

Desarrollo de materiales laminados de fibra de henequén-resina poliéster

Hugo Vega, Uriel Ramirez, Omar Jiménez, y Omar Mendoza

H. Vega, U. Ramirez, O. Jimenez y O. Mendoza.

Universidad Aeronautica en Querétaro, Carretera estatal 200 Querétaro-Tequisquiapan No 22154, Colón, Querétaro, C.P. 76270

omar.jimenez@unaq.edu.mx

M. Ramos., V.Aguilera., (eds.) .Ciencias de la Ingeniería y Tecnología, Handbook -©ECORFAN- Valle de Santiago, Guanajuato, 2014.

Abstract

A laminated composite of sisal fiber - polyester resin was developed using tissue in a plane orthogonal setting [0/45]s used to manufacture the hand layup process and resin infusion . The actual fraction of resin was determined and the resulting porosity of the process was checked . The use of the process of infusion was found to have much greater control in the uniformity of the resin content for the type of fabric used for making fiber content of 30% by volume with a minimum quantity of pores in comparison with the hand layup process , the which was deficient to generate areas of high resin concentration and areas where it was drained by gravity to the low viscosity resins used . Infusion material obtained by microscopy and mechanical tests were evaluated. The paper concludes that the infusion process represents clear advantages for the development of natural fiber laminate compared the hand lay up method . Results are discussed and new lines of research for developing applications with these materials are proposed.

8 Introducción

En el desarrollo de nuevos materiales compuestos, se ha buscado el desarrollo de sistemas más amigables con el medio ambiente. Para ello, el desarrollo de compuestos con fibras naturales ha sido uno de los campos que se han desarrollado de manera extensa.

Debe de recordarse que un material compuesto está formado por dos o más materiales identificables y distintos que se unen para formar una combinación de propiedades que no pueden obtenerse en los materiales originales. Los componentes de un material compuesto son el refuerzo o parte discreta (normalmente la fibra) y la matriz o fase continua. En el primer caso, la función principal de la fibra es proporcionar resistencia y rigidez a los materiales, y para el segundo, la matriz se encarga de sujetar las fibras en su posición correcta y proteger las fibras del medio ambiente, permitiendo la redistribución de los esfuerzos entre las fibras contenidas en la matriz. En este sentido, las propiedades de un material compuesto dependen de las propiedades de los materiales originales, la interfase que se forma entre los mismos, y la fracción volumétrica que existe entre cada uno de ellos, como lo refleja la regla de las mezclas para el caso de reforzamientos unidireccionales:

$$X_c = X_f v_f + X_m v_m \quad (8)$$

Donde X refiere a la propiedad de interés y v a la fracción ya sean de la fibra(subíndice f) o la matriz (subíndice m)

Entre las matrices más utilizadas se encuentran las resinas termoestables, las cuales han tenido un gran desarrollo debido principalmente a la facilidad para humectar y embeber los refuerzos debido a la facilidad de proceso. Esto último se debe a que por lo regular se parte de sistemas de precursores líquidos con una viscosidad baja que permite el desplazamiento del aire contenido entre los refuerzos utilizados con relativa facilidad. En el caso particular de los sistemas de compuestos laminados, dos de las resinas mas utilizadas son las de los sistemas Epóxico y Poliester, definidas por la arquitectura molecular características de las estructuras cíclicas que se forman al momento de curado.

Este proceso consiste en la reacción química de los precursores que formarán estructuras macromoleculares de alto peso, las cuales interaccionan entre si para forman retículas tridimensionales que conferirán al material la solides y propiedades mecánicas propias de cada sistema. Por otro lado, estas reticulaciones harán que el material no pueda fluir no importando la temperatura a la que le someta, lo que les da el nombre de termoestables.

