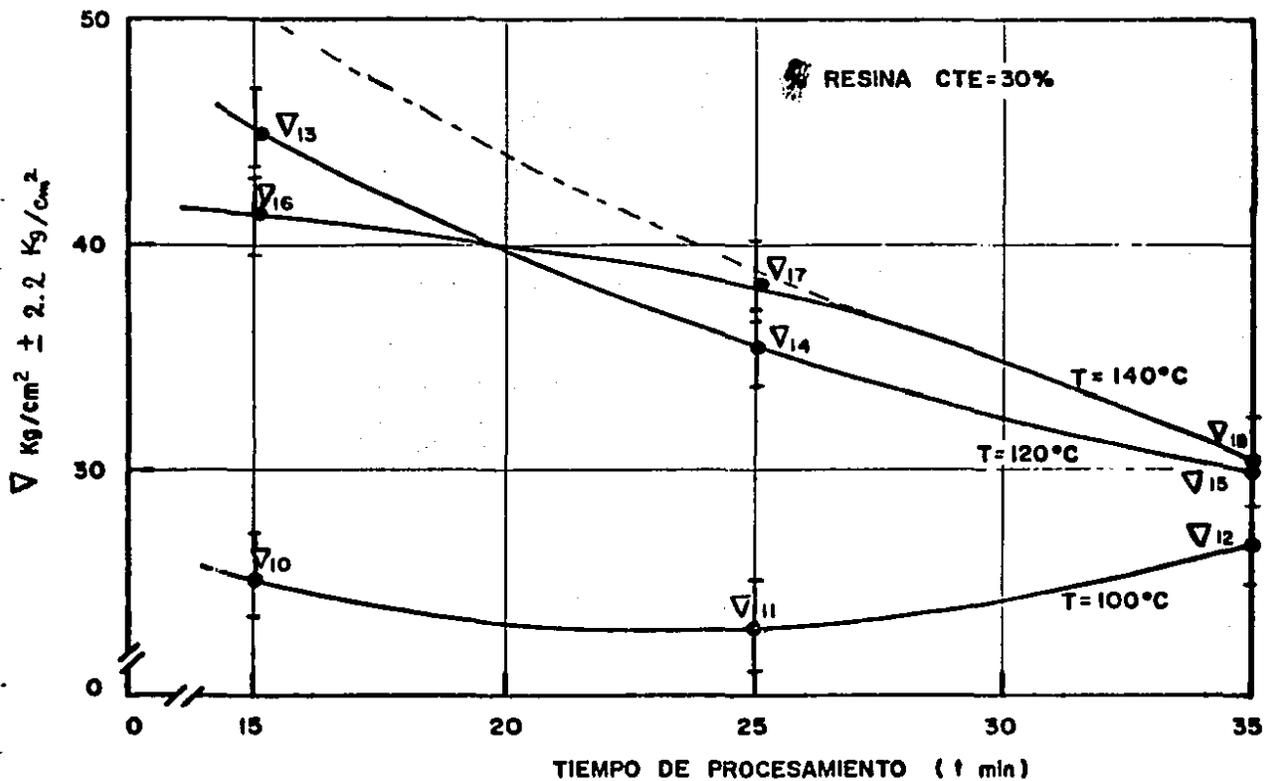


Fig. 10 EFECTO DEL TIEMPO Y TEMPERATURA DE PROCESO EN LA RESISTENCIA A LA TENSION (V) HASTA EL PUNTO DE RUPTURA

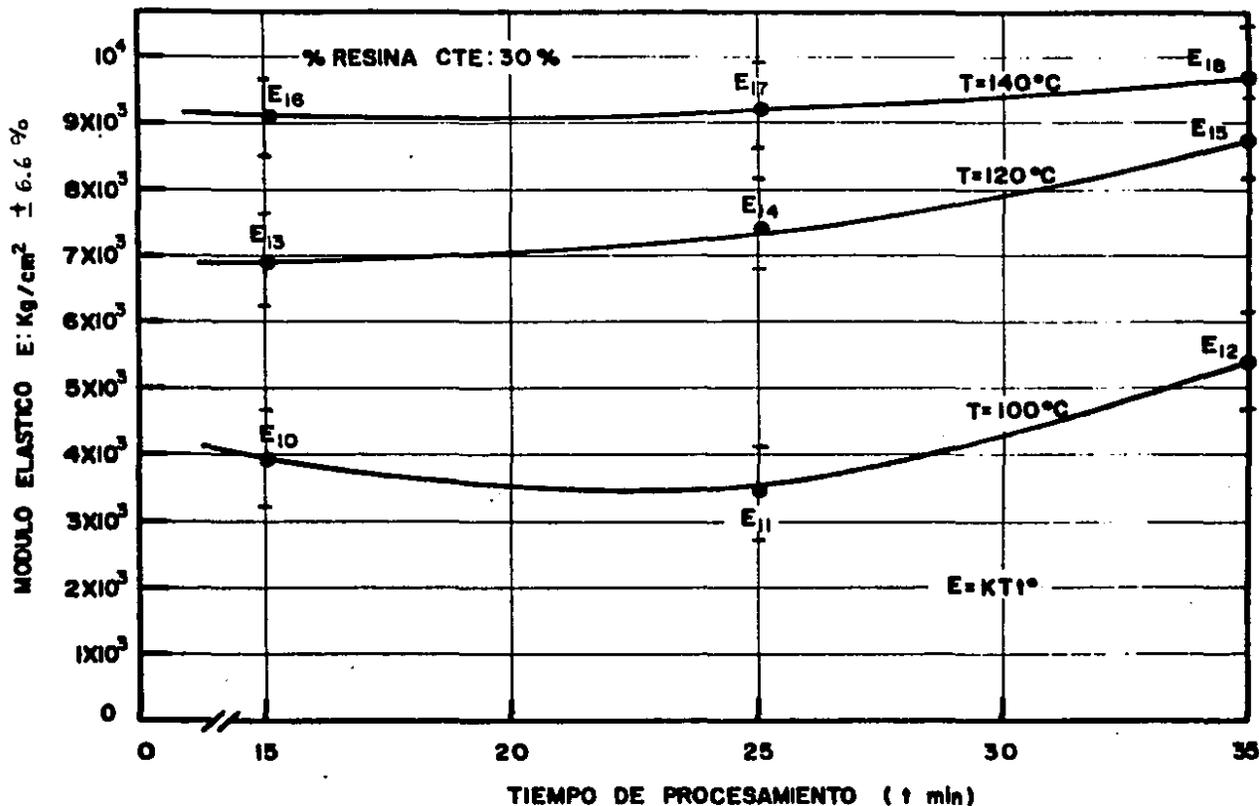


Fig. 11 EFECTO DEL TIEMPO DE PROCESO EN EL MODULO ELASTICO A LA TENSION Y LA TEMPERATURA

NOTA : Dado que solo se realizaron tres experimentos por cada una de las anteriores gráficas, debe considerarse que la línea que los une, solamente es una estimación, dentro del comportamiento general de los puntos promedio (experimentales). Este criterio debe también aplicarse a la curva de superposición de la fig. 13.

A.1 APLICACION DEL PRINCIPIO DE SUPERPOSICION TIEMPO / TEMPERATURA / PROPIEDAD

La información sintetizada en la figura 11, además de mostrar el comportamiento del módulo elástico con la temperatura y el tiempo de proceso, se utilizó para demostrar la aplicabilidad del principio de superposición, tiempo/temperatura/propiedad. Este principio fué sugerido por Leaderman (29), en base a sus estudios de procesos viscoelásticos y desarrollado por Williams, Lander & Ferry (14) además de Tobolsky (25). Ellos observaron la dependencia de estos procesos con el tiempo y la temperatura, además, de la aditividad de los procesos de relajación de esfuerzos, en diversos polímeros.

Aunque en el presente trabajo no se estudió el sistema viscoelásticamente, sí se hizo físico-químicamente investigando la dependencia del tiempo y la temperatura de polimerización de las propiedades mecánicas.

La idea original de obtener un modelo matemático de -- superposición de curvas es de Leaderman (29), aunque a un sistema totalmente diferente al aquí estudiado.

Por lo anterior fué determinado un modelo matemático para este sistema de materiales fibrosos, que resultó muy útil y aplicable, pues permite en una sola expresión matemática, incorporar el tiempo de proceso y la temperatura, logrando una sola curva maestra a partir de las tres isotermas de la figura 11. Esta ecuación paramétrica es graficada, contra el módulo elástico en la figura 13, mostrándose antes algunos otros de los modelos matemáticos en

sayados (figura 12).

La ecuación finalmente obtenida, logrando un buen traslape de las curvas isotermas es :

$$\Omega = \left(\frac{t}{t_0}\right) 10^{k(T/T_0)} \quad \text{Ec.28}$$

Donde :

- Ω : Parámetro tiempo/temperatura del proceso de polimerización del tablero
- t : Tiempo de polimerización (min)
- t_0 : Tiempo mínimo de polimerización (15min)
- T : Temperatura de polimerización ($^{\circ}\text{C}$)
- T_0 : Temperatura mínima de polimerización (100°C)
- k : Constante del Sistema ($k=2.5$)

En el capítulo 2 D de antecedentes, ya fué detallado - el principio de super-posición aquí usado.

La gráfica de superposición tiempo/temperatura/propie dad, indica el valor del módulo elástico que se obtendría a una temperatura y un tiempo pre-seleccionado. Aunque el rango de temperaturas experimentales fué de 100 a 140°C , y el tiempo fué de 15 a 35 min., una extrapolación de estos valores permite predecir que, a 120°C se requiere 50 minutos de proceso, y alcanzar un valor máximo de $E = 9,000$ kg/cm^2 ; a 150°C se requieren 10 minutos, y a 180°C solamente un minuto de procesamiento teórico, para alcanzar semejante propie dad en el módulo elástico. Esta gráfica puede usarse si así

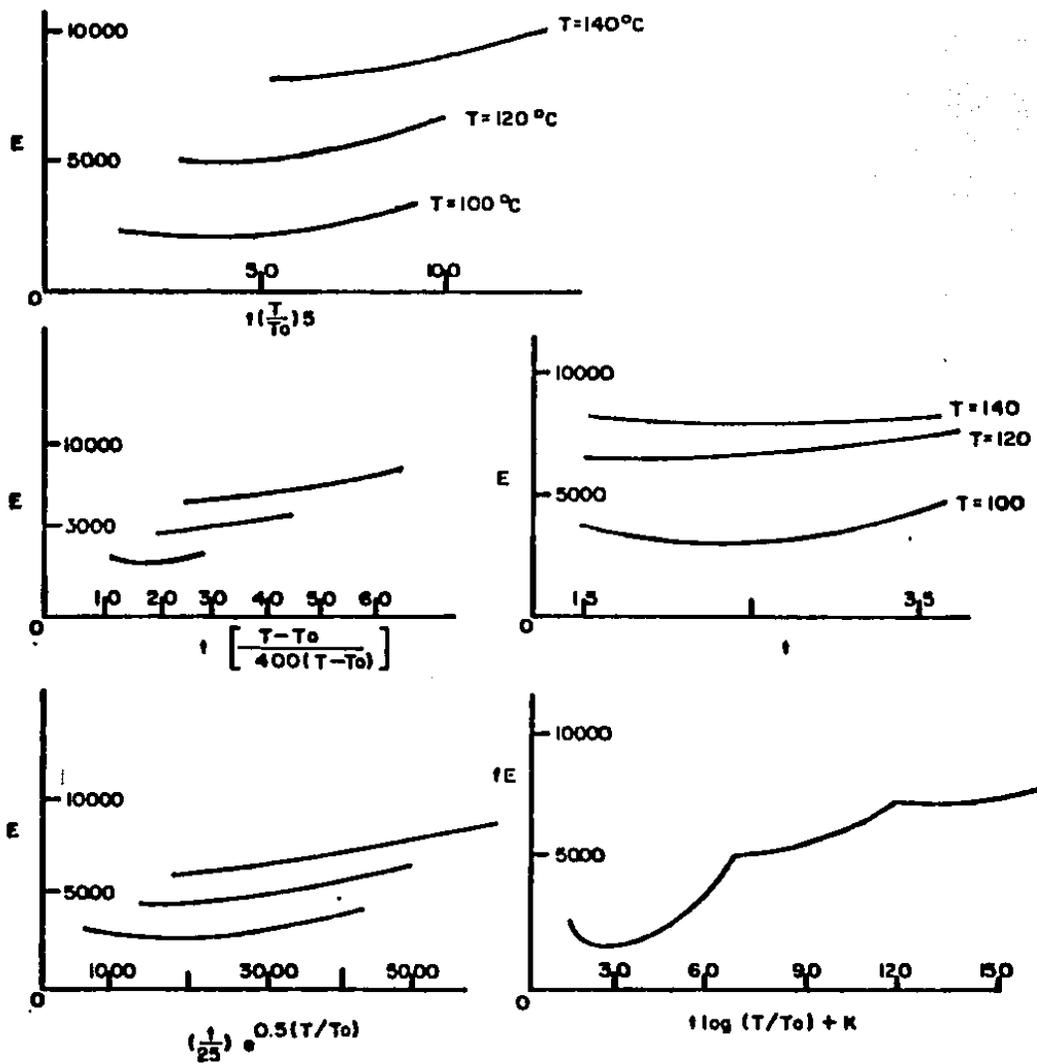


Fig. 12 DIFERENTES MODELOS MATEMATICOS DE SUPERPOSICION $t/T/E$

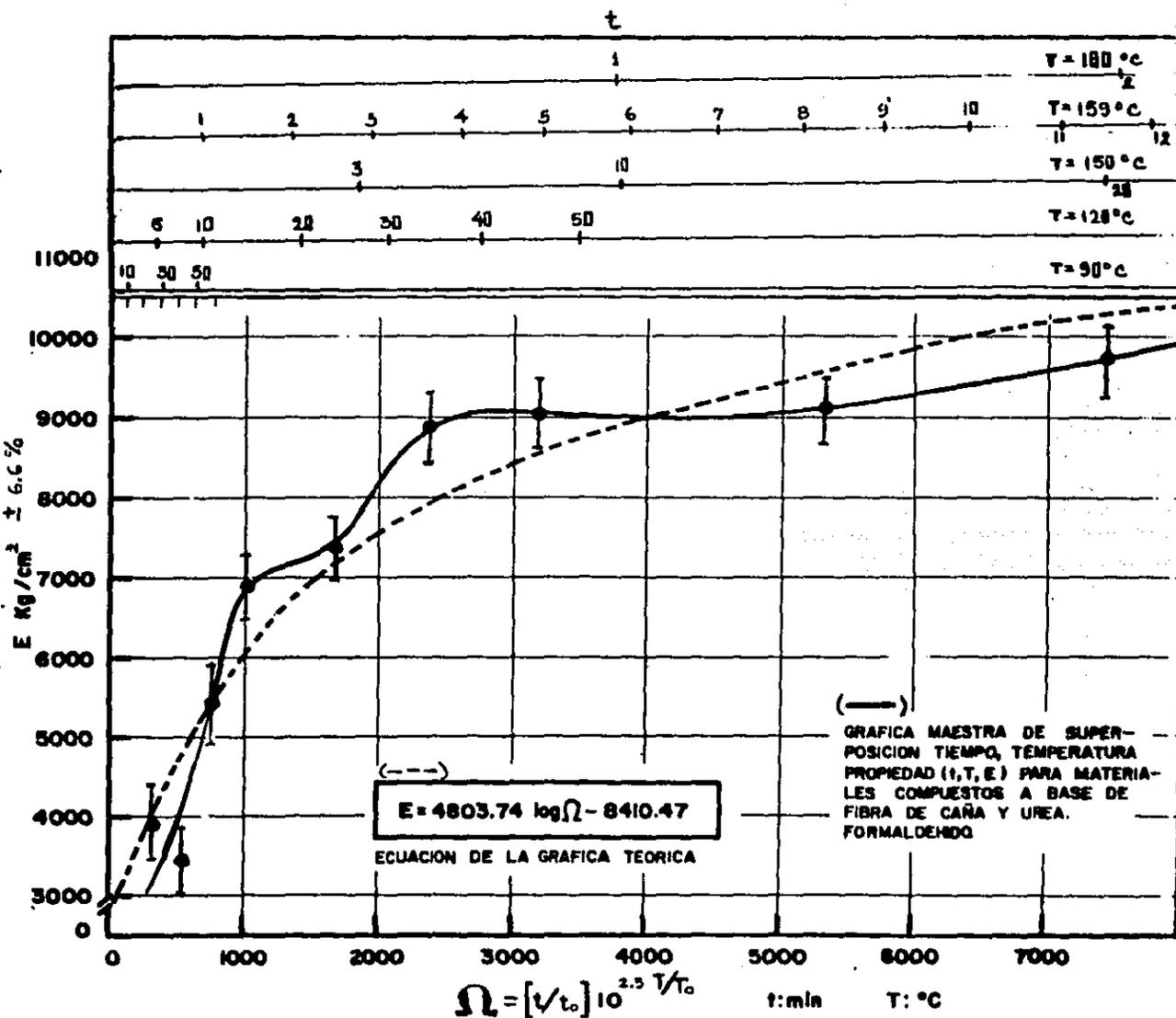


Fig. 13 GRAFICA DE SUPERPOSICION TIEMPO / TEMPERATURA / PROPIEDAD FISICA. (T,t,E)

(Ver nota en la fig. 11)

- * espesor constante. 12.7 mm.
- * % de resina cte. 30 %
- * $t_0 = 15$ min.
- * $T_0 = 100^{\circ}\text{C}$

se requiere, para crear una etapa de proceso continuo en que las alternativas de tiempo de proceso puedan tener un significado en el costo del producto.