En el caso de los refuerzos de interés, existen dos tipos de fibras, naturales y sintéticas. Algodón, yute y sisal son algunos ejemplos de las fibras naturales, y el vidrio, nylon y carbón son algunos ejemplos de las fibras sintéticas. Estas últimas han sido utilizadas en una amplia cantidad de aplicaciones por sus propiedades mecánicas relevantes, siendo utilizadas para la fabricación de componentes de alto desempeño, incluso remplazando a los metales en aplicaciones donde se requiere un alto desempeño y bajo peso. Sin embargo, los inconvenientes de las mismas, como su problema para la disposición final de los productos, así como los requerimientos energéticos para la generación de las fibras además del costo del proceso de producción de la fibra, han hecho que se busque la alternativa para varias aplicaciones en las fibras naturales.

Las fibras naturales son renovables y menos costosas, pero sus propiedades mecánicas son menores que las fibras sintéticas. No obstante lo anterior, existen fibras naturales que tienen características relevantes y que en el pasado ya han sido utilizadas como fibras técnicas. En el caso del henequén, esta fibra fue utilizada ampliamente hasta inicios de los 70's como la principal fuente de fibra para los cabos marítimos, aunque por cuestiones de la degradación micótica, esta fibra fue desplazada por las fibras sintéticas como la poliamida. Sin embargo, la utilidad de esta fibra ha sido estudiada ampliamente por varios grupos[Sangthong 2009, Canché 2010, Jasso].

La fibra de henequén se obtiene a partir del agave del mismo nombre, el cual contiene una gran cantidad de estructuras fibrilares de gran longitud en sus hojas o pencas, las cuales son trituradas a fin de desprender la fibra de las estructuras de parénquima con la planta en verde. Su gran fracción de celulosa hace que la fibra sea muy superior a las de otros agaves o plantas, siendo esta su principal ventaja[Chiquito 2009].

Para la fibra de henequén proveniente de Yucatán, en la tabla 1 se reportan las siguientes propiedades:

Tabla 8 Propiedades de la fibra de henequén. [Cruz, 2010].

Propiedad	Valor
Diámetro	170 micras (+/- 5 μm)
Densidad aparente	1.49 g/cm^3
Módulo de elasticidad	12 GPa
Resistencia a la tracción	560 MPa

Otra de las ventajas de esta fibra, es la existencia de la infraestructura para su producción, ya que muchas de las plantaciones y factorías siguen existiendo, aunque con una marcada subutilización. Según un estudio realizado en 2011 México, produce alrededor de 5,000 ton de henequén yucateco, el 1.6% mundial, y de 30,000 ton de henequén verde tamaulipeco. Mientras los mayores productores son: Brasil que produce cerca del 40% mundial (120,000 ton), China alrededor del 20% (60,000), Tanzania el 10% (30,000), Kenia el 8.3% (25,000) y Madagascar cerca del 3% (9,000). [DGAPeYAS 2011]

El objetivo del trabajo del grupo ha sido el desarrollo de un material compuesto laminado que permita el uso de fibras de henequén en aplicaciones como paneles, siendo en lo particular de este artículo el evaluar los procesos de producción que pueden ser utilizados para tal fin. De esta forma es la determinación del proceso mas viable para la fabricación de paneles de laminados henequén-poliéster el objetivo central de este escrito.

Lo anterior viene como una línea de investigación dirigida al uso de fibras naturales, en especial las de henequén, en aplicaciones de tipo técnico, permitiendo mediante el uso de técnicas convencionales de fabricación el desarrollo de piezas automotrices y aeronáuticas. Para ello se requiere del conocimiento adecuado de la capacidad de procesamiento de los materiales y de las propiedades alcanzadas a fin de determinar su posibles usos.

8.1 Materiales y métodos

Preparado de los materiales

Trabajos previos del grupo desarrollados utilizando fibras de agave lechuguilla mostraron una mayor adherencia de la resina poliéster a la fibra que al usar resina epoxica[Olvera 2013]. Esto en parte se puede deber a la presencia de humedad de la fibra. En todo caso para este proyecto se decidió el uso de la resina poliéster. Para el desarrollo del material se utilizó una resina poliéster ortoftálmica curada usando un catalizador MEKP (Peróxido de Metil-Etil-Cetona) en proporción en masa del 4%.

Se trabajó con un textil de henequén planchado con patrón plano ortogonal (Plain wave 1x1). La fibra procede de la zona henequenera de Yucatán, México. Para el desarrollo de los laminados se utilizaron arreglos cuasiisotrópicos en una configuración [0,45]_s, por lo que se utilizaron 4 capas del textil de 30x30cm por cada probeta.

Se fabricaron las muestras por los métodos de han layup e infusión. En el primer caso, se pesaron las fibras para cada muestra, preparando según el caso el 200% en peso de resina con catalizador. Se utilizó una película de poliéster (Mylar) como base para la fabricación de las muestras, colocando en la primera capa la fibra a 0 grados, aplicando la resina hasta su saturación. Se colocaron las dos capas a 45 adicionando entre ambas suficiente resina para cubrir la fibra, presionando la misma para asegurar la completa inmersión de la tela, cubriendo al final el conjunto con la tela a 0 grados aplicando resina de manera similar. Para la manufactura de los laminados se utilizó el proceso de infusión de resina asistida por vacío.

En esta metodología la resina líquida atraviesa el tejido de fibra de henequén ayudada por las fuerzas de succión provocadas por el vacío previamente realizado sobre el tejido. Se utilizó un molde cuadrado de aluminio, ello con la finalidad de que el metal actúe como un disipador de calor y como consecuencia la reacción de polimerización se ralentice. Una polimerización más lenta provoca que la resina mantenga una integridad estructural y no se fragmente, además la temperatura alcanzada en una reacción lenta es menor que la temperatura que se alcanza en una polimerización más rápida[Campbell 2004].

Se utilizaron 4 cuadrados de tejido ortogonal (0° - 90°) de 30 cm por lado. Los cuadrados se colocaron encima del molde previamente preparado por el procedimiento estándar de preparación. El procedimiento consiste en una limpieza con acetona y la aplicación de desmoldante.

Las fibras de henequén se cubrieron con tela peel ply para facilitar la distribución de la resina y evitar la adhesión de los elementos constituyentes de la bolsa de vacío y del sistema de distribución de la resina. Este conjunto se cubrió con malla transportadora para facilitar el flujo tanto de la resina como del aire a succionar. En el centro de esta malla se colocó un dispositivo para la inyección de la resina.

Para asegurar que el vacío se generara uniformemente, el molde fue bordeado con una manguera espiral que permite el paso del aire y lo dirige al punto de succión.

Esta manguera fue recubierta con tela peel ply para evitar que succionara la bolsa de vacío (figura 1). Se utilizó una bolsa de poliamida y sellador de butilo (tacky tape) para el armado de la bolsa de vacío. Una vez sellada la bolsa de vacío se conectó a la bomba de vacío para verificar que no existieran fugas por presión negativa (figura 2).

Figura 8 Molde preparado con el apilado de fibras de henequén, peel ply y malla transportadora.