La función $\Omega = (t, T)$ (ver figura 13, Ec. 28), esta limitada en cuanto su aplicabilidad, por las siguientes condiciones :

1. Concentración de resina constante
2. Temperaturas de proceso de 90 a 140 °C
3. Tiempos de proceso de 10 a 40 minutos

De la anterior lista ,la observación de mayor importancia resulta ser la concentración de resina, habiéndose destacado su influencia en las gráficas de resistencia y módulo elástico (Figura 8 y 9). Por lo que es sugerible, como una ampliación de este trabajo, obtener curvas paramétricas a diferentes concentraciones de resina, obteniéndose de esta manera una superficie de respuesta, para cuatro variables - $(t, T, E$ y $\%R)$ en este sistema. Por otra parte, cabe decir que el crecimiento exponencial del módulo elástico (E), respecto al tiempo y la temperatura de proceso, son también corroborados por los datos experimentales mostrados en la gráfica 9 y 11.

El tratamiento anterior, sugiere que el uso del principio de superposición tiempo/temperatura de WLF (14), es aplicable y útil al estudio de las variables y su correlación con propiedades mecánicas. No obstante que la función obtenida (Ω) es satisfactoria, para este material fibroso, quedando por probar si dicha ecuación, es extensiva a otros materiales compuestos.

Los resultados de las pruebas fisicomecánicas para estos materiales, aparecen en la figura 14, mostrando la resistencia última a la tensión (V) en función del % de sólidos de resina. Este porcentaje es proporcional a la concentración en peso de la resina usada anteriormente. El porcentaje de sólidos de resina es de 66%, dato que fué corroborado experimentalmente (Ver anéndice D).

Se observa en la figura 14, el incremento de la resistencia del tablero, cuando se colocan fibras largas en forma paralela (Materiales M2). En esas condiciones se tienen valores tan altos como 140 kg/cm^2 , valor que es mayor que los obtenidos en los materiales M1, donde se obtuvo una resistencia máxima a la tensión de 48 kg/cm^2 . La explicación a este incremento de resistencia, es por la transmisión de esfuerzos en forma más directa, de extremo a extremo de la probeta. Son también utilizadas fibras largas en otros materiales estudiados por Halliday (30) (Cu^0/W^0 , Co^0/W^0 , C^0/W^0) en los que también se observa una disminución de la resistencia del 5% en fibras de tamaño menor; en los materiales aquí estudiados, esta disminución es del 30% respecto a las fibras largas y cortas aquí utilizadas. (Ver - fig. 14). Estas diferencias se deben principalmente: A la naturaleza celulósica de la fibra, su inhomogeneidad natural, su disposición y su tamaño dentro del material compuesto.



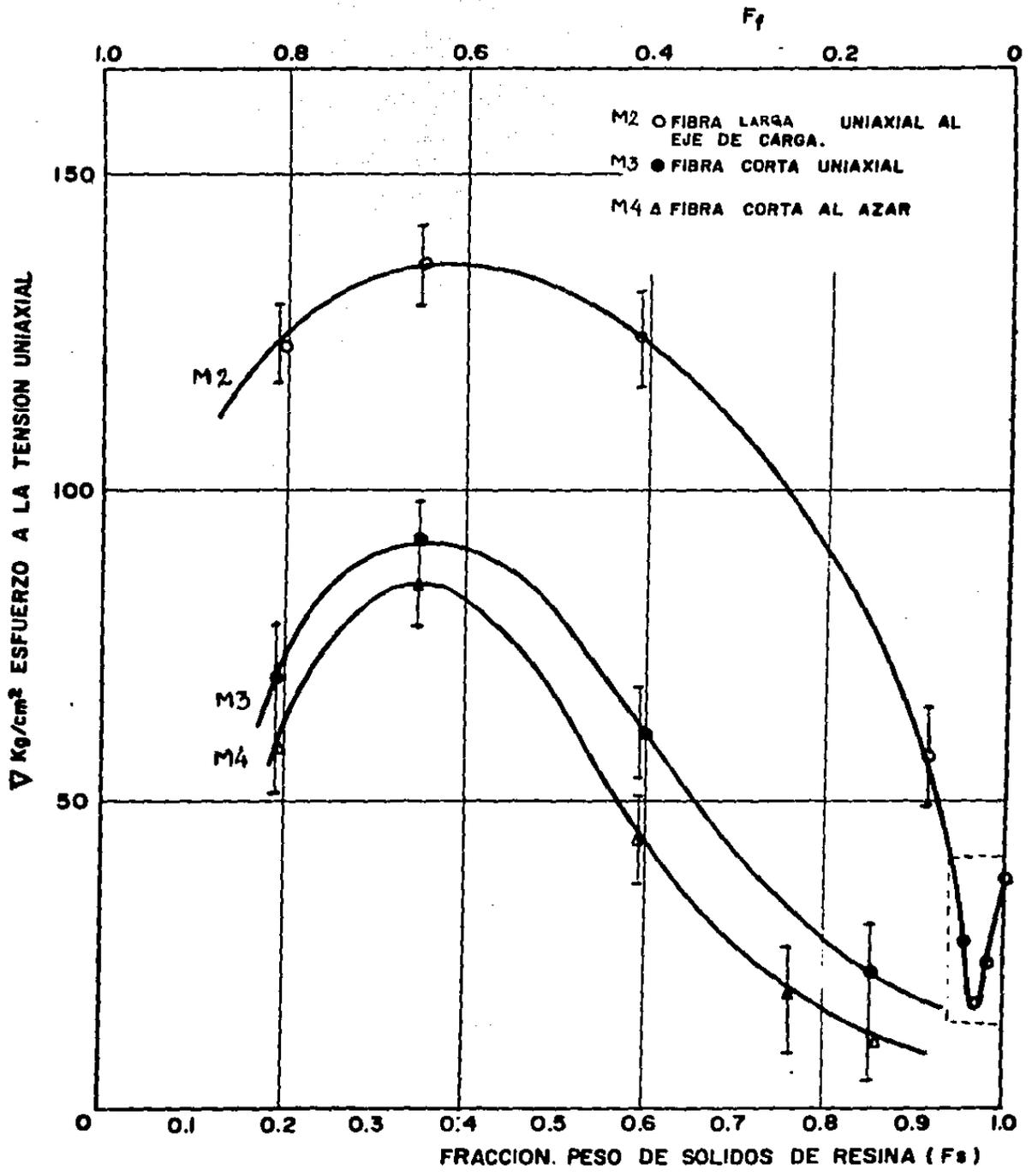


Fig. 14 COMPORTAMIENTO A LA TENSION PARALELA A LAS CARAS DE MATERIALES CON FIBRAS UNIAXIALES Y AL AZAR.

En la misma figura 14, aparece un grupo de materiales (zona punteada, materiales M2), de baja resistencia. Estos fueron preparados sin presión exterior, por poseer un porcentaje muy alto de resina líquida (casi 98%), teniendo serias dificultades para contener la resina en molde al presurizar el sistema. Esta ausencia de presión externa, provocó fallas en el contacto resina-fibra que no se observan en los materiales procesados bajo presión. A esta falla se atribuye el debilitamiento en la interacción fibra-polímero, como se muestran en las microfotografías de la sección 4C.

Otra característica importante de los resultados obtenidos con los materiales M2, M3 y M4, es que poseen un punto común de concentración de fibra y resina (35% sólidos de resina y 65% de fibra)(ver figura 14), donde quedan alineados los puntos máximos de resistencia para los tres materiales. Esta proporción especial entre resina y fibra corresponde a la concentración óptima, para obtener la máxima resistencia a la tensión en estos materiales.

Debido a que no fué posible determinar directamente las propiedades mecánicas de la fibra de caña, dadas sus características de tamaño y fragilidad, fueron determinadas estas en forma indirecta aplicando el principio de regla de mezclas (1) (Ec. 22 y 23), de esta manera se determinaron los valores teóricos de resistencia a la tensión y el módulo elástico de la fibra de caña (V_f y E_f), en términos de los valores de resistencia del material compuesto (V_c y E_c), además del sólido polimérico (V_s y E_s).

Las figuras 15 y 16, muestran la variación de V_c y E_c con respecto al por ciento de sólido de resina en el material. Del valor numérico de la pendiente de cada recta y la sustitución en las ecuaciones 22 y 23 se tiene:

De la figura 15 se tiene :

$$\begin{aligned} \bar{m} &: \text{pendiente } (\Delta y / \Delta x) & \bar{m} &= V_f - V_s \\ \bar{m} &= 210 \text{ kg/cm}^2 & & \text{por lo tanto} \\ V_s &= 37.03 \text{ kg/cm}^2 & V_f &= 210 + 37.03 = 247.03 \\ & & & \text{kg/cm}^2 \end{aligned}$$

De la figura 16 se tiene :

$$\begin{aligned} \bar{m} &= 41,021 \text{ kg/cm}^2 & & \text{por lo tanto} \\ E_s &= 6,550 \text{ kg/cm}^2 & E_f &= 41,021 + 6,550 = 47,571 \text{ kg/cm}^2 \end{aligned}$$

Los anteriores valores obtenidos para la resistencia de la fibra de caña, son bajos respecto a otras fibras naturales como lo reporta Holister(31). Ver tabla 5

En dicha tabla, se comparan las resistencias y módulos elásticos de otras fibras. La fibra de caña, aquí estudiada resulta ser la de propiedades mas bajas, en comparación con el Cñamo, con una resistencia 24.3 veces mayor que la de caña y su módulo elástico es 8 veces mayor.

La estructura microcapilar de la fibra de caña, hace sospechar que los valores obtenidos de V_f y E_f , deben referirse a los de una fibra impregnada por absorción de resina en su estructura capilar. Lo que habrá aumentado su resistencia original. (12)(13)(28)

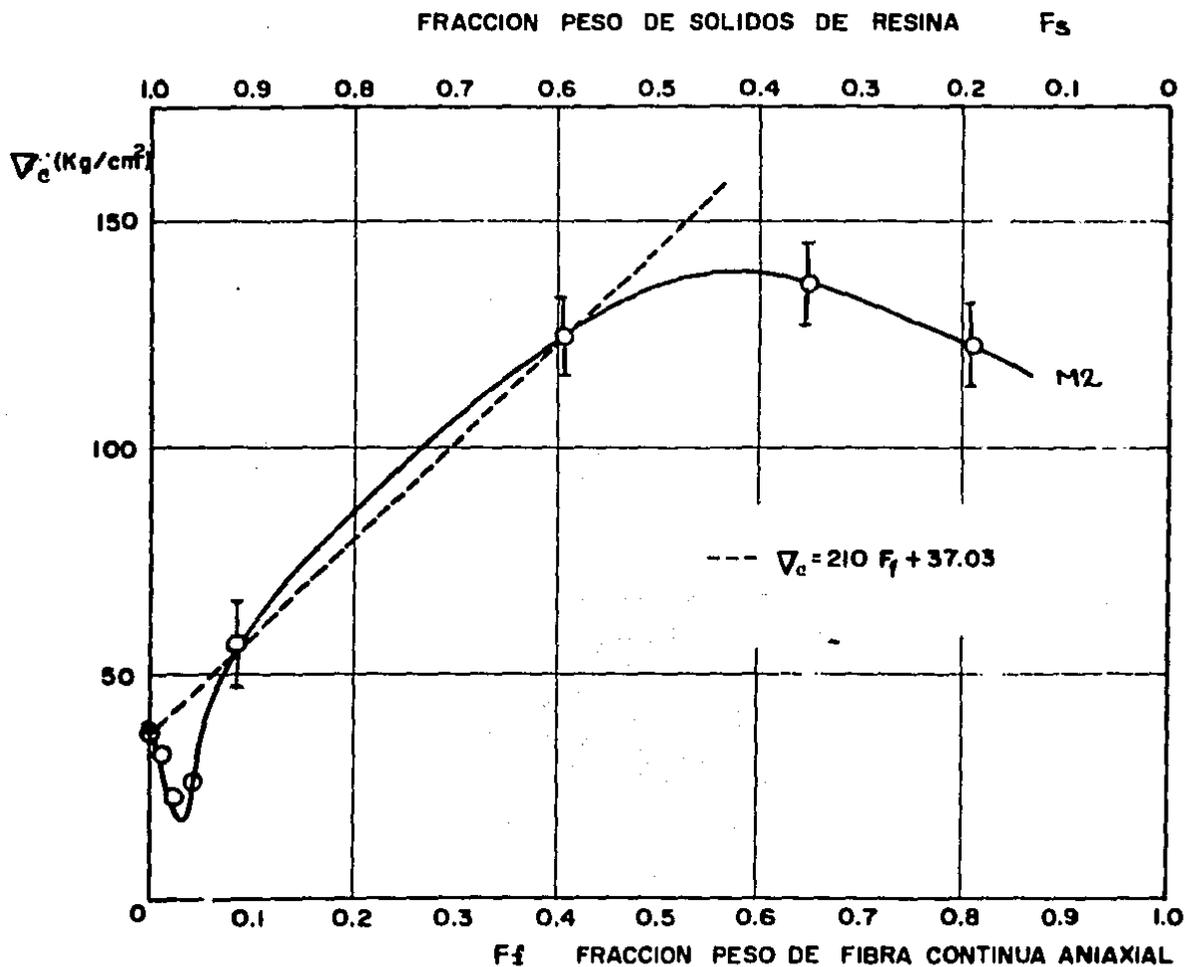


Fig. 15 DETERMINACION DE V_f APLICANDO EL PRINCIPIO DE LA REGLA DE MEZCLAS.

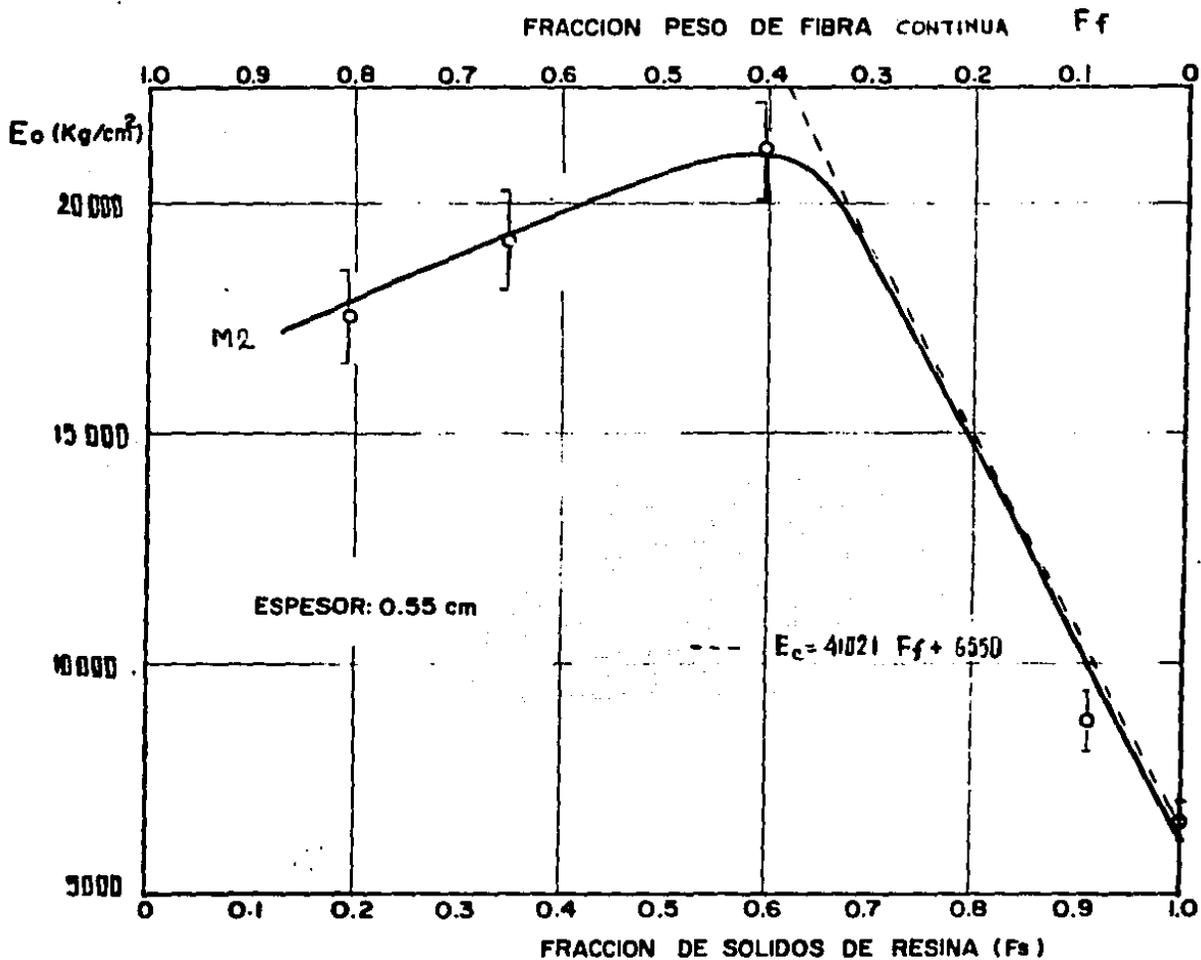


Fig. 16 MODULO ELASTICO PARA MATERIALES CON FIBRAS CONTINUAS (M2) DISPUESTAS EN FORMA PARALELA AL EJE DE CARGA

Tabla 5 Resistencia y módulo elástico de varias fibras naturales (31)

FIBRA	∇ kg/cm ²	E kg/cm ²
Cáñamo secado al aire	6000	0.38 x 10 ⁶
Ramio. Variedad del Henequen	5000	0.34 x 10 ⁶
Fibra de madera	6000	0.49 x 10 ⁶
Viscosa ordinaria	844	0.056 x 10 ⁶
Nitrato de celulosa	492	0.021 x 10 ⁶
Fibra de caña impregnada de resina UF (*)	247	0.047 x 10 ⁶

(*) Fibra utilizada en este trabajo

Al establecerse las ecuaciones para el uso de la regla de mezclas (Ec. 22 y 23), se hizo una simplificación consistente en considerar un estado de isodeformación de componentes en los materiales sometidos a tensión, esto es :

$$\epsilon_c = \epsilon_s = \epsilon_f$$

Ahora, aplicando la Ley de Hooke ($E = \sigma/\epsilon$) y los valores obtenidos de E para los componentes del material, se observa que la proporción que guardan los módulos elásticos (Ver tabla 6), sería la misma que guardarían las resistencias (σ), si se considerase un estado de isodeformación, en cada componente, así se tendría :

$$\sigma_c = E_c \epsilon_c$$

$$\sigma_f = E_f \epsilon_f$$

$$\sigma_s = E_s \epsilon_s$$

Donde :

$$\epsilon_c = \epsilon_s = \epsilon_f$$

Esta proporcionalidad da paso a explicar el mecanismo de ruptura del material compuesto, considerando que este, primeramente falla por la matriz polimérica dada su baja resistencia, y finalmente la ruptura de las fibras, lo que es consistente con las observaciones experimentales.