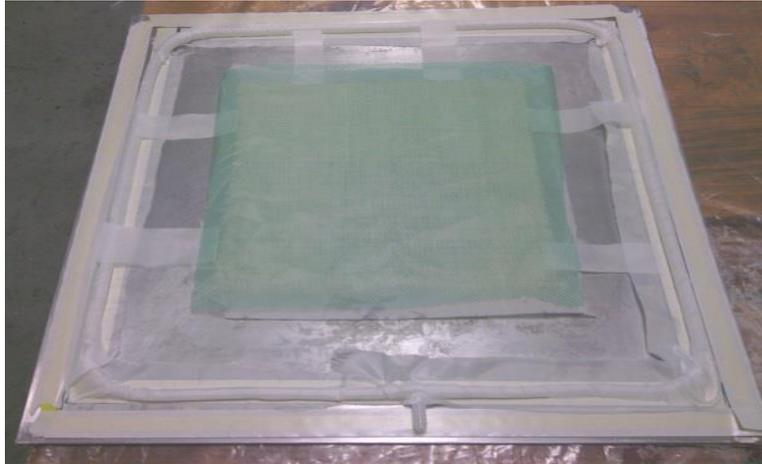
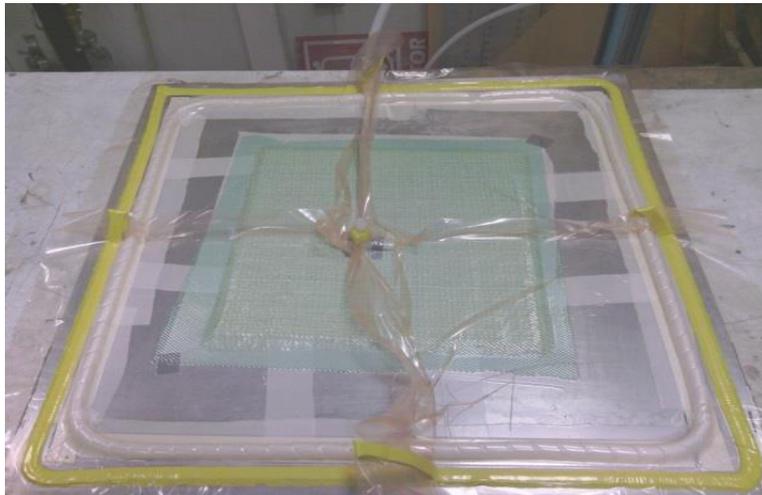


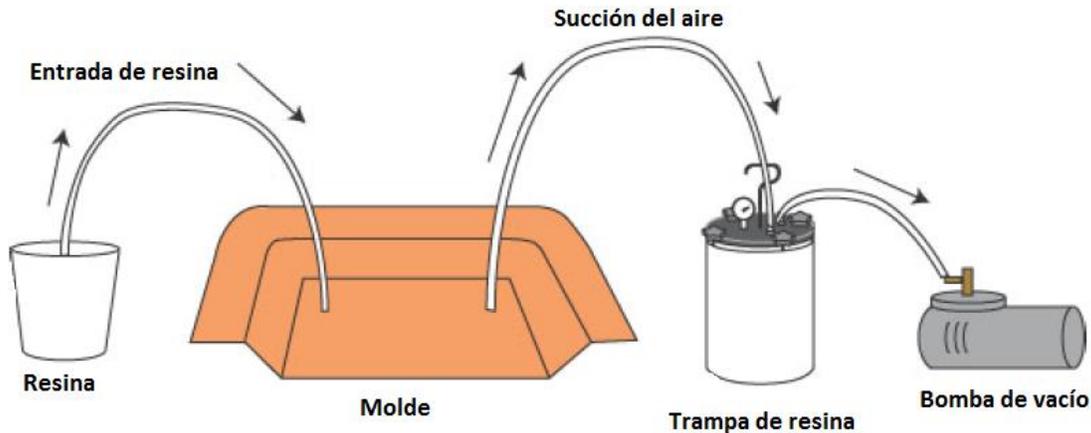
Figura 8.1 Prueba de vacío.



Una vez corroborado esto, se procedió a la preparación de la resina. Se utilizó una proporción de 96 % de resina y 4 % de catalizador. Para un espesor final del laminado de 8mm se propuso utilizar 800 g de resina.

La mezcla de 800 g de resina preparada consistió en 768 g de resina y 32 g de catalizador. Se configuró el sistema según el esquema de figura 3, con la resina y el catalizador ya mezclados y se procedió con la infusión.

Figura 8.2 Configuración del sistema para la infusión de resina poliéster en fibra de henequén



Una vez que la resina alcanzó el punto de gelación, se apagó la bomba de vacío. El laminado se dejó curando durante 20 h. Al término de este tiempo, el molde se desconectó de la trampa de resina y de la entrada de resina; enseguida se desmoldó la pieza final.

Análisis de los materiales

- Inspección visual

Se determinó visualmente la calidad de la pieza fabricada, registrando zonas donde se registrara evidencia de ausencia de resina, así como evidencia de defectos como burbujas. Igualmente se midió el espesor de la muestra y se pesó para determinar la fracción en peso de la resina y la fibra usadas.