Este mecanismo de ruptura es justificado además, si se ve el bajo valor de resistencia del polímero (37.03 kg/cm^2) que actúa formando la interfase adhesiva. Proponiéndose, que lo que da resistencia al tablero es la acción conjunta de la presión y temperatura de moldeo, favoreciendo el entrecruzamiento químico del polímero y la alta compactación alcanzada de la masa fibrosa.

Tabla 6 Relación de valores de ∇ y E del material compuesto y de los componentes aislados .

MATERIAL :	E kg/cm ²	∇ kg/cm ²
MATRIZ POLIMEPICA	6550	37.08
MATERIAL COMPUESTO	21500	140.00
FIBRA DE CAÑA	47571	247.08

B. TRABAJO DE ADHESION

La determinación del trabajo de adhesión (W_a) entre la fibra de caña y la solución de resina, requirió de la determinación del ángulo de contacto interfasial (θ) y la tensión superficial (δ_L). Los anteriores valores fueron utilizados para determinar el punto de máxima adhesión del sistema. Se calculó el trabajo de adhesión en función de la concentración del solvente (f_a), la ecuación utilizada, fué la siguiente:

$$W_a = \delta_L (1 + \cos \theta) \quad \text{Ec. 1}$$

Anteriormente explicada en el capítulo 2B.

Se seleccionaron dos métodos para la determinación de δ_L (descritos en el apéndice "C"), obteniéndose los siguientes resultados :

a). Método del Levantamiento del Arillo (L.A.)

Este es un método directo, para determinar δ_L , y ofrece valores más precisos, pues las variables del sistema son mayormente controladas. Los resultados obtenidos por este método con soluciones de resina de uréa formaldehído, se muestran en la tabla 7 y en la figura 17.

b). Método de la Gota Estática (G.E.). Este segundo método es indirecto y los resultados se muestran en la tabla 8 y en la figura 18.

Se observó que δ_L por ambos métodos tiene un decaimiento exponencial-respecto a f_a . no obstante esta semejanza, los valores de δ_L en cada caso, - no son comparables, como era deseable; en el primer método (L.A.), el arillo metálico de medición, es el único elemento que tiene contacto con la resina al ejercer la tensión correspondiente para formar la película cilíndrica del líquido (ver apéndice "C"), siendo este arillo un medio no poroso ni higroscópico como la fibra de caña, que se utiliza en el segundo método. Dichas características de la textura en contacto, afectan la medición de δ_L , además de la diferencia entre energías de superficie en cada sustrato. No obstante, este método de la gota estática, sirve para determinar el valor del ángulo de contacto interfasial, entre fibra y resina. Esta medición se hizo además, sobre la textura exterior e interior de la fibra utilizada. Los resultados de θ contra f_a aparecen en la tabla 9 y la figura 21.

Es deseable que el valor del ángulo de contacto θ , sea el característico del sistema estudiado (fibra/resina/solvente) y no el de una superficie metálica, ajena al sistema. Por lo tanto para calcular el valor del trabajo de adhesión, se tomó el valor de θ obtenido por el método G.E.

TABLA 7. Valores de γ_L (método L.A.) en función de la concentración de solvente en la resina

m gr	f_a	$\gamma_L \frac{dn}{cm}$
1.7879	0.00	84.438
1.579	0.04	74.608
1.575	0.053	74.363
1.565	0.089	73.914
1.546	0.250	73.030
1.539	0.364	72.708
1.534	0.488	73.460

m: Tensión ejercida sobre el arillo al levantarlo (ver apéndice "C")

f_a : Concentración de solvente = gr agua / gr resina

m : Tensión o fuerza del izamiento del arillo (gr)

γ_L : Tensión superficial del líquido

θ : Angulo de contacto entre fibra y resina

W_a : Trabajo de adhesión (ecuación 2) erg/cm²

TABLA 8 Determinación de γ y θ por el método de la Gota Estática (GE) en soluciones de resina de Uréa Formaldehído, en fibra de - caña.

FIBRA EXTERIOR

f_a	h : cm	r : cm	ρ :gr/cm ³	δ_L^* : $\frac{dn^*}{cm}$	θ
0.0	0.36	0.4364	1.292	82.047	77.5
0.0	0.36	0.4867	1.292	82.047	73.5
0.07	0.258	0.4888	1.271	41.455	65.2
0.07	0.254	0.4888	1.271	40.180	65.2
0.17	0.208	0.4825	1.244	26.372	58.0
0.17	0.208	0.4825	1.244	26.372	58.0
0.24	0.183	0.4570	1.227	20.135	45.5
0.24	0.170	0.4550	1.227	17.376	42.0

Concentración de Solvente en Resina	Altura de La Gota	Radio de la Gota	Densidad de solución	Tensión Superficial	Angulo de Contacto
-------------------------------------	-------------------	------------------	----------------------	---------------------	--------------------

FIBRA INTERIOR

0.0	0.2828	0.353	1.292	50.660	62.5
0.0	0.2827	0.3806	1.292	52.146	62.0
0.07	0.2080	0.6615	1.271	26.944	53.0
0.07	0.2080	0.5930	1.271	26.944	52.0
0.17	0.1497	0.5720	1.244	13.660	35.0
0.17	0.1580	0.5720	1.244	15.217	40.0
0.24	0.1165	0.5300	1.227	8.16	28.5
0.24	0.1165	0.5396	1.227	8.16	28.0

$$* \frac{dn}{cm} = \frac{dn_a}{cm}$$

**TABLA 9. Relación de Valores de θ obtenidos mediante el método G.E.
(Ver nota en la parte inferior)**

FIBRA INTERIOR			FIBRA EXTERIOR			
Cos θ	θ °	$W_a: \frac{\text{erg}}{\text{cm}^2}$	Cos θ	θ	$W_a: \text{erg/cm}^2$	f_a
0.4510	63.2	122.52	0.2519	75.4	105.70	0.00
0.5405	57.3	114.93	0.3341	70.48	99.53	0.04
0.5684	55.36	116.63	0.3603	68.88	101.15	0.053
0.6422	50.04	121.38	0.4314	64.44	105.80	0.089
0.8967	26.30	138.51	0.7124	44.56	125.05	0.250
0.9864	9.46	144.42	0.8615	30.5	135.34	0.364
0.9879	8.92	144.04	0.9649	15.2	143.38	0.488

Nota* Los valores de trabajo de adhesión, fueron calculados con la ecuación 2, tomando valores de γ_L de la tabla 7 y los valores de θ aquí enlistados. (ver figuras 21 y 22).

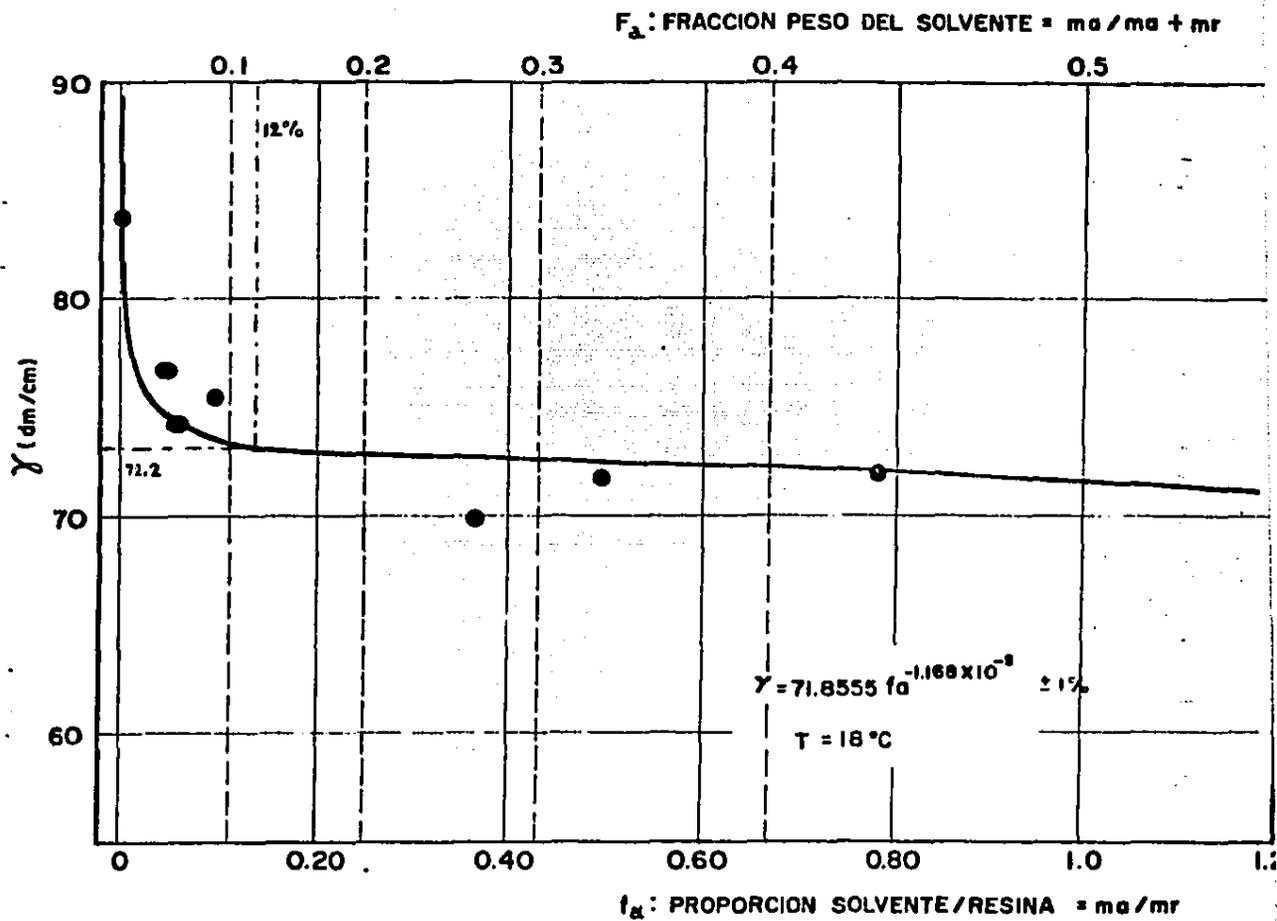


Fig. 17 EFECTO DE LA CONCENTRACION DE AGUA SOBRE γ EN LA RESINA UF METODO: LEVANTAMIENTO DE ARILLO (L.A.)

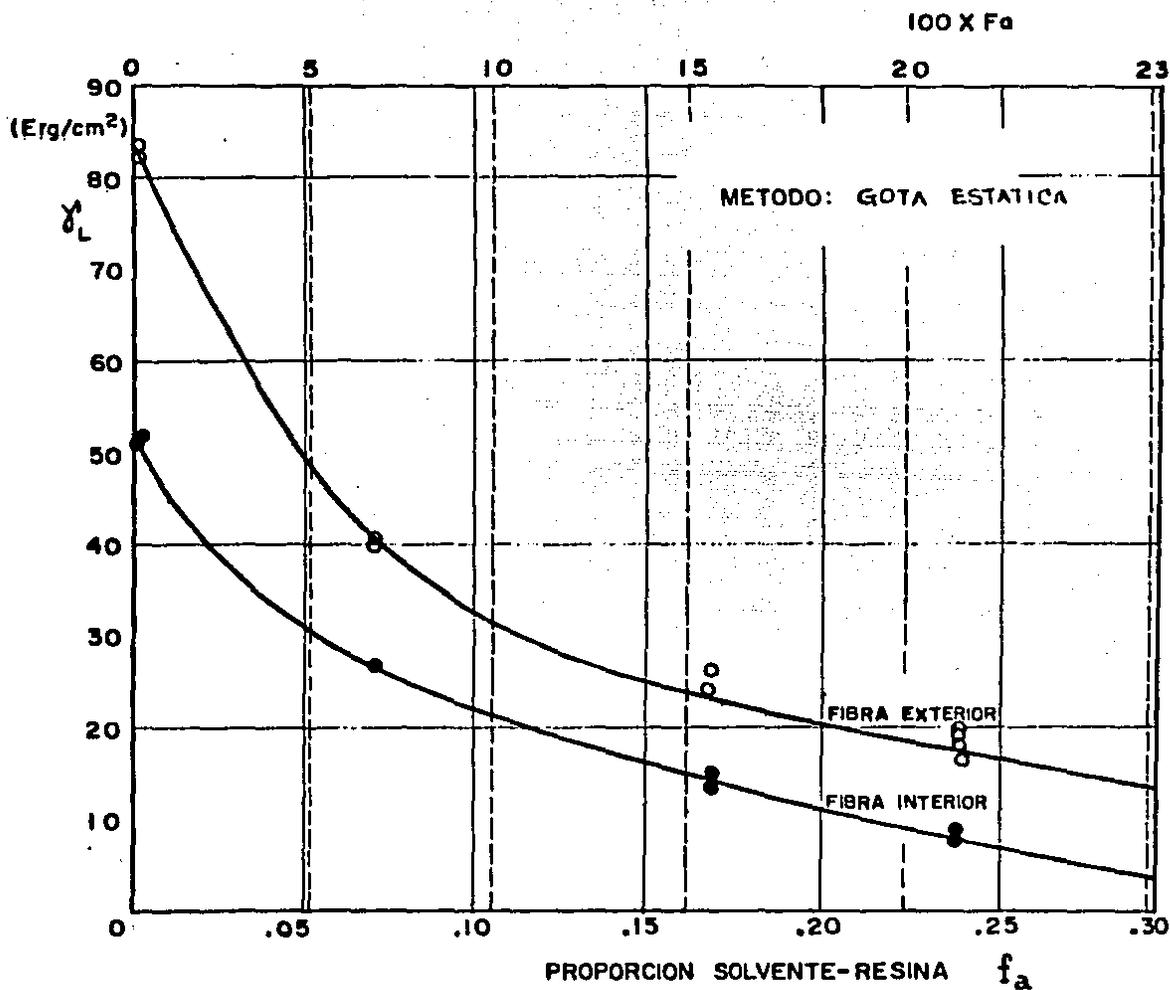


Fig. 18 EFECTO DE LA CONCENTRACION DE SOLVENTE EN EL VALOR DE γ_L

Dicha determinación de θ se realizó sobre las dos texturas de fibra de caña anteriormente descritas, observándose que la fibra exterior o resinosa - presenta menor ángulo de mojado que la interior, cuya superficie es menos compacta. Se tomaron ángulos de contacto "instantáneos" de 1 a 10 segundos en - que la lectura de θ no varió, y de esta manera se tuvo una lectura precisa, - es decir antes de que los fenómenos de adsorción y absorción de resina se pre - sentarían, dada la capilaridad de la fibra, así como el efecto de saturación - capilar sobre la superficie.

Por otra parte, al comparar los métodos de determinación de γ_L , se - observó lo siguiente: la caída del valor de tensión superficial, tiende a es - tabilizarse a partir de una dilución de la resina de 10%, valor que sostiene con poca variación hasta diluciones mayores del 80%. Este valor de γ_L es - alrededor de 72 dn/cm, y el descenso significó una pérdida del 15% del valor original de γ_L (84.4 dn/cm). (ver fig. 17).

La determinación de la variación de γ_L por el método indirecto de la - gota estática (ver fig. 18), presenta valores totalmente descendentes, de lo que se esperaría de un sistema acuoso, que en dilución infinita debiese de - ofrecer el valor numérico de la tensión superficial del solvente puro. Valores tan bajos como 10 dn/cm están totalmente fuera de interpretación, pues el va - lor reportado para γ_L del solvente puro (H_2O) a 18.5°C es de 72.83 dn/cm (16) (32).

Puede decirse que la determinación de γ_L por el método de la gota está - tica no es recomendable. Utilizando en cálculos posteriores, los datos obte - nidos por el método del levantamiento del arillo.

La tensión superficial de una solución es una propiedad intensiva de un sistema, y en este caso la solución en estudio que es un sistema heterogé - neo de componentes, que dista mucho de ser una solución ideal como las repor - tadas por Zisman (24), Huntsberger (33), Harkins (18) para γ_L . La solución estudiada, es un pre-polímero de Urea Formaldehído en medio básico - acuoso, con partículas del polímero en suspensión.

De aquí la importancia de determinar el trabajo de adhesión del siste - ma, ya que es un término de la ecuación 8, que permite calcular la resisten - cia teórica del tablero aglomerado.