- Inspección por microscopía

Se seccionaron 2 muestras de 2.5x2.5 cm, una a 0 y otra a 45 grados, y se preparándose de acuerdo a los procesos convencionales para observaciones metaligráficas, omitiendo el ataque de la superficie. Se sometieron a microscopía óptica de luz reflejada en un microscopio Zeiss, analizando conteo de partículas y el porcentaje de área correspondiente a estas. En base a ello se determinó las fracciones volumétricas de la fibra y la matriz, así como registró la porosidad de la pieza.

- Ensayos de tensión

Se cortaron 6 muestras de 2.5 cm x 20 cm de acuerdo a la norma ASTM D3039M-08[ASTM 2008] y se sometieron a un ensayo de tensión cuasiestático con un velocidad de deformación de 2 mm/min en una máquina instron servohidráulica. Se recuperaron las curvas fuerza-desplazamiento para generar la curva esfuerzo deformación, evaluando los puntos de interés como esfuerzo nominal de fluencia y esfuerzo último, así como el módulo de elasticidad.

8.2 Resultados y discusión

En el caso del materiales procesado por hand layup, los resultados obtenidos de la manufactura con la tela de henequén fueron deficientes, debido a que la tela es excesivamente abierta, lo que permitió un drenado de la resina en especial en las zonas periféricas de la pieza. Esto ocasionó zonas con marcada ausencia de resina (figura), lo que impide el desarrollo de otras caracterizaciones debido a la dificultad de obtener muestras que presenten un continuo, si bien hay que destacar que las fibras presentan un recubrimiento por la resina utilizada. De lo anterior, se puede determinar que la alta fluidez de la resina utilizada ocasionó el drenado por gravedad de la resina debido a lo abierto del tejido, lo cual indica que este proceso no es el indicado para este tipo de materiales. En el caso de los materiales obtenidos por el proceso de infusión se obtuvo que la resina se dispersó convenientemente en el material como se puede apreciar en las fotografías del proceso (figuras 4 a 5).