El efecto de la dilución de la resina sobre las propiedades δ, μ y ρ

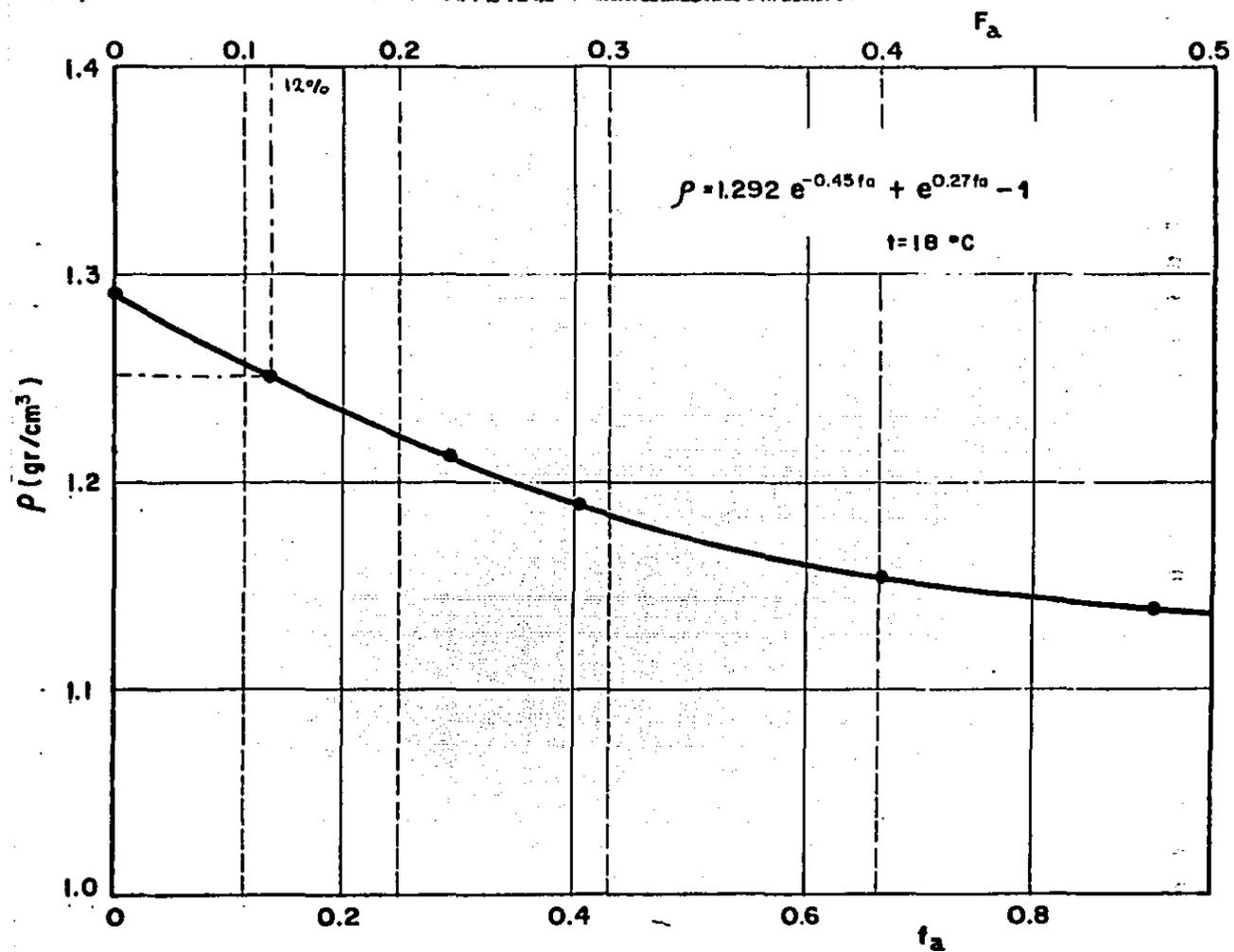


Fig. 19 EFECTO DE LA CONCENTRACION DE AGUA (f_a) EN LA DENSIDAD (ρ) DE RESINA UF

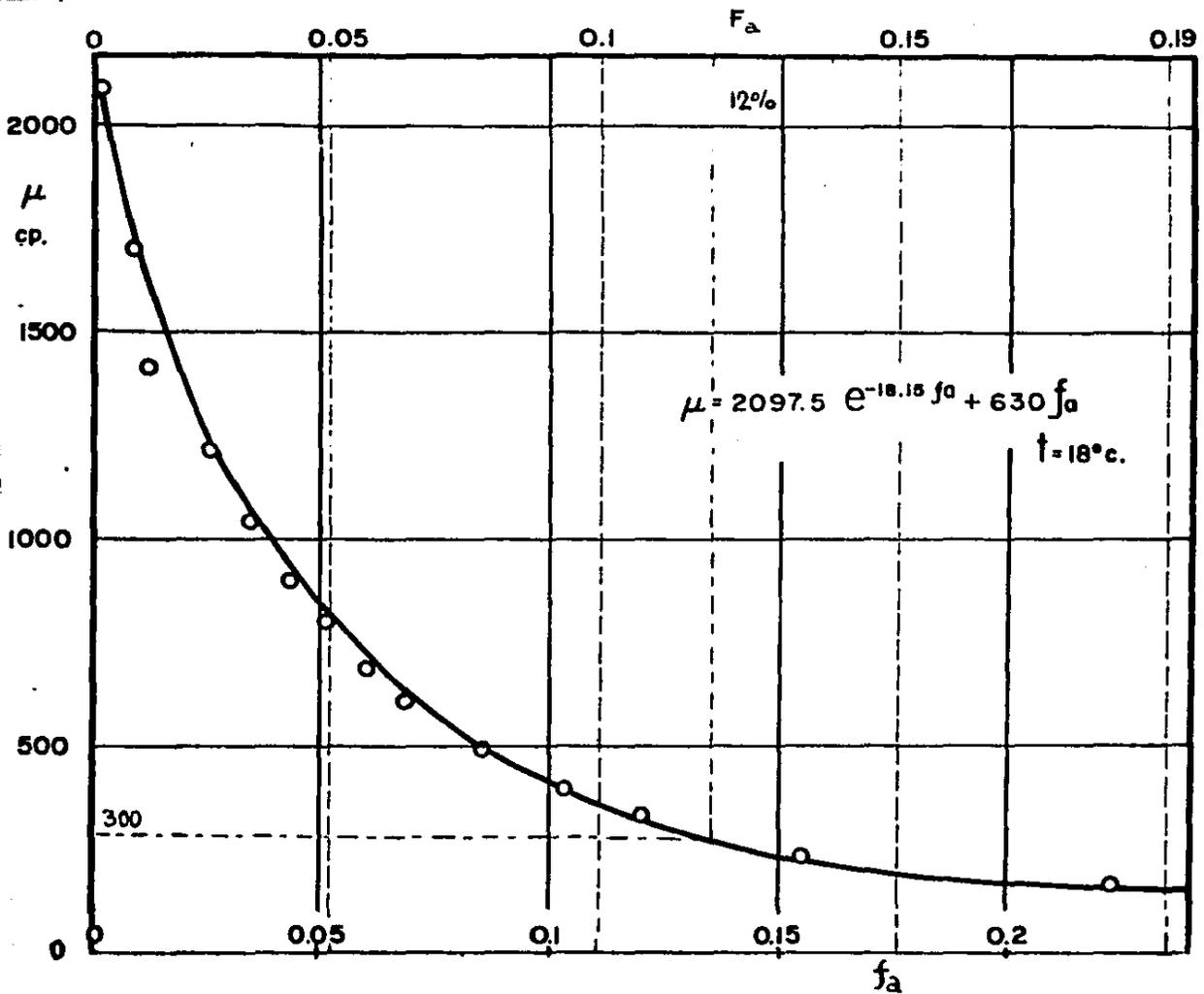


Fig. 20 EFECTO DE LA CONCENTRACION DE AGUA (f_a) EN LA VISCOSIDAD (μ) DE RESINA UF

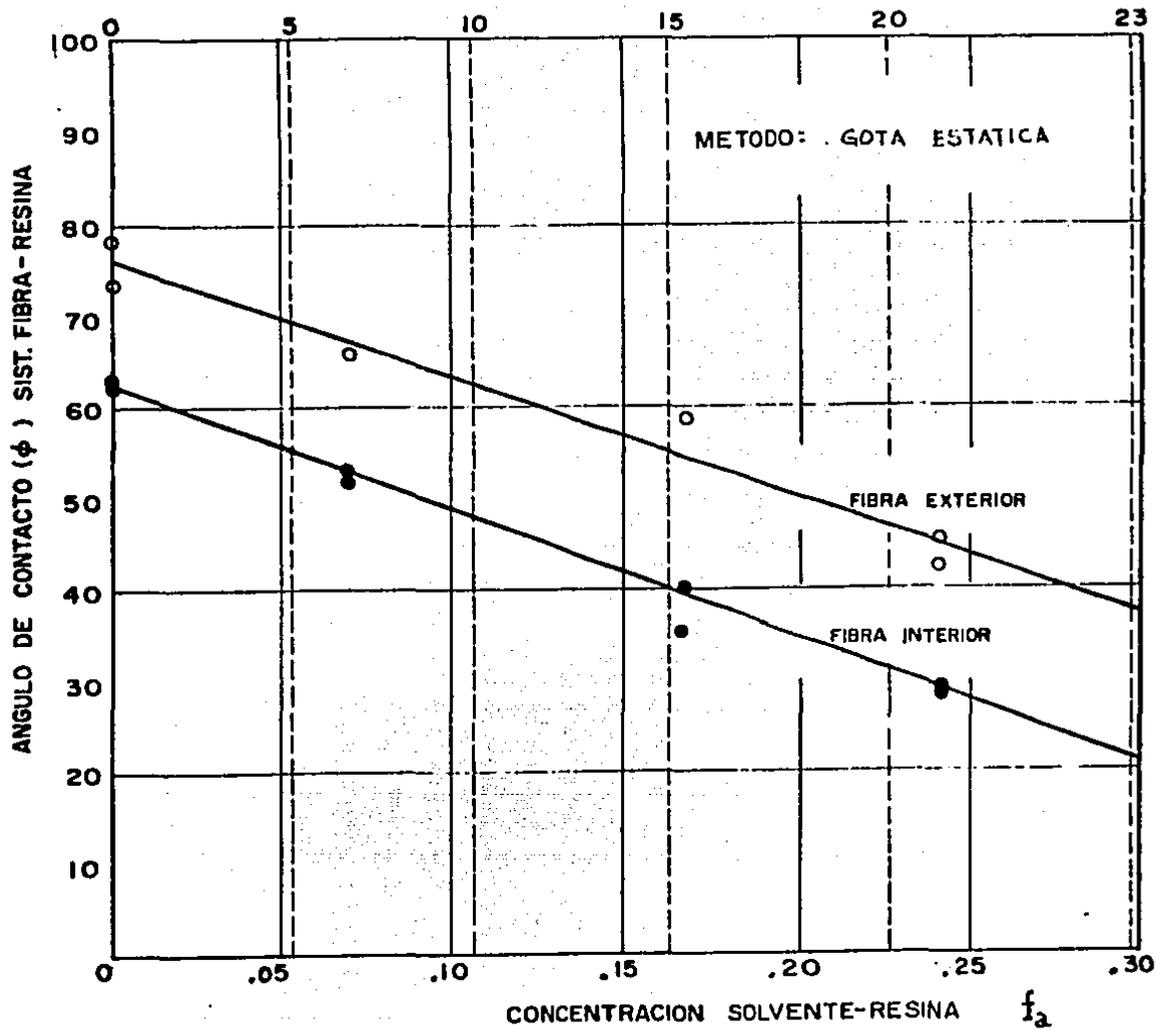


Fig. 21 EFECTO DE LA CONCENTRACION DE SOLVENTE EN EL ANGULO DE CONTACTO

es graficado en las figuras 17, 19 y 20. Manifestandose en todos los casos - un descenso pronunciado de la propiedad, conforme avanza la dilución. La explicación de tal comportamiento es simple en el caso de ρ y μ , pues al ser - la solución más diluida y fluida, las propiedades de transporte de un líquido aumentan.

La determinación del trabajo de adhesión W_a en el sistema fibra/resina/ solvente, se presentan en la tabla 9 y en la figura 22, habiéndose utilizado la ecuación simplificada de Dupre (Ec. 2) y combinando los valores de γ_L (L.A.) y ϕ (G.E.). Dicha ecuación, considera la simplificación de tomar un valor - cercano a 0 para la presión de película (Π) definida por la siguiente expresión

$$\Pi = \gamma_s - \gamma_{sv} \approx 0 \quad \text{Ec. 4}$$

por lo tanto

$$\gamma_s \approx \gamma_{sv}$$

Ecuación discutida en el capítulo de antecedentes, sección "B".

En las gráficas de la figura 22, se aprecia que al poner el trabajo de adhesión W_a , en función de la concentración de solvente f_a , aparece un mínimo en su comportamiento inicial de dilución, para después crecer, mostrando con esto la afinidad de la fibra por el solvente, y en sí por la solución del - pre-polímero de U.F. (ver figura 22).

El valor mínimo de W_a corresponde al 3% en peso de solvente en la solución. Al incrementarse la concentración de solvente, el trabajo de adhesión es mayor, sin embargo la excesiva dilución de la resina, abate la resistencia del material aglomerado, debido a que disminuye la cantidad de sólidos de resina por unidad de volumen, en el material aglomerado (ver capítulo 4A). Lo anterior llevó a seleccionar un intervalo óptimo de comportamiento del sistema, que satisfaga los requerimientos de adhesión, así como de viscosidad. No obstante el criterio que determinó la concentración óptima de solvente en resina (12%), esta dado por el punto de pendiente mínima al principio de la dilución, esto es :

$$d\gamma/df_a \approx 0 \quad \text{Ver fig. 17}$$

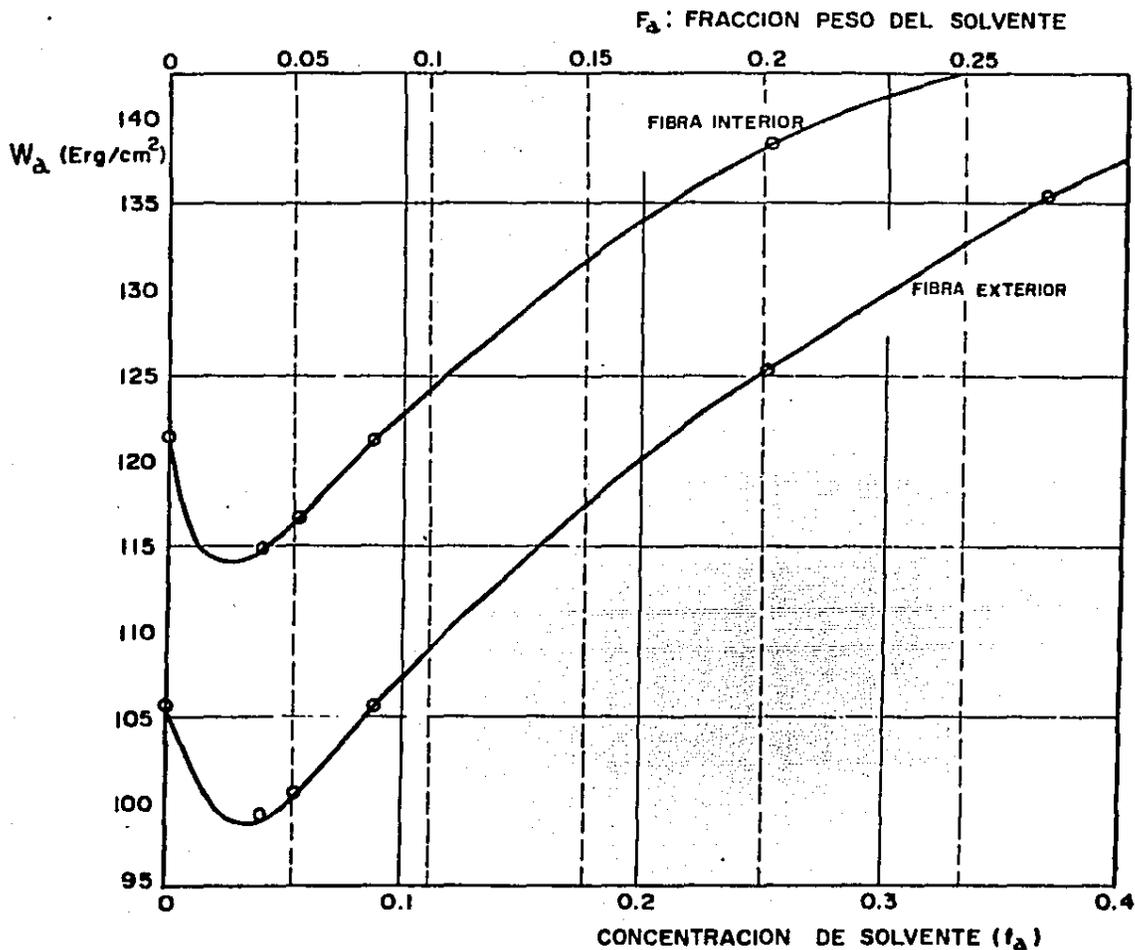
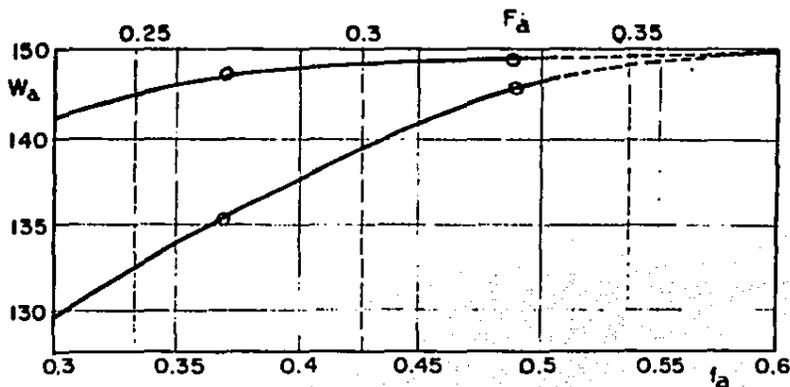


Fig. 22

EFFECTO DE LA CONCENTRACION DE SOLVENTE (f_a) EN EL TRABAJO DE ADHESION W_a DE LA RESINA U.F.



De esta manera se comprueban los resultados preliminares a este trabajo, en cuanto al efecto de la dilución en la resina con las propiedades mecánicas - del aglomerado (ver capítulo 4A y 4A-1) (38).

Se determinó el coeficiente β de la ecuación 10 y la tensión superficial crítica γ_c , por el método de extrapolación de Zisman (24), como se ve en las gráficas 23 y 24. En la figura 23 se muestran los resultados para ambos tipos de texturas en la fibra estudiada. El valor de γ_c es de 73.5 dn/cm, resultando muy cercano al valor de γ_L a dilución infinita, que naturalmente es el del solvente utilizado, en este caso, agua destilada, dicho valor es :

$$\gamma_{c\infty} \approx 72.5 \text{ dn/cm} \quad (16) (32)$$

La anterior situación fué discutida en el capítulo de antecedentes, debiendo añadirse, que la forma no-rectilínea de las gráficas para γ_c (fig. 23), obedece al efecto de multicomponentes en la solución no homogénea de resina, - así como la solvatación de partículas del prepolímero de uréa formaldehído (26) (34) y (35),

El valor del coeficiente de Zisman β , resulta también de la pendiente de la gráfica de la fig. 24. Este valor es de -0.52, y sólo es válido para bajas diluciones de resina, pues la línea resultante es de pendiente variable, dada la baja idealidad del sistema, resina/solvente. La ecuación 10 queda finalmente :

$$\cos \theta = 1 - \beta (\gamma_L - \gamma_c) \quad \text{Ec. 10}$$

Donde : $\gamma_c = 72.5 \text{ dn/cm}$

$$\beta = -0.52$$

Los anteriores valores son específicos para este sistema estudiado, y permiten de esta manera comparaciones con otros sistemas físico-químicos reportados por Zisman (16), (24).

Es posible determinar un valor de resistencia teórica del material compuesto, basado en el valor del trabajo de adhesión W_a , que se obtiene a 12% de dilución de resina (valor óptimo), utilizando la ecuación 8 se tiene :

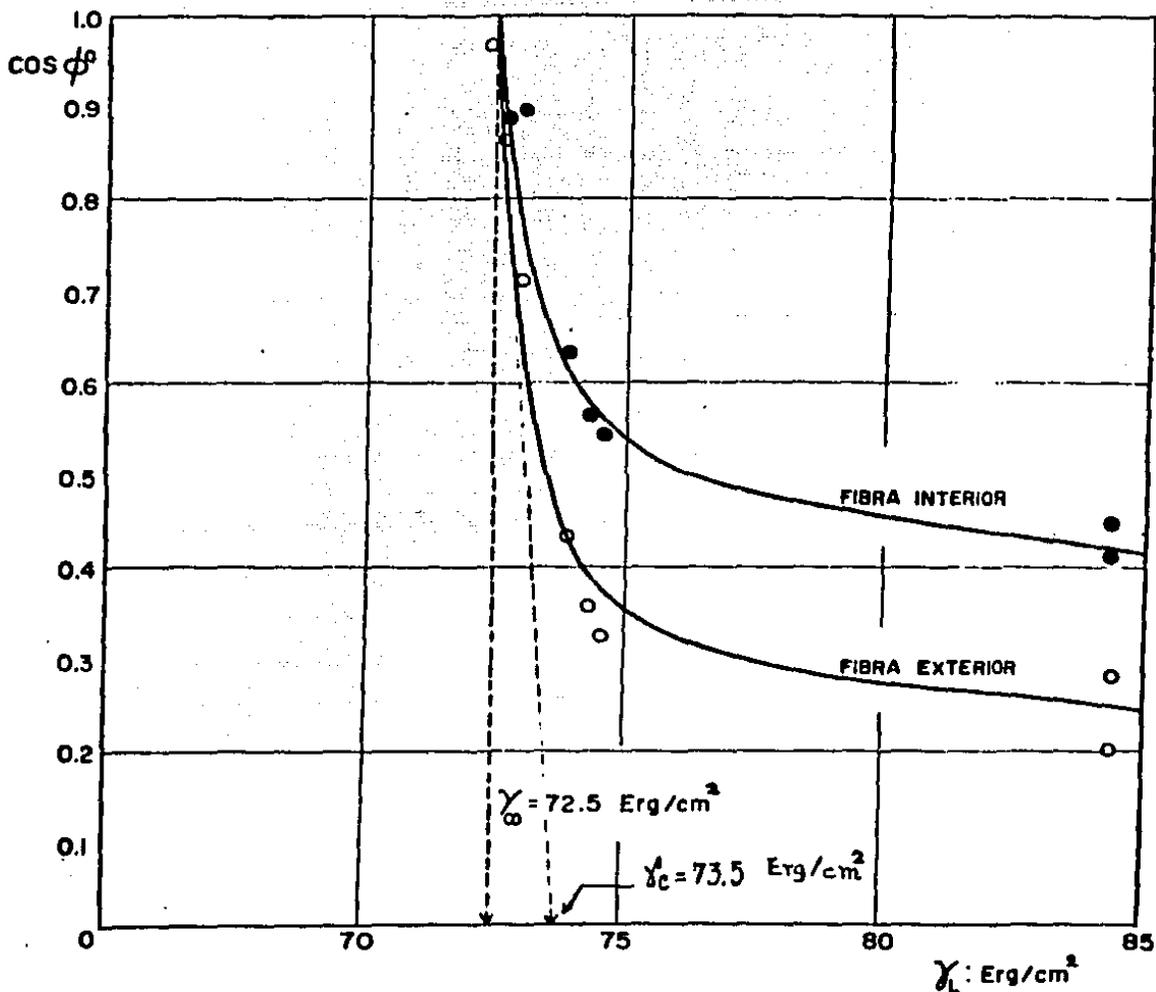


Fig. 23 DETERMINACION DE γ_c CON VALORES DE γ_L PROVENIENTES DEL METODO LEVANTAMIENTO DEL ARILLO (L.A.)

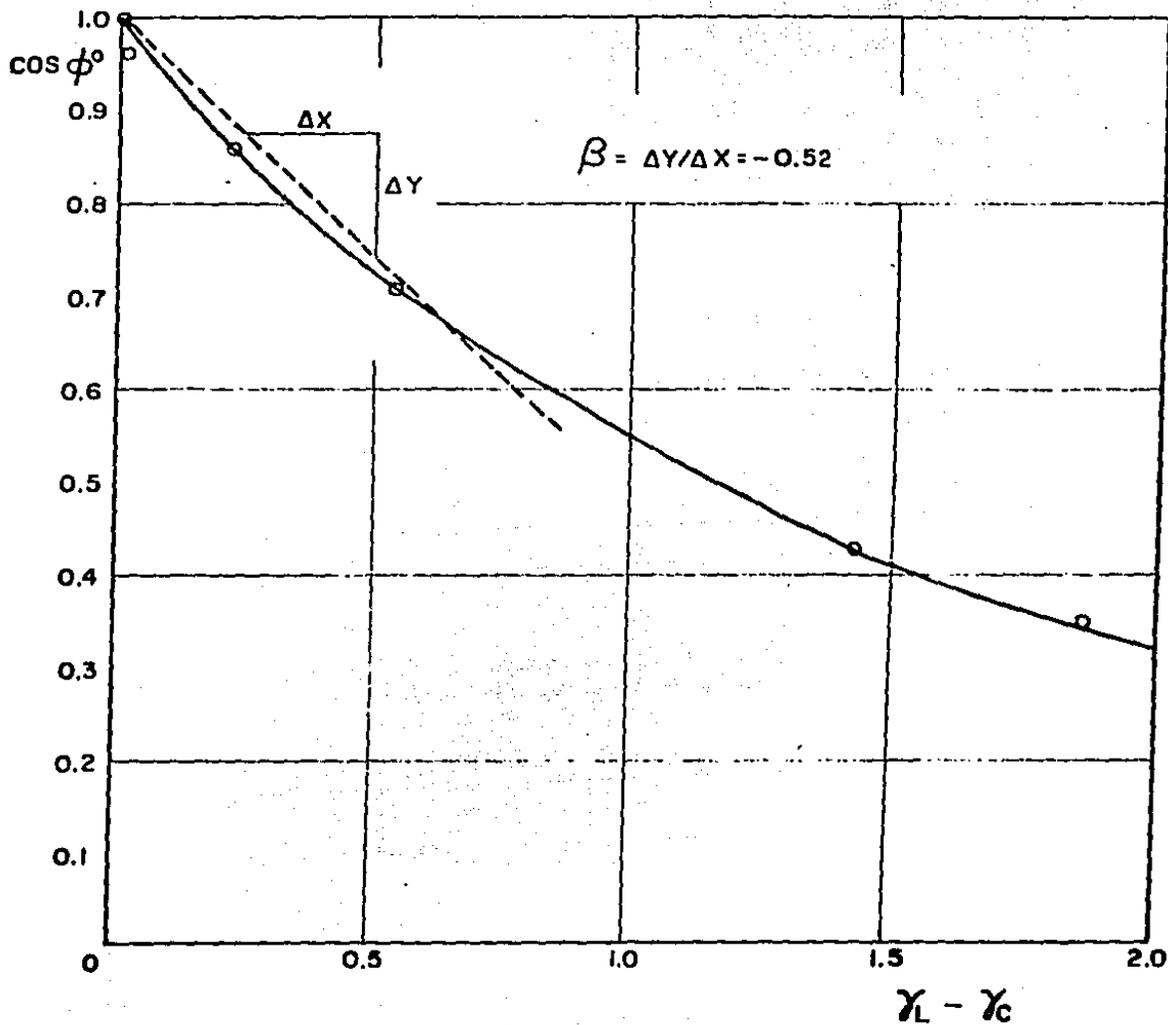


Fig. 24 DETERMINACION DEL COEFICIENTE β DE LA ECUACION DE ZISMAN.

$$\nabla = \frac{W_a}{980,000 d_i} : \frac{\text{kg}}{\text{cm}^2}$$

Ec. 8

$$\nabla = \frac{120 \text{ dn/cm}}{0.98 \times 10^6 \times 5 \times 10^{-8}} = 2,448.9 \text{ kg/cm}^2 \quad d_i = 5 \times 10^{-8} \text{ cm}$$

Valor que resulta mucho mayor (16.32 veces) al valor máximo observado en la práctica (150 kg/cm²). Esta diferencia se debe a que el valor de W_a , asume un contacto molecular completo, en un sistema ideal sobre toda la interfase, además de la ausencia absoluta de esfuerzos residuales, interfaciales y concentración de esfuerzos. El valor de $d_i = 5\text{Å}$ es un valor promedio de la distancia inter-atómica carbón / hidrógeno y carbón / carbón, que interacciona en la interfase de adhesión. Una situación ideal en el contacto interfasial no existe en ninguna unión adhesiva, ya que el mojado del sólido por el líquido es siempre defectuoso (21), (36), (37).

C. MORFOLOGIA DE MATERIALES COMPUESTOS

Una vez elaborados los diferentes materiales, se analizaron las superficies de estos, por microscopía electrónica de barrido (ver capítulo 3 A), con el objeto de determinar la continuidad de la interfaz de adhesión y la morfología resultante; a continuación se analiza la información de las figuras 25 a 37.

La figura 25 muestra la estructura de una fibra interior de caña, de 300μ de diámetro. Se observó que la fibra está compuesta por un hãz de fibrilas dispuestas paralelamente y entrelazadas por material celulósico amorfo (12) (13), resultando una estructura con una gran cantidad de cavidades, debido a la presencia de la celulosa, y en sí a la morfología de la fibra, que es altamente higroscópica, y sus micro-cavidades inducen al fenómeno de capilaridad.

Precisamente , este tipo de micro-estructura permite la impregnación de resina U.F., mojando las paredes e infiltrándose por las micro-cavidades, de ésta manera se difunde hacia todas las fibrilas de hãz. La resina al polimerizar dentro de esa micro-estructura, reforzara a la fibra, fomentando una mayor resistencia en la misma y por lo tanto en el material compuesto (como se explicó en el capítulo 4 A. del .Estudio de las propiedades mecánicas).

Con objeto de comparar las texturas de la fibra sin impregnar, y la textura del polímero, se prepararon muestras especiales. Las figuras 26 y 27 muestran la parte de una fibra no impregnada en contacto con la resina solidificada.



Fig. 25

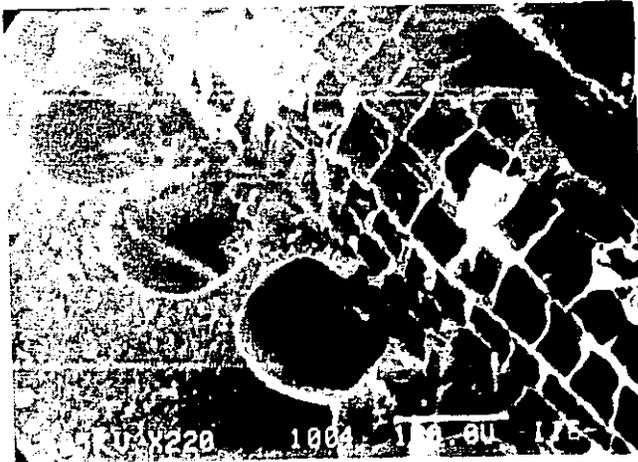


Fig. 26



Fig. 27



Fig. 28



Fig. 29



Fig. 30

Se observa que existe una clara diferencia en las texturas de fibra y resina, además de aparecer micro-cavidades. En la interacción fibra/resina, que corresponden a huecos causados por vapor de agua, generado durante la polimerización de la resina. En esta muestra se seleccionó presión atmosférica y temperatura constante para polimerizar la resina.

Las figuras 28 a 31 muestran una superficie fibrosa impregnada de resina polimerizada. La textura observada es totalmente distinta, a la observada en las fibras sin impregnar (fig. 28). El polímero recubre a las fibras y cavidades celulósicas. A mayores ampliaciones (Fig. 29, 30 y 31), se observa el detalle del recubrimiento de las fibrillas. La preparación de estas muestras se hizo bajo condiciones usuales o sea a una presión de 36 kg/cm^2 , y temperatura constante (ver detalles en capítulo 3 B).

En la figura 32, se observa la forma en que la resina impregna y llena las cavidades celulósicas de la fibra. Esta figura corresponde a la fibra fracturada, que se deslizó parcialmente de la matriz polimérica, antes de romperse.

En la figura 33 y 29, se muestra un detalle amplificado, de una aparente cavidad cilíndrica entre el haz de fibras que está saturada de polímero, mostrando también la dispersión de éste.



Fig. 31

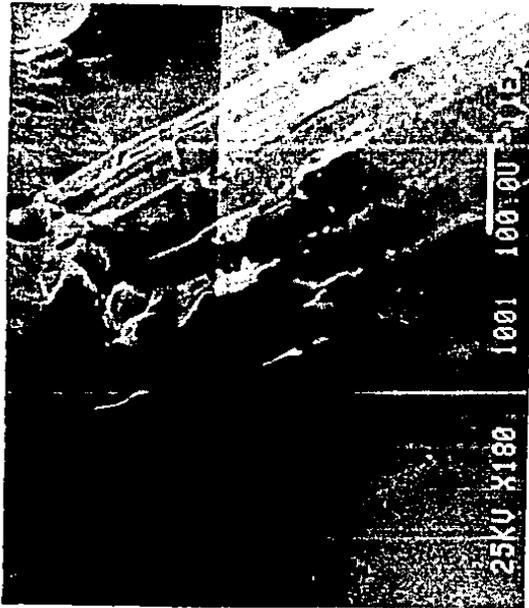


Fig. 32



Fig. 33



Fig. 34



Fig. 35



Fig. 36



Fig. 37

La utilización de presión externa durante la polimerización de la resina, es benéfica para la formación de la intercara continua, ya que provee alta interacción entre componentes (resina-fibra), favoreciendo la saturación de la microestructura fibrosa por la resina. Este efecto es observado en las figuras 31, 33, 34 y 35.

Las propiedades mecánicas obtenidas en este tipo de muestras, corroboraron la hipótesis formulada del incremento de resistencia con el incremento de resina y el uso de presión externa (ver capítulo 4 A).

Se observa en las anteriores figuras, localizaciones diversas de interfase de adhesión entre fibra y polímero, además de una notable dispersión de resina localizable sobre el material fibroso (figura 34 y 36). No obstante, se presentan imperfecciones en el polimerizado, como cavidades en la matriz plástica por donde se elimina el vapor de agua formado (figuras 33, 35 y 36), pero que no afectan la resistencia del material, pues la fibra ya se encuentra saturada de resina polimerizada, además de presentarse un porcentaje bajo (menor del 15%) de las fallas en la intercara formada.

En general se ve que las muestras analizadas (figura 28 a 37) que el mojado y la dispersión de la resina es bueno, - y que la intervención de presión externa es favorable, incrementandose el contacto fibra resina y por lo tanto la resistencia de material.

5. CONCLUSIONES

De acuerdo a los objetivos planteados y la información obtenida, durante el desarrollo de éste trabajo, se derivan las siguientes conclusiones :

1.- El aprovechamiento de la fibra de caña, en la elaboración de tableros aglomerados, se justifica, por los valores de resistencia obtenidos, así como por las formulaciones utilizadas en éstos materiales. Con dichas formulaciones, tanto de la resina como el material compuesto, se obtuvieron propiedades fisicomecánicas similares a las de otros materiales celulósicos (3) (4) (5).

2.- Se optimizó la formulación de resina, a partir de criterios de adhesión, mojado y propiedades mecánicas del producto, que repercutieron directamente en el valor del trabajo de adhesión W_a de éste sistema (-- fibra/ resina/solvente), y en las propiedades fisicomecánicas del tablero.

Mediante dicho estudio, se determinó la relación óptima resina-solvente que presentó valores adecuados de : viscosidad, tensión superficial, densidad y contenido de sólidos poliméricos en la solución. Con los anteriores parámetros, se obtuvo una adhesión y mojado satisfactorios en la superficie fibrosa, que favoreció la resistencia mecánica. El trabajo de adhesión presentó un aumento, al incrementarse la concentración de solvente, y por lo tanto, el mojado de la fibra. Sin embargo, existe un valor óptimo de dilución de la resina que beneficia el procesado y la adhesión interna del tablero. (dilución $\leq 20\%$) (ver tabla 10 y 11)

3.- El criterio para la determinación de la relación óptima de resina-solvente, es el punto inicial de la gráfica de tensión superficial contra dilución, donde la pendiente matemática es cercana a cero, éstos es :

$$\frac{d\gamma_L}{df_a} \approx 0$$

(ver figura 17)

TABLA 10 . Relación de valores de \bar{V} y E para diversos materiales aglomerados , y sus componentes

	T °C	t min.	% R	\bar{V} kg/cm ²	E kg/cm ²
Fibra de caña impregnada de resina (15 cm de longitud)	70	60	40	247	47571
Tablero aglomerado, formado por fibras largas, continuas y orientadas al eje de carga	120	15	30	150	21500
Tablero aglomerado, formado por fibra de caña, seleccionada despues de un proceso de molienda	120	15	30	48.37	7539
Tablero aglomerado, formado por fibras cortas orientadas al eje de carga	120	15	30	120	20000
Matriz polimérica de Urea formaldehido	70	60	100	37.08	6550

TABLA 11 . Relación de constantes del sistema resina/solvente a la dilución óptima de 12 %

f_a	F_a	W_a erg/cm ²	μ_{cp}	ρ gr/cm ³	δ dn/cm	% solidos
0.136	0.12	120	300	1.25	72.2	58.1

En este punto, el valor de γ_L es casi constante y muy cercano al valor de tensión superficial del solvente utilizado (ver tabla II) .