Figura 8.3 Inicio del proceso de infusión en el laminado de henequén

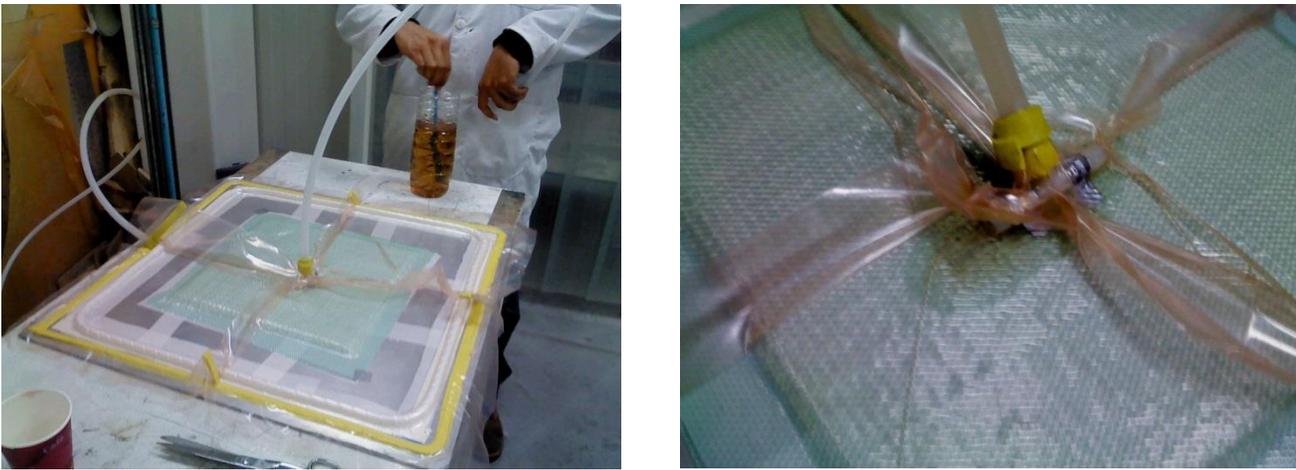
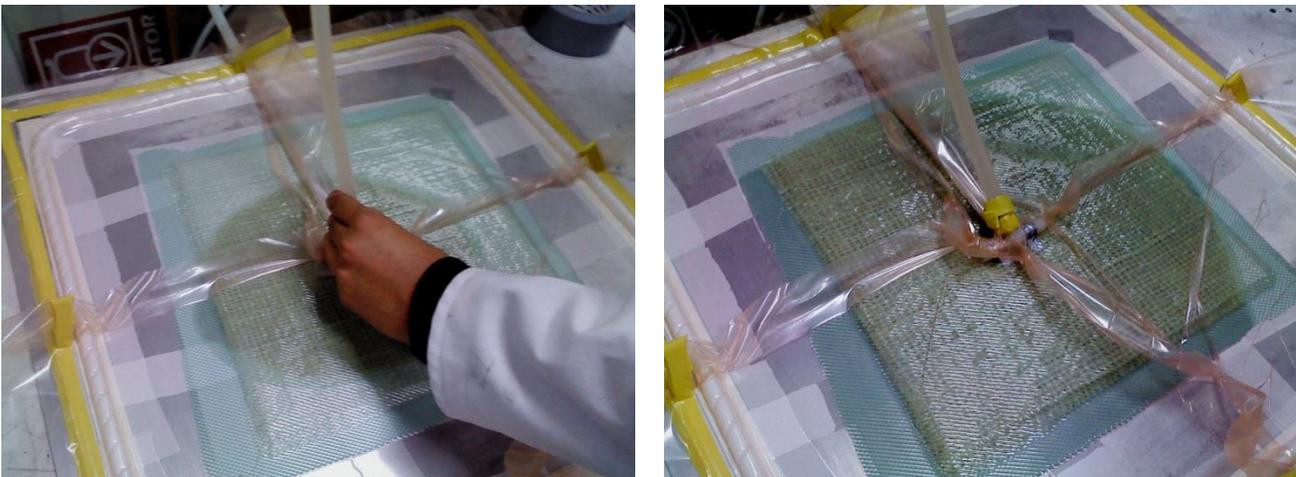


Figura 8.4 Progreso de la infusión al 50 y 90 %



Si bien durante el proceso se presentaron algunas irregularidades en el reemplazo del aire por la resina atribuibles a la excentricidad del punto de inyección (figura 5 derecha), la pieza final que se obtuvo no presentó zonas con ausencia de resina, quedando un espesor uniforme sin la presencia de fibra seca como se ve en la figura 6

Figura 8.5 Placa de fibra de henequen obtenida por el método de infusión con 4 capas de tejido ortogonal y fibra poliéster.



En términos generales, el proceso de infusión probó en este caso ser adecuado debido a la contención que genera la bolsa de vacío, permitiendo el llenado del entramado de las diferentes capas en comparación con el método de hand layup, lo que permite el uso de tejidos comerciales de henequén.

En un análisis de las fracciones volumétricas, a partir del peso de la fibra y de la resina utilizada en el proceso, se pueden usar las expresiones 2 y 3

$$v_f = \frac{\frac{\% \text{ de peso Fibra}}{\rho \text{ Fibra}}}{\frac{\% \text{ de peso de Fibra}}{\rho \text{ Fibra}} + \frac{\% \text{ de peso de Resina}}{\rho \text{ Resina}}} \quad (8.1)$$

$$v_r = \frac{\frac{\% \text{ de peso de Resina}}{\rho \text{ Resina}}}{\frac{\% \text{ de peso de Fibra}}{\rho \text{ Fibra}} + \frac{\% \text{ de peso de Resina}}{\rho \text{ Resina}}} \quad (8.2)$$