4.- Con la formulación óptima de resina y solvente , se correlacionaron las propiedades fisicomecánicas del tablero obtenido, utilizando en este, fibra de caña seleccionada después de un proceso de molienda. Los valores de resistencia óptimos, para todos los materiales elaborados en ese trabajo, se presentan en la tabla 10 .

5.- Además de estudiar las propiedades fisicomecánicas en tableros con fibra molida, se determinaron los valores teóricos de resistencia a la tensión y módulo elástico de la fibra de caña impregnada de resina, considerada ésta como un filamento largo y continuo, resultando tener éste, un comportamiento de fibra frágil y poco resistente en comparación con otras fibras naturales . Los valores obtenidos de σ y E , para la fibra aparecen en la tabla 5 , y los valores sobresalientes de resistencia, en la tabla 10 .

6.- Se determinó un procedimiento para obtener una curva maestra del proceso, y su correspondiente expresión matemática, usando el principio de superposición tiempo-temperatura, donde se correlacionó el tiempo y la temperatura de proceso , con el módulo elástico del material (14) (25).

Este método presenta varias ventajas en el estudio de materiales o sistemas químicos que manejen tres variables , siendo dos de ellas independientes , ayudando de ésta manera al estudio de condiciones de proceso. Otras ventajas del método aplicado a éste sistema son :

- a. Permite correlacionar las variables fundamentales del proceso (t, T) y las propiedades mecánicas del material (σ, E) .
- b. Permite la predeterminación de la resistencia del material , por selección de las variables de proceso.
- c. Permite establecer con claridad las bases del comportamiento fisicomecánico del sistema para un estudio termodinámico-cinético en éstos materiales .

7.- Se estableció el mecanismo de fractura del material formado. Determinándose que el polímero de Uréa formaldehído es un material amorfo y frágil, y el material aglomerado es rígido. Así, el principal elemento que soporta el esfuerzo a la tensión es la fibra impregnada de resina polimérica, pues los valores de resistencia del segundo componente de los tableros (polímero de uréa formaldehído), resultaron 6.5 veces menor que los de la fibra (ver tabla 10). La fractura obtenida en este material es aparentemente adhesiva.

8.- La disposición, arreglo y tamaño de fibra incorporada al tablero, modificó notablemente las propiedades físicas del material. La resistencia última a la tensión, así como el módulo elástico de los materiales con fibras largas-contínuas es superior al material con fibras cortas dispuestas en la misma orientación (paralelas al eje de carga), y ésta a su vez es superior al del material con fibras dispuestas al azar.

6. SUGERENCIAS PARA TRABAJOS POSTERIORES

Con el objeto de continuar profundizando sobre ésta línea de Investigación (materiales compuestos-reforzados) y tomando en cuenta los resultados obtenidos, es recomendable seguir ésta, bajo los siguientes temas :

- a. Efecto del tamaño de partícula en diferentes matrices poliméricas.
- b. Efecto de la degradación térmica de la junta adhesiva, en la resistencia físico-mecánica del compuesto.
- c. Influencia de la presión y ciclos de moldeo, en el contacto interfacial resina-fibra, y resistencia mecánica del producto.
- d. Modelos matemáticos de superposición, entre resistencia a la tensión, flexión, temperatura y tiempo de polimerización.
- e. Influencia de la viscosidad en la tensión superficial de sistemas adhesivos, además de bases teóricas sobre la formación de la intercara de adhesión. Todo esto, con el objeto de optimizar las propiedades de dichos materiales.
- f. Generalización del estudio de gráficas de superposición, obteniendo áreas de respuesta, al añadir parámetros tales como : espesor del material, % de resina, tamaño de partícula, orientación de ésta, tiempos y temperatura de proceso.

7. BIBLIOGRAFIA

1. C.R.Barret.,W.D.Nix.,A.C.Tetelman
"The principles of engineering materials"
Prentice Hall Inc. New Jersey (1973)
2. F.A.O.
"Estudio económico-forestal" (1970)
3. Tecno-Plan S.A.
"Boletín técnico de fabricación "
México D.F. (1975)
4. ONUDI
"Information sources on buildings board from wood
and other fibrous materials" (1970)
5. CEPAL/FAO/ONUDI
"Desarrollo de la industria de los tableros a base de
madera en américa latina " (1970)
6. Paper Trade Journal
"Evaluation of fibrous agricultural residues for estructural
buildings board products" (1948)
7. Asociación Nacional de Fabricantes de Tablero Aglomerado
"Boletín de Información de producción"
México D.F. (1975)
8. Resistol S.A.
"Boletín de Información técnica: Resina RR-843 "
México D.F. (1978)
9. E.Valadez., R.Vera.
"Optimización de procesos y propiedades en tableros aglomerados
utilizando el principio de superposición tiempo/temperatura/
propiedad". Memorias del VI Congreso Nacional de Ingeniería
México. (1980)
10. R.Vera., E.Valadez.
"Optimización de propiedades en tableros aglomerados de fibra
de caña y Uréa formaldehído" . Memorias del XV Congreso
de química pura y aplicada. México (1980)
11. E.Valadez., R.Vera.
"Correlación entre propiedades interfaciales y variables de
proceso, para la optimización de propiedades físicas en
tableros aglomerados" . Memorias del XV Congreso de
química pura y aplicada. México (1980)

12. F. Sanchez.
"Materia prima :Caña de azucar".
Ed. Porrua. México (1972)
13. B.W.Lamb., W. Belger.
"Combustion of bagace".
Sugar Technology Reviews 4, (1976-1977).
14. M.L. Williams., R.F. Landel., J.D. Ferry.
"The temperature dependence of relaxations mechanisms in
amorphous polymers and other glass forming liquids".
J. Am. Chem. Soc. 77 (1955)
15. A. Dupre.
"Theorie mecanique de la chaleur"
Paris Review. (1869)
16. A.W. Adamson.
"Physical chemistry of surfaces"
Interscience Publishers N.Y. (1967)
17. M.T. Toral.
"Fisicoquímica de superficies y sistemas dispersos "
Ed. URMO México .(1973)
18. W.D. Harkins., H.F. Jordan.
"A method for the determination of surface and interfacial tension
from maximum pull on a ring" .
J. Am. Chem. Soc. 52 (1930)
19. A.W. Porter.
Phil. Mag. 15 (1933)
20. F. Bashforth., L.C. Adams.
"An attempt to test the theories of capillarity action"
University press. Cambridge Eng. (1883)
21. Rulon E. Johnson Jr. & Robert H. Dettre
"Contact Angle Hysteresis"
Advances in Chemistry Series No. 43
American Chemical Society Washington, D.F. (1964)
22. Ricardo Vera G.
"The Effects of High Contact Pressures and Temperatures on
the Adhesion of Amorphous Polystyrene to Borosilicate Glass"
Tesis - de Maestría
Case Western Reserve University (1972)
23. J. J. Bikerman
"The Science of Adhesive Joints"
Academic Press N.Y. (1969)

24. W. A. Zisman
"Relation of the Equilibrium Contact Angle to Liquid and Solid Constitution"
Advances in Chemistry No. 43
American Chem. Soc. Washington D.C. (1964)
25. A.U. Tobolsky & E. Catsiff
"Elastoviscous Properties of Polyisobutylene & Other Amorphous Polymers from Stress - Relaxations Studies - A Summary of Results"
J. Polymer Sci. 19, (1956)
26. F. W. Billmeyer Jr.
"Polymer Science Text Book"
2a. Ed. Wiley Interscience N.Y. (1975)
27. A. Padilla, R. Vera
"Diseño y Construcción de un Instrumento para Determinación de Angulos de Contacto"
Memorias del XIII Congreso de Química Pura y Aplicada
Tijuana, B.C. México (1978)
28. International Atomic Energy Agency
"Impregnated Fibrous Materials"
Bangkok (1968)
29. H. Leaderman, R. G. Smith & R. W. Jones, J. Polymer Sci.,
14, (1954)
30. Leslie Holliday (Editor)
"Composite Materials"
Elsevier Publishing Co. (1966) N.Y.
31. G.S. Hollister
"Fibre Reinforced Materials"
Elsevier Publishing Co. (1966) N.Y.
32. Hand Book Chemistry & Physics
42^o Ed. Chemical Ruber Publishers (1960)
33. J. R. Huntsberger
"The relationship Between Wetting and Adhesion"
Advances in Chemistry serie No. 43
American Chemical Society Washington, D.F. (1964)
34. Louis F. Fieser & Mary Fieser
"Organic Chemistry"
Reinhold Publishing N.Y. (1958)
35. Charles Harper - Editor
"Hand Book of Plastic and Elastomers"
MC. Graw Hill Editions (1978)
36. A. W. Adamson & Irene Ling
"The Status of Contact Angle as a Thermodynamic Property" Advances in Chemistry Serie No. 43
Am. Chem. Soc. (1964)

37. Robert J. Good
"Theorie for the Estimation of Surface and Interfacial Energies". Advances in Chemistry Serie No. 43
Am. Chem. Soc. (1964)
38. Alcayde G., Valadez E., Hernández L.
"Tecnología de Proceso para Tablero Aglomerado con Bagazo de Caña"
Memorias XIV Congreso Química Pura y Aplicada
México, 1979
39. American Society for Testing and Materials
"Annual Book of Astm Standars"
Philadelphia, U.S. (1976)
Part No. 22, 36
40. T. Young
"Miscellaneous Works"
Peacock Editions
London (1855). 1

8. APENDICE

	Pag.
A. Procesos para la fabricación de tablero aglomerado	94
B. Diseño de experimentos para pruebas fisicomecánicas en tableros aglomerados	101
C. Diseño de experimentos para pruebas de tensión superficial y ángulo de contacto	110
D. Determinación del % de sólidos en la resina de Uréa formaldehído	114
E. Métodos para determinar δ_L y θ	115
F. Tabla de símbolos	120

APENDICE 'A'

' PROCESOS PARA FABRICACION DE TABLERO AGLOMERADO

Se exponen a continuación generalidades sobre las alter_unativas de proceso para la fabricación de tablero aglomera_udo comunmente usados, teniénd_o como materia prima a la made_ura.

a) Proceso Húmedo

A través de este proceso se conoce el primer_u tablero aglomerado manufacturado en una línea de producción, fué un tablero aislante que se empieza a usar en Estados - Unidos en los años 1920. Este producto de baja densidad - hecho de fibra de madera por un proceso semejante al usado en la fabricación de papel. La madera se trata con vapor - con objeto de hidratar la lignina y celulosa, obteniéndose una pasta que se muele para separar fibras (4) (5) (6). Estas fibras se dispersan en agua para formar una suspensión que continene de 1 a 2% de fibra , masa que es drenada a través de una malla, hasta formar una cinta de un espesor - de 1/2 pulgadas. Finalmente la cinta es secada. En 1924 - - Mason inventa una técnica de prensado en caliente para producir tablero duro, fundándose la Masonite Corp., en 1926, - el proceso aprovecha parte del proceso húmedo para formar - la cinta que es prensada en caliente, eliminándose así el - exceso de agua. El tablero es de superficies tersas y su - densidad es del orden de (60 lb/ ft³) 0.96 gr/cm³.

La tecnología de prensado en caliente para la

fabricación de tablero duro se desarrolla posteriormente - - usando altas temperaturas 204 - 260°C, obteniéndose tableros con densidades superiores a 1.39 gr/cm³, es donde la lignina participa como adhesivo entre partículas de madera (4).

b) Proceso Seco

Este se desarrolla hacia 1938 al entrar en - uso las resinas sintéticas y fenol formaldehído, como adhesivos para madera (5); el proceso seco no requiere de la dispersión de la fibra, sino un sistema para obtener partículas y con la mezcla de resina se forma una cinta que se prensa a - alta temperatura (104°C) y presión (1,000 psi) obteniéndose materiales con densidades variables y selectivas que van de (0.88 a 1.2 gr/cm³). El uso de la resina de fenol formaldehído con sus características de alta resistencia química hace del material un compuesto óptimo para intemperie. Es de esa fecha que surge la industria del tablero aglomerado usando uréa formaldehído que es menos pesada que el fenol formaldehído, y muy adecuada para uso en interiores, no sujetos a - intemperismo extremo. Además de ser más económicos, este - mismo proceso es el que se utiliza en este trabajo, para estudiar tanto propiedades físicas como fisicoquímicas del sistema fibra de caña y resina de Uréa formaldehído.

A continuación se describen detalles del proceso utilizado, y el equipo para la formación de los materiales descritos anteriormente, a base de fibra de caña y Uréa formaldehído, utilizando el proceso tipo seco. Este equipo está instalado en el Instituto de Investigaciones en Materiales, mostrándose su diagrama de flujo en la fig. A2

Lista de Actividades del Proceso para Tablero

- a₁) Recepción de materia prima
- a₂) Secado del bagazo de caña proveniente del ingenio azucarero
- a₃) Molienda
- a₄) Transporte neumático
- a₅) Clasificación de partículas
- a₆) Mezclado con resina
- a₇) Preformado de tablero
- a₈) Prensado para la formación de tablero

a₁. RECEPCION DE MATERIA PRIMA :

La fibra de caña proveniente de los ingenios azucareros, es una partícula fibrosa desmedulada y con muy bajo contenido de sacarosa (0.0001% peso), y con alto contenido de humedad (50%)

a₂. SECADO DE PARTICULAS :

Antes de ser molida la fibra a un tamaño menor y homogéneo (1 a 2 cm largo), la fibra es secada en máquina rotatoria, usando para la transferencia de masa gases de combustión de propano-butano, o en pequeños lotes en estufa de temperatura controlada. La molienda quiere 10% en peso de humedad residual, de la fibra.

a₃. MOLIENDA :

Es utilizado un molino de platos de 130 cms de

diámetro con motor de 50 HP - 440 V, marca Bauer Mill. Se alimenta la fibra de caña con un gasto de 3 a 4 kg/min, la separación entre los platos es estimada de tal manera que el promedio de fibra a la salida del mismo sea de 2 cms, - de longitud en promedio.

a₄. TRANSPORTE NEUMATICO :

Este consiste en arrastre con aire de la fibra - molida hasta un lugar de recepción a través de un ducto de 25.4 cm. ϕ sobre el cual ejerce succión en un extractor de 10 HP - 220 V de potencia con una succión de 25 cm. de agua. La descarga de la fibra y la separación del flujo de aire, se realiza en un ciclón colector de 2m³ de volumen y 5 m de longitud.

a₅. CLASIFICACION DE PARTICULAS :

Tiene por objeto separar de la fibra molida el - excedente de material fibroso fino (0.1 a 0.5 cm.), dejando así solamente la fibra mediana de 1 a 3 cm. de largo, - la cual se utiliza para elaborar el tablero.

a₆. MEZCLADO DE RESINA :

La resina previamente catalizada se aplica a una masa de fibra de caña en proporción de 20% en peso mezclan do hasta homogeneidad en un aparato de aspas con capacidad hasta 2 kg. de fibra.

a₇. PREFORMADO DE TABLERO :

Este se lleva a cabo en un recipiente cúbico abier

to por su parte superior e inferior (20×20×20"). En la parte inferior del recipiente, se coloca una base en donde se forma un colchón con la fibra impregnada de resina. El colchón es directamente introducido a una prensa de platinas calentables en donde se cura la resina y se forma el panel.

a. CICLOS DE PRENSADO :

La prensa antes mencionada es una máquina marca Adamson, con platinas calentables (20 a 300°C), y con una capacidad de carga de 300 toneladas, sus platinas tienen un área de 76 x 76 cms.

El prensado del colchón es intermitente, a una temperatura entre 90 a 130°C, dependiendo del espesor del material, o de la concentración de resina.

Un ciclo de prensado típico, es el siguiente :

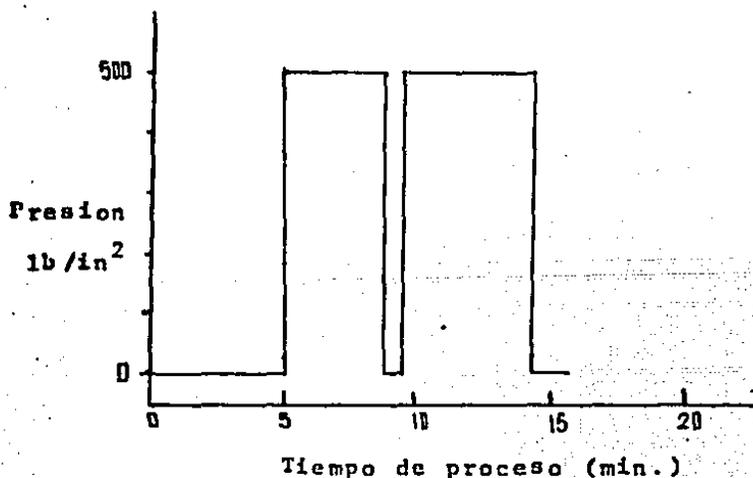


Fig. A1

Al final del ciclo, el panel ha sido formado obteniendo se una placa rígida del material fibroso aglomerado con la resina.

a) PRUEBAS FISICAS DEL MATERIAL :

Las pruebas de resistencia física son realizadas en una máquina INSTRON Mod. 1125 de acuerdo a la norma seleccionada para este tipo de materiales, esta es la ASTM-D-1037-72a; utilizando una celda de carga de 500 kg. reversible.

La elaboración de material compuesto en estudio, combinando la fibra de caña y el adhesivo de Urea Formaldehído se lleva a cabo en una planta piloto que posee los equipos anteriormente mencionados, que funcionan en forma intermitente. La planta piloto esta instalada en una área de 273 m² localizada en el Instituto de Investigaciones en Materiales de la U.N.A.M.