Donde se tiene que:

$$\rho \text{ resina} = 1.16 \text{ g/cm}^3; \% \text{ peso resina} = 0.72$$

$$\rho \text{ fibra} = 1.49 \text{ g/cm}^3; \% \text{ peso fibra} = 0.28$$

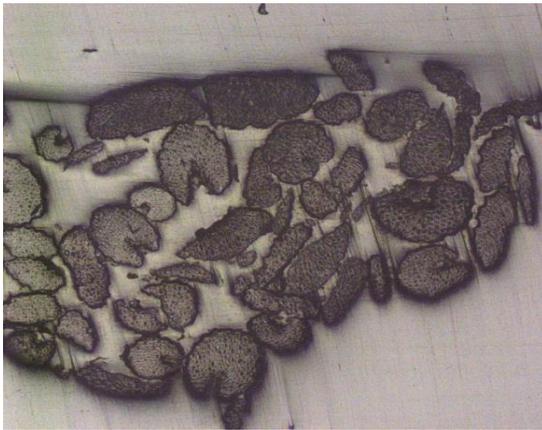
Sustituyendo valores se obtuvo una fracción volumétrica de fibra de 23.3%, principalmente debido a lo abierto del tejido como se aprecia en la figura 6 derecha. Esto sin embargo puede mejorar si se utilizan tejidos más abiertos o bien laminados unidireccionales, lo que permitiría alcanzar fracciones de fibra cercanas al 50%.

En la figura 7 se puede apreciar una fotografía del material. No se encuentra la presencia de poros evidentes, aunque se hace notar que el contenido de resina es relevante. Por otro lado, se puede apreciar en la figura 8 la imagen de las fibras de henequén inmersas en la resina. Se hace notar que se presentan la disgregación de los paquetes de fibra dentro del material.

Figura 8.6 Fotografía de la sección del material obtenido por infusión



Figura 8.7 Micrografías de las fibras inmersas en la resina.



En estas micrografías se puede ver una adecuada dispesión de la resina en el entramado de las fibras, si bien estas se encuentran agrupadas en los cabos. Por otro lado, el disgregamiento de las microfibras puede deberse al daño mecánico en el proceso de planchado de la tela.

Del análisis de las micrografías se pueden calcular las áreas ocupadas por las fibras, la resina y los microporos que se llegaron a registrar. Dado que:

$$A_T = A_f + A_r + A_p \quad (8.3)$$

Al multiplicar todos por una longitud unitaria perpendicular al plano de las micrografías,

$$V_T = V_f + V_r + V_p \quad (8.4)$$

Dividiendo entre el volumen total

$$1 = v_f + v_r + v_p = \frac{1A_r}{1A_T} + \frac{1A_r}{1A_T} + \frac{1A_p}{1A_T} \quad (8.5)$$

Igualando termino a termino:

$$v_f = \frac{A_f}{A_T}; v_r = \frac{A_r}{A_T}; v_p = \frac{A_p}{A_T}; \quad (8.6)$$

Del análisis de las áreas de diferentes micrográficas se obtuvieron los valores de areas promedio promedios y las fracciones volumétricas que se muestran en la tabla 2:

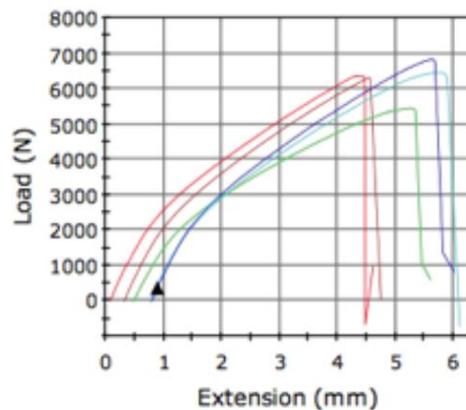
Tabla 8 valores de fracciones volumétricas obtenidas por la microscopía. Area total x muestra $2560000\mu\text{m}^2$

	Area promedio μm^2	Fracción volumétrica
Fibra	561064.75	0.2192
Resina	1975998.65	0.7719
Poros	22936.6	0.0090

Los valores son muy cercanos a los obtenidos a través de los pesos del laminado generado. La diferencia se puede deber que en el primer caso los poros fueron despreciados, además de que se incluyen áreas pobres en resina en los extremos del laminado.