En la figura A2 se muestra el diagrama de flujo del proceso de fabricación del tablero (Ref.38).

Fig. A2

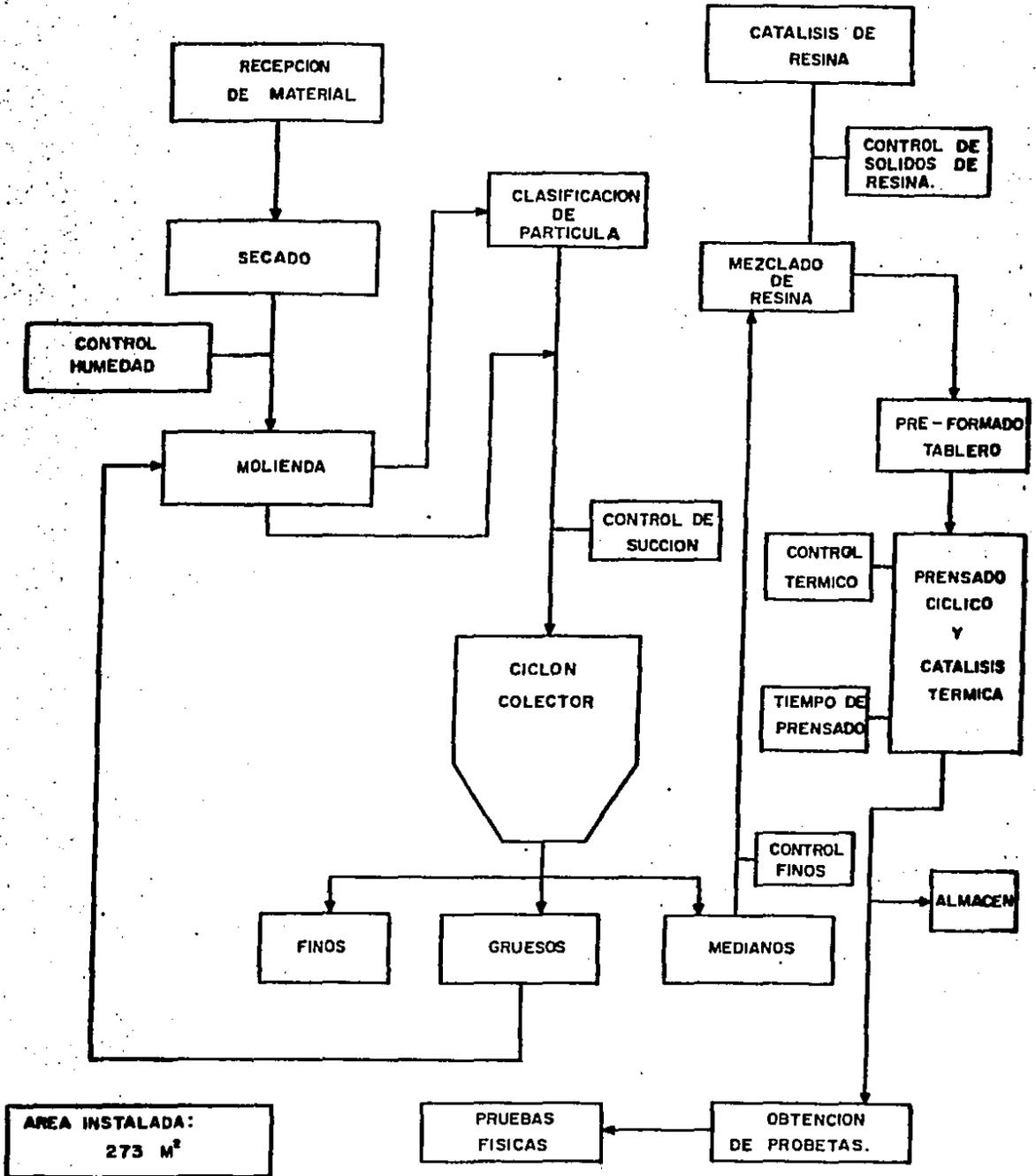


DIAGRAMA DE FLUJO Y SECUENCIA DE PROCESO EN LA ELABORACION DE TABLERO DURO CON FIBRA DE CAÑA Y RESINA UF.

APENDICE 'B'

DISEÑO DE EXPERIMENTOS PARA PRUEBAS FISICO-MECANICAS

1.-Materiales con fibras cortas al azar (M1)

Con objeto de estudiar los parámetros de fabricación del tablero aglomerado, formado por fibra de caña como refuerzo y Urea Formaldehido como aglomerante se diseñaron los siguientes experimentos tomando como variable de los mismos las siguientes, después de un estudio preliminar (Ref.38)

a) % de resina. (%R) se han considerado tres cantidades para las formulaciones de los materiales : 20, 30, y 40%. Las anteriores cantidades son en base a un componente y se define de la siguiente manera :

$$\text{Ec. B.1} \quad \% R = 100 F_r$$

$$\text{Ec. B.2} \quad F_r = \frac{m_r}{m_f + m_r} = \frac{\text{masa de resina}}{\text{masa de fibra} + \text{masa de resina}}$$

F_r : Es denominada como la fracción peso de resina en base a un componente.

Combinando las dos anteriores ecuaciones y despejando m_r se obtiene :

$$\% R = \frac{100 m_r}{m_f + m_r} \quad m_r = \frac{\% R m_f}{(100 - \% R)} \quad \text{Ec. B.3}$$

Donde :

$$\% R = 20, 30 \text{ ó } 40 \%$$

$$m_f = 1.5 \text{ kg}$$

b) Temperatura de proceso :

Se eligieron tres temperaturas de proceso para un mismo espesor (1cm) de material, estas son : 100, 120 y 140°C.

c) Tiempo de procesamiento :

Este es definido como el tiempo corrido desde que el material inicia el ciclo de prensado en caliente que permite polimerizar a la resina, este tiempo no considera los segundos de descompresión auxiliar (ver fig. 4). Los tiempos considerados para estos ciclos son; 15, 25 y 25 min.

d) Diagramas experimentales :

A continuación se muestran los diagramas experimentales que visualizan la combinación de las anteriores variables descritas. El diagrama 1 (Fig. B.1) estudia el efecto de la concentración de resina y el tiempo de procesado en las propiedades mecánicas ∇ y E (Esfuerzo a la tensión uniaxial y Módulo elástico respectivamente), definidas de la siguiente manera :

$$\text{Ec. B.4} \quad \nabla = \frac{\text{Carga a la ruptura (Kg.)}}{\text{Sección transversal (cm}^2\text{)}} = \frac{C}{A_0}$$

$$\text{Ec. B.5} \quad E = \frac{\text{Esfuerzo a la tensión en el límite elástico (kg/cm}^2\text{)}}{\text{Deformación unitaria}} = \frac{\nabla^*}{\epsilon}$$

En el diagrama 2 se estudia el efecto de la temperatura de proceso en el tiempo de aplicación del mismo, también considerando su influencia en ∇ y E.

Fig. B1 Efecto del tiempo de proceso y el % de resina en el Módulo elástico E y la resistencia a la tensión ∇ .

DIAGRAMA EXPERIMENTAL

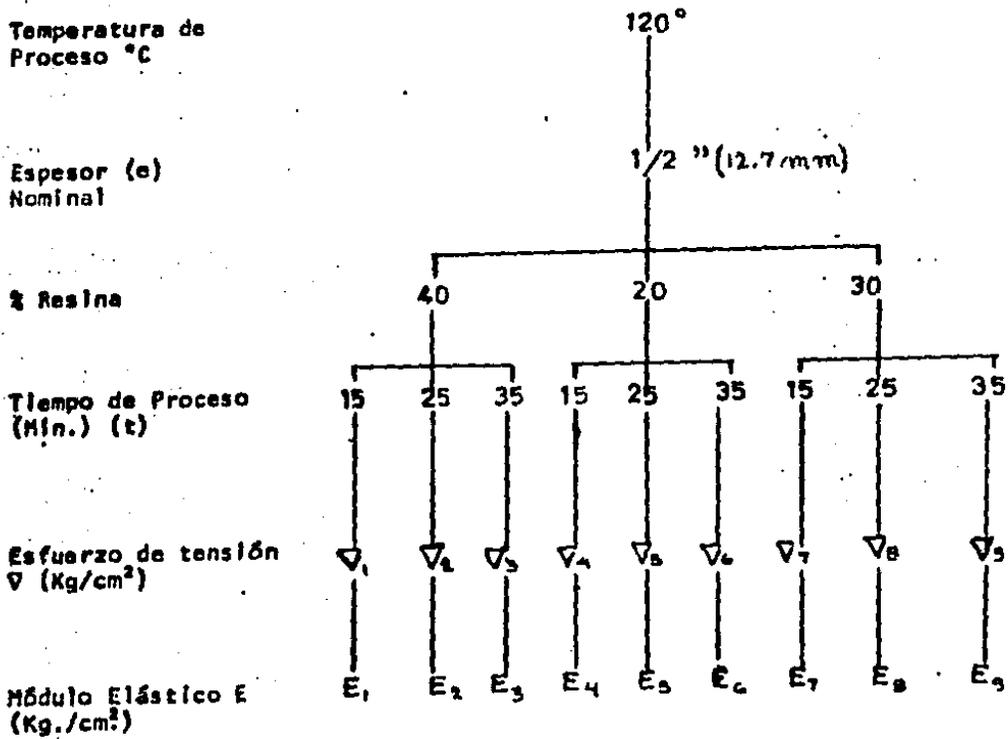
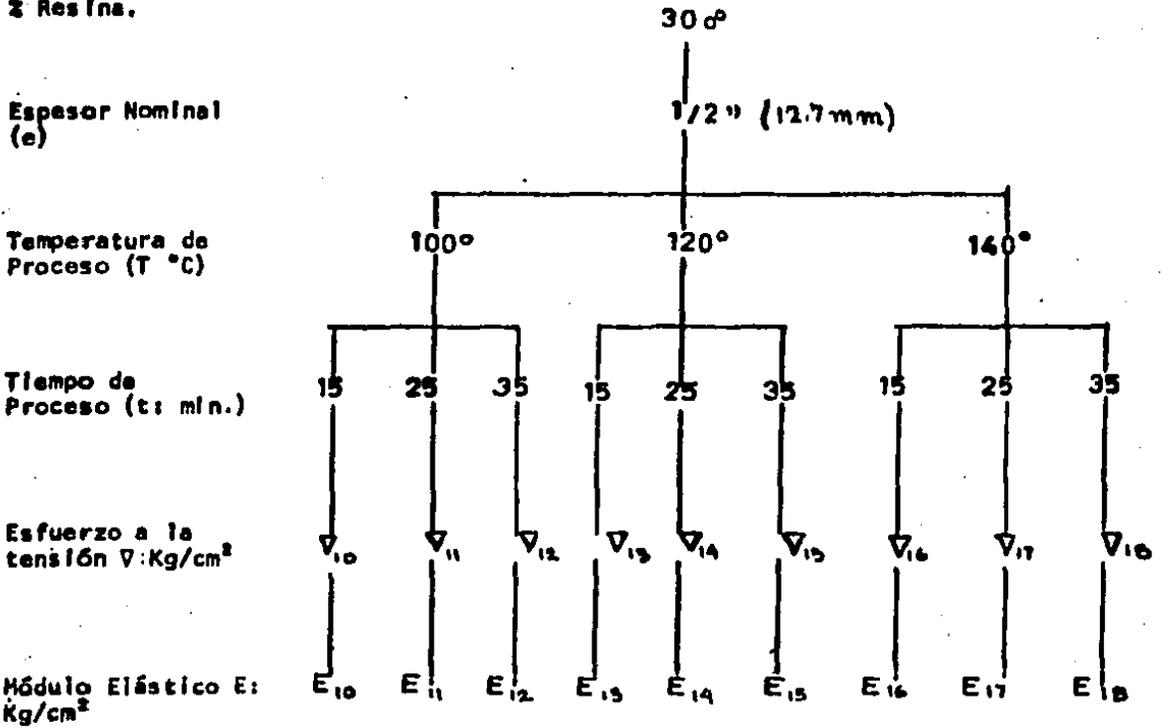


Fig. B2

Efecto del tiempo y la temperatura de proceso en el valor del Módulo elástico E y la resistencia a la tensión ∇ .

DIAGRAMA EXPERIMENTAL

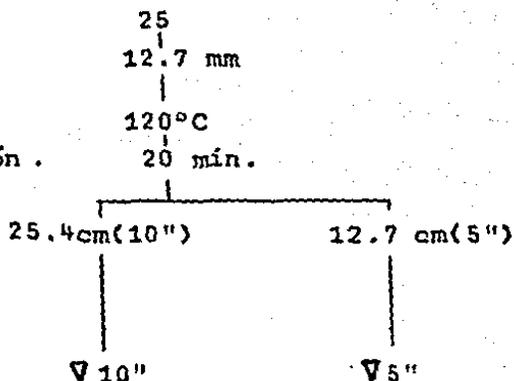
2 Resina.



2.- Diseño de experimentos , para determinar la influencia del tamaño de probeta .

Fig. B3 DIAGRAMA EXPERIMENTAL

- % de resina.
- espesor.
- temperatura de polimerización.
- tiempo de polimerización.
- Tamaño de probeta .



- Resistencia a la tensión hasta el punto de ruptura.

Fig. B4 Resultados de las pruebas de resistencia para dos tamaños de probetas.

RESULTADOS :

PROBETA 5" LONGITUD			PROBETA 10" LONGITUD	
PROBETA	CARGA KG	∇ Kg/cm ²	CARGA Kg	∇ Kg/cm ²
1	67.0	32.31	175	43.21
2	87.0	41.95	122	30.12
3	72.0	34.72	140	34.56
4	55.0	26.52	160	39.50

$$\bar{\nabla}_{5''} = 33.87$$

$$\bar{\nabla}_{10''} = 36.85$$

$$\% \text{ REPRODUCIBILIDAD} = \left[1 - \frac{\bar{\nabla}_{10''} - \bar{\nabla}_{5''}}{\bar{\nabla}_{10''}} \right] 100$$

$$\% \text{ REPRODUCIBILIDAD} = 91.91\% \approx 92\%$$

Con lo cual, se justifica la confiabilidad de la reducción del tamaño de probeta, para pruebas de tensión uniaxial de fibra de caña :

$$\nabla_{10''} = 1.08 \nabla_{5''}$$

3. Diseño de Experimentos para Materiales con Fibra Cortas 6 Largas para el estudio de orientación - de Fibra (M2, M3 y M4)

A continuación se presenta el diagrama experimental para la preparación de Tableros con fibra de caña, localizada en las siguientes formas :

- a) Fibra continua paralela al eje de carga (M2)
- b) Fibra corta paralela al eje de carga (M4)
- c) Fibra corta dispuesta al azar_ (M3)

Las propiedades analizadas son :

V: Resistencia a la tensión paralela a las caras (ruptura)

E: Módulo elástico a la tensión

Con el objeto de poder comparar estos dos materiales - entre si, se mantuvo en ambos el peso específico constante, este es de 0.7 gr/cm^3 . Otras características constantes - son :

Espesor del material	0.5 cm
Variación de la fracción peso de sólidos de resina (Fs)	0 a 1.0

Longitud de la fibra larga	15 cm máxima
Longitud de la fibra corta	2.5 cm "
Temperatura de polimerización	120°C
Tiempo de polimerización	15' min
Tamaño de la muestra	0.5x16x16cm

Fig. B5 Diagrama experimental para materiales con fibras largas y paralelas al eje de carga.

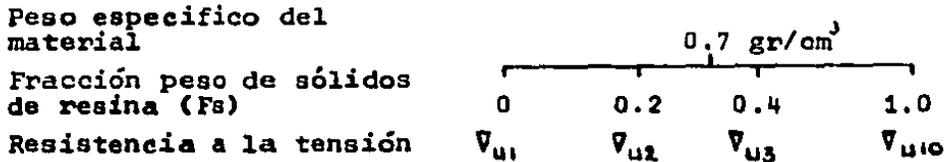
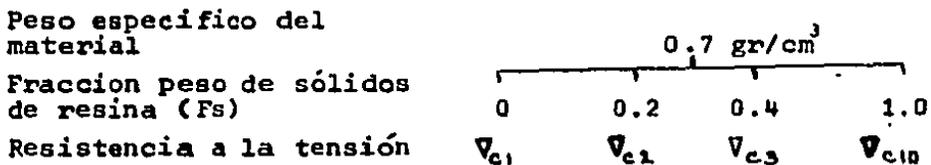


Fig. B6 Diagrama experimental para materiales con fibras cortas paralelas al eje de carga.



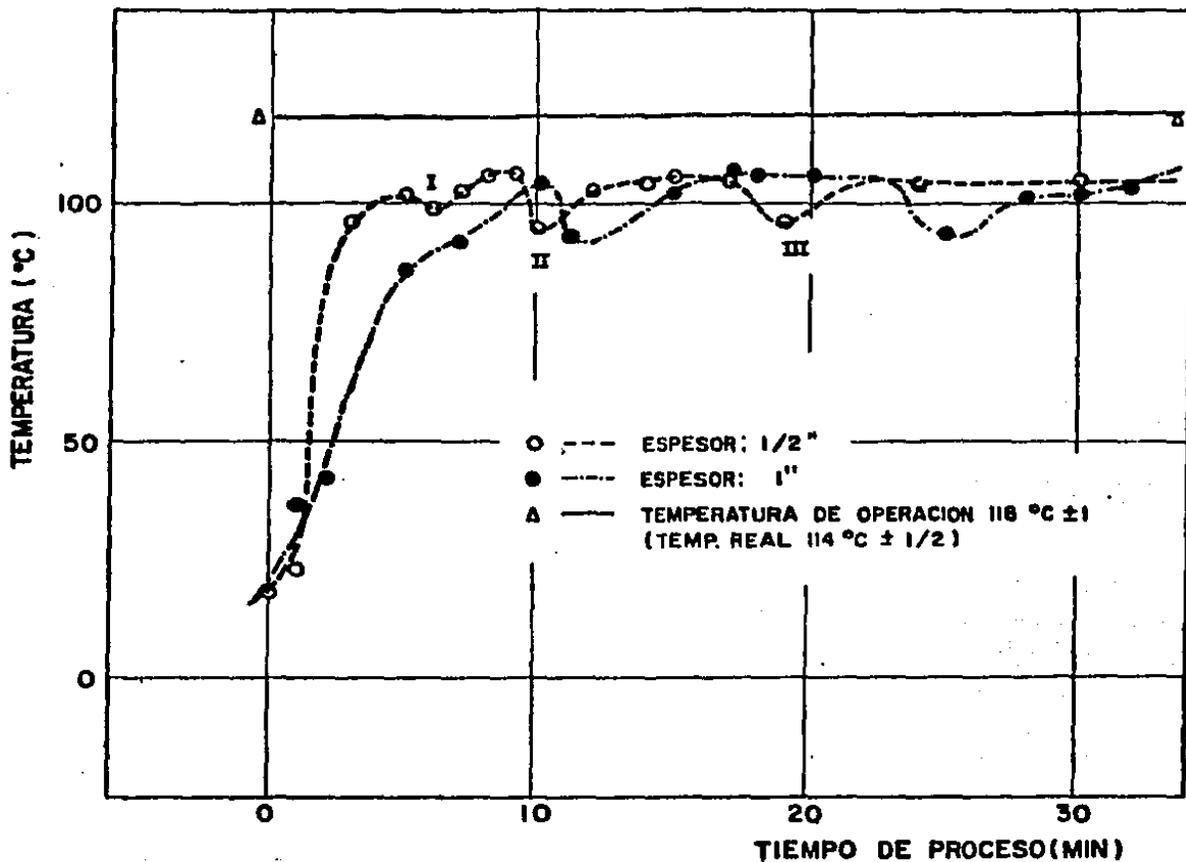


Fig. B 7 MEDICION DE LA TEMPERATURA REAL DE PROCESO AL CENTRO DEL TABLERO.

APENDICE 'C'

DISEÑO DE EXPERIMENTOS PARA PRUEBAS DE TENSION SUPERFICIAL Y ANGULO DE CONTACTO

Las mediciones de γ_L y ϕ , se realizaron de acuerdo a los métodos mencionados en el capítulo 3.F, en donde la variable principal es la concentración de solvente (agua destilada) que al variarla, altera las demás propiedades físico-químicas de la solución. Así, se tiene el siguiente diagrama experimental para cada las soluciones resultantes de resina de Urea formaldehído. (ver fig. C.1.)

La temperatura de medición en cada caso, es de 18 a 20°C - indicándose en cada caso.

Fue seleccionado para cada experimento, una cantidad fija de resina pura de 40 gr (m_r) y las fracciones peso del solvente (F_a) se variaron de 0 a 1.0. Se utilizaron dos tipos de definiciones de concentración en peso, estas son:

F_a = Fracción peso de solvente

f_a = Proporción peso de solvente

En ambos casos se consideraron dos componentes (resina y solvente), siendo sus definiciones de la siguiente manera :

$$F_a = \frac{m_a}{m_a + m_r} \quad \text{y} \quad F_r = \frac{m_r}{m_a + m_r}$$

Donde : $F_a + F_r = 1$

Fig. C.1 Diagrama experimental para pruebas de tensión superficial y angulo de contacto.

	m_T			
	m_{a1}	m_{a2}	m_{a3}	m_{a4}
• Masa de resina				
• Masa de solvente	m_{s1}	m_{s2}	m_{s3}	m_{s4}
• Fracción peso de solvente en la solución	F_{s1}	F_{s2}	F_{s3}	F_{s4}
• Viscosidad de la solución	μ_1	μ_2	μ_3	μ_4
• Peso específico de la solución	ρ_1	ρ_2	ρ_3	ρ_4
• Tensión superficial por el método LA.	δ_{L1}	δ_{L2}	δ_{L3}	δ_{L4}
• Tensión superficial por el método GE.	δ'_{L1}	δ'_{L2}	δ'_{L3}	δ'_{L4}
• Ángulo de contacto	ϕ_1	ϕ_2	ϕ_3	ϕ_4

Y la segunda definición de concentración

$$f_a = \frac{m_a}{m_r} \quad \text{y} \quad f_r = \frac{m_r}{m_a}$$

Donde :

La ecuación que relaciona ambas definiciones es la siguiente:

$$f_a = \frac{F_a}{1 - F_a}$$

Ejemplos de cálculo :

1. Cálculo del trabajo de adhesión obtenido por la determinación de δ_L y ϕ en la solución de resina y utilizando la ecuación 2.

$$W_a = \delta_L (\cos \phi + 1)$$

Ejemplo : $\delta_L = 50 \frac{\text{dyn}}{\text{cm}}$ (método LA)

$$W_a = 50 (\cos 45 + 1) = 85.355 \frac{\text{erg}}{\text{cm}^2}$$

$$\phi = 45^\circ \quad (\text{método G.E.})$$

2. Cálculo de la tensión superficial (método G.E.) - utilizando las ecuaciones No. 6 y 7.

Datos :

$$h = 0.36 \text{ cm}$$

$$\rho = 1.292 \text{ gr/cm}^3$$

$$\delta_L = \Delta \rho G h^2 (0.5)$$

$$\delta_L = (1)(1.292)(980)(0.36)^2 (0.5) =$$

$$G = 980 \text{ cm/seg}^2$$

$$A = 1$$

$$r = 0.4264$$

$$\gamma_L = 82.047 \text{ dn/cm}$$

2. Cálculo de la tensión superficial (método L.A.), utilizando la ecuación No. 5 6 27.

Datos :

$$m = 1.579 \text{ gr}$$

$$G = 980 \text{ cm/seg}^2$$

$$C_o = 0.9659$$

$$R = 1.595 \text{ cm}$$

$$\gamma = \frac{C_o m G}{4 \pi R}$$

$$\gamma = \frac{0.9659 (1.579) (980)}{4 (3.1416) (1.595)} = 74.6 \text{ dn/cm}$$

APENDICE 'D'

DETERMINACION DEL % DE SOLIDOS EN LA RESINA DE U.F.

Esta determinación, se llevó a cabo con 3 muestras catalizadas de resina cada una de 5 gr., manteniendose la temperatura constante de 70°C durante 3 hrs., lo cual aseguro tanto la polimerización del material como la eliminación posterior del agua de reacción, como de dilución. La masa de sólidos obtenida de los 3 ensayos fué de 9.934 gr. de polímero seco, o sea 3.311 gr. de sólido por muestra, lo que representa el 66.22 % de el peso de resina.

APENDICE 'E'

METODOS PARA DETERMINAR γ_L Y ϕ

Son diversos los métodos estáticos para determinar la tensión superficial γ_L (16) de líquidos, basados en propiedades físicas y físico-químicas de estos como son: Capilaridad, densidad, peso específico, tamaño y forma de meniscos, peso de gotas capilares, ángulo de contacto con sustratos sólidos, películas de líquido etc.). La precisión y exactitud de estos métodos depende del equipo y su calibración. Cada método, así como cada autor, describe y da referencia de su forma de medición adicionando una tabla de parámetros del sistema en cuestión, para ajustar la medida. Se recomiendan ciertos líquidos para calibración del equipo y así obtener resultados semejantes a los reportados (agua destilada, benceno, tolueno, etc.), obteniendo de esta manera una constante global de calibración del aparato.

A continuación se describen cada uno de los dos métodos considerados para la determinación de γ_L y ϕ . De aquí se derivan valores de la tensión superficial crítica (γ_c), el coeficiente de Zisman (24) (β) y el trabajo de adhesión W_a para el sistema estudiado: Fibra/resina U.F./solvente (ver capítulo 2.B).

1. Método del Levantamiento del Arillo (L.A) (16)(17)(18)

Este método de determinación de la tensión superficial (γ_L) de un líquido, consiste en medir la fuerza máxima de desprendimiento (m) de un arillo de alambre que se coloca en forma horizontal sumergido ligeramente en el líquido. Confor

me se levanta el arillo de este medio, se va formando una película adherida a los bordes del arillo (ver figura E.1), que finalmente se rompe, y esto corresponde a la tensión máxima.

La determinación de γ_L por este método puede considerarse absoluto, pues no depende de ninguna interacción exterior con superficies sólidas o texturas de materiales. La única condición es de que el líquido moje completamente el arillo y que el aparato utilizado sea preciso.

La proporción entre la fuerza ejercida (m) y la tensión superficial (γ_L) esta dada por la expresión de Dunoy, esta es: (8)(17)(18).

$$\text{Ec. 5} \quad \gamma_L = \frac{m G C_o}{4 \pi R} = \frac{dn}{\text{cm}} = \frac{Erg}{\text{cm}^2}$$

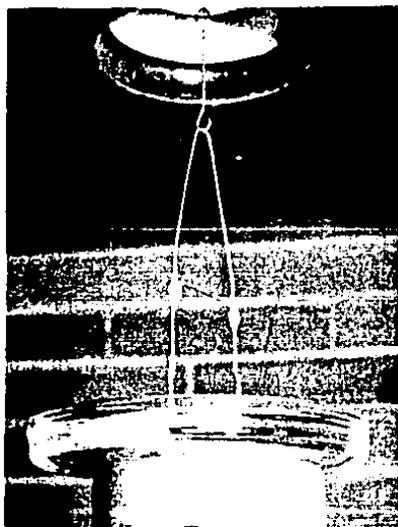
Donde :

- m : Tensión ejercida para levantar el arillo (gr)
- G : Aceleración de la gravedad (980 cm/seg²)
- C_o : Constante de calibración del arillo
- R : Radio del arillo (exterior) (cm)

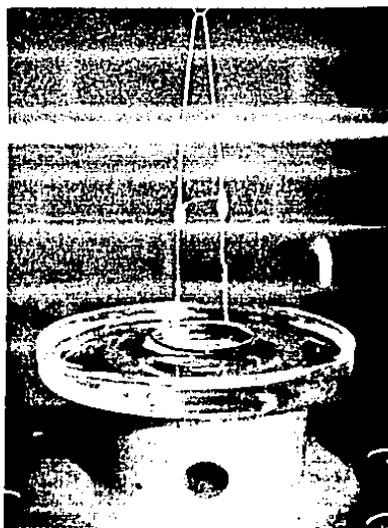
En la anterior expresión, se aplica la corrección C_o , dada por Harkins & Jordan (18), que considera ajustes debidos a relaciones entre radios del arillo (R/r) y volumen del líquido levantado (R^3/V), quedando la ecuación de Dunoy de la siguiente manera :

Figura E-2

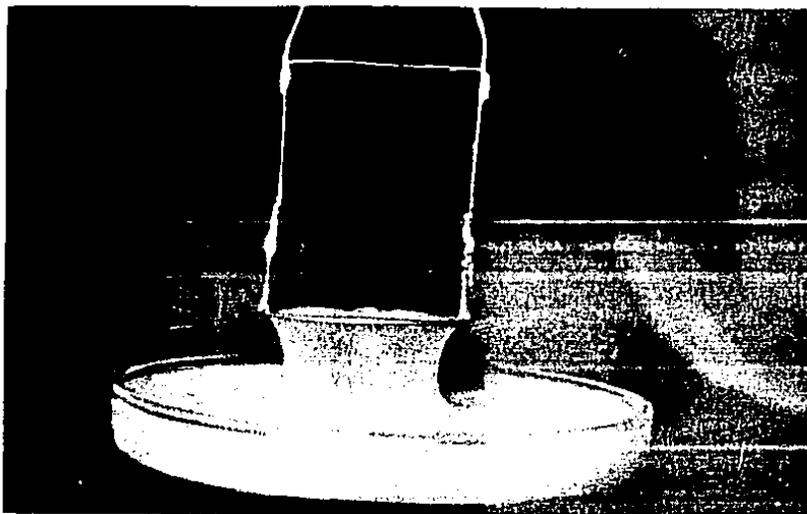
Aspectos de la tensión sobre el arillo provocando la formación de la película de líquido en la resina (b) (c), arillo en la celda de carga (a).



a.



b.



c.

Ec. 5 $\delta_L = 0.9659 \frac{G \pi}{4\pi R}$

La calibración fue hecha con agua destilada a 18.5°C.

2. Método de la Gota Estática (G.E) (16)(19)

Este método no debe considerarse absoluto, sino específico para el sistema estudiado. Esto se debe a que la gota de líquido se deposita sobre el material sólido donde se desea conocer la extensión del líquido sobre la superficie sólida. De aquí que los valores de δ_L por este método deban de diferir de los del método anterior (L.A).

El método es descrito por Adamson (16) y Porter (19), recomendándose con una precisión de 0.2%. La determinación de ϕ es otra de las variables que pueden medirse directamente por este método, y en este caso sí es deseable saber la extensión que tiene la solución de resina sobre la superficie fibrosa. Considerándose por este motivo el valor de ϕ como específico del sistema fibra/resina/solvente.

El dispositivo óptico utilizado ya ha sido referido en trabajos anteriores (27), siendo su función la de amplificar una silueta de la gota de líquido en contacto con el sólido y medir directamente sobre una pantalla iluminada los parámetros siguientes; ó tomando una imagen fotográfica sobre la cual se hacen las mediciones, estas son :

- r : Radio ecuatorial de la gota (cm)
- h : Altura desde el diámetro ecuatorial (cm)
- ϕ : Ángulo de contacto (ver fig. E.2)

- ρ : Peso específico de la solución (gr/cm³)
- F_a : Fracción peso de solvente en la solución de resina

Los valores son sustituidos en las ecuaciones 6 y 7 del texto. En la figura E.2 se muestra un esquema de la forma que adopta la gota del líquido al estar en contacto con el sólido fibroso.

La ecuación No. 7 adolece de servir para gotas de sustancias con valores de $\frac{h}{r} > 0.5$, así por tanto, valores mayores no es posible considerarlos pues el valor del parámetro es negativo. Esta limitante puede implicar que los ángulos de contacto considerados sólo sean bajos, o sea, en gotas donde el diámetro corresponde al tamaño del asentamiento de la gota. Por lo que el tamaño de las gotas tiene que ser muy semejante (1/10 ml) en cada determinación. (ver referencia 27, equipo utilizado).

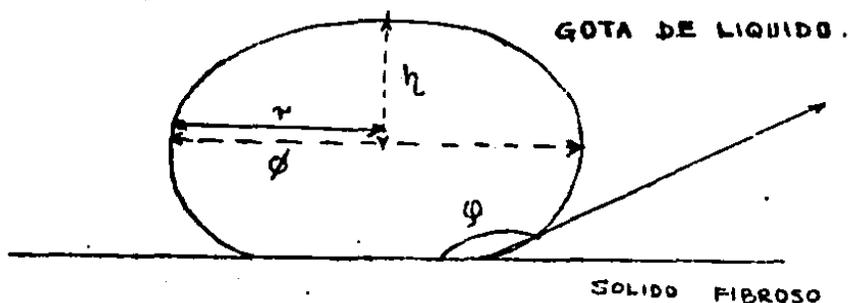


Fig. E.2

APENDICE 'F'

TABLA DE SIMBOLOS

f_a	Relación entre el peso de una masa de agua y resina (m_a/m_r)
f_c	Relación entre el peso de una masa de emulsión de cera y una masa de resina (m_c/m_r)
∇, ∇_c	Esfuerzo a la tensión paralelo a las caras hasta el punto de ruptura (kg/cm^2)
E	Módulo elástico a la tensión (kg/cm^2)
∇^*	Esfuerzo en el límite elástico (kg/cm^2)
ϵ	Deformación unitaria de un material
t	Tiempo de procesado o polimerización (min)
T	Temperatura de polimerización o curado de resina ($^{\circ}\text{C}$)
$\%R$	Porcentaje de resina ($100 \times F_r$)
m_s	Masa de sólidos de resina (gr)
m_f	Masa de fibra de caña (gr)

m_a	Masa de agua (gr)
m_r	Masa de resina Uréa Formaldehido (gr)
C, C_{max}	Carga máxima ejercida sobre una muestra (kg)
A_0	Sección transversal de una probeta de tensión (cm)
F_s	Fracción peso de sólidos de resina
F_f	Fracción peso de fibra de caña
F_a	Fracción peso de agua en la solución de resina
V_c	Esfuerzo a la tensión del material compuesto (ruptura) (kg/cm^2)
V_s	Esfuerzo a la tensión del polímero puro (ruptura) (kg/cm^2)
V_f	Esfuerzo a la tensión teórico de la fibra pura - (ruptura) (kg/cm^2)
ρ_s	Peso específico del sólido polimérico de Urea For maldehido (gr/cm^3)
ρ_c	Peso específico del material compuesto (gr/cm^3)
E_c	Módulo elástico del material compuesto
E_f	Módulo elástico de la fibra de caña

E_s	Módulo elástico del sólido polimérico
ρ_f	Peso específico de la fibra de caña gr/cm^3
ϕ_0	Diámetro original (cm)
L_0	Longitud original (cm)
ΔL	Incremento de longitud (cm)
$>$	Mayor que
$<$	Menor que
\bar{m}, b	Pendiente y coordenada al origen de una recta
\bar{M}	Peso molecular de un polímero ($\text{gr}/\bar{\text{gr}}$)
ϕ	Angulo de contacto entre un líquido y sólido
$\gamma, \gamma_L, \gamma_L/A$	Tensión superficial del líquido en contacto con su vapor (dn/cm), (Erg/cm^2)
γ_c	Tensión superficial crítica
W_a	Trabajo de adhesión según definición de Dupre (Erg/cm^2)
Π	Presión de película (dn/cm)
π	3.1416
γ_s	Energía de superficie del sólido (Erg/cm^2)

- G Aceleración de la gravedad terrestre $9.8\text{m}/\text{seg}^2$
- β Coeficiente de Zisman
- m Masa equivalente para elevar un arillo que forma una película de líquido (gr)
- UF Uréa Formaldehido
- E_q . Ecuación matemática
- GE Método de la gota estática para determinar γ y ϕ
- LA Método del levantamiento del arillo para δ_L
- V Velocidad de giro (RPM) para prueba de viscosidad en un aparato Brookfield
- \approx Aproximadamente, equivalente
- \propto Proporcional