En la figura 9 se muestran las gráficas de carga contra elongación obtenidas del ensayo de las probetas. Se puede apreciar la consistencia del comportamiento de las probetas y el comportamiento no lineal del mismo. Esto se debe a que tanto la matriz como la fibra son de tipo polimérico, además de la presencia de las capas a 45 grados. La consistencia de las pruebas reflejan un proceso que permite un material bastante homogéneo.

Figura 8.8 Curvas de carga contra elongación para los ensayos de tensión aplicados al material compuesto



En cuanto las propiedades mecánicas del compuesto obtenido, en la tabla 3 se reportan las propiedades obtenidas del ensayo de tracción.

En el caso del modulo de elasticidad se puede apreciar que la desviación estándar es reducida, lo que nos habla de una dispersión baja, quedando el promedio en 2.6 GPa. El esfuerzo a la cedencia calculado por medio de una paralela a zona lineal con el 0.02% de deformación da de 21.7 MPa, cerca de la mitad del esfuerzo de ruptura de 41.36 MPa.

Tabla 8.1 Resultados de las pruebas de tensión

Probeta	E (Gpa)	Esfuerzo cedencia (MPa)	Esfuerzo ruptura (Mpa)
1	2.856	22.9342	41.222
2	2.827	22.2272	41.029
3	2.423	18.8208	34.761
4	2.609	21.4794	41.933
5	2.769	22.8143	43.936
6	2.504	22.522	45.28
Promedio	2.66467	21.79965	41.36017
Desv est	0.17953	1.54903	3.63334

Estos valores son afectados por el alto volumen de matriz, por lo que se espera que si se mejora la fracción de volumen de la fibra estas propiedades incrementarán de forma sustancial. Ahora bien, el sistema es cuasiisotropico, por lo que el efecto del refuerzo es menor que si se utiliza una configuración ortogonal o una unidireccional.

8.3 Conclusiones

Se concluye que el proceso de infusión de resina es el más adecuado para el desarrollo de compuestos laminados a partir de sistemas tejidos de henequen. La calidad de las piezas obtenidas y la consistencia del material es relevante, mostrando que el proceso genera una distribución adecuada de resina, pues no hay una discrepancia relevante entre los valores de las fracciones volumétricas del laminado completo y aquellas calculadas a partir de la micrografías en diferentes zonas del material.

Las propiedades reportadas pueden ser mejoradas por medio del uso de tejidos mas cerrados o bien laminados unidireccionales para disminuir la fracción de resina

Agradecimientos

El trabajo fue apoyado por el programa de nuevos talentos promovido por el CONCYTEQ en su convocatoria 2013

Referencias

Sangthong S,(2009) “Mechanical property improvement of unsaturated polyester composite reinforced with admicellar-treated sisal fibers”, *composite Part A: applied science and manufacturing*, 40(6-7) july, pages 687-694.

Canché, G. (2010) *Los materiales compuestos y la unidad de materiales*, Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. México.

Jasso, C. *Fibras celulósicas como agentes de refuerzo para resinas poliéster entrecruzadas con estireno o acrilato de butilo*, Departamento de Ingeniería Química, CUCEI, Universidad de Guadalajara. México.

Chilquillo, Francisco Adriano (2009) “el sisal”, *Universidad Nacional De Ingeniería* <http://es.scribd.com/doc/30102443/Monografia-de-Sisal>.

Cruz, C. (2010) *Química aplicada y la división de química*, Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. México.

DGAPEyAS (2011) Monografía del henequén y sisal, *Dirección General Adjunta de Planeación Estratégica y Análisis Sectorial, Dirección Ejecutiva de Análisis Sectorial, FINANCIERA RURAL*

Olvera G. Ma. Dolores, Jiménez A. Omar A., Mendoza E. Omar (2013). Caracterización de un proceso de manufactura para la obtención de compuestos de fibra de agave unidireccional resina epoxica y poliéster, *Memorias del 15 verano de la ciencia región centro*, CONACYT (293-297)

Cambell F.C.(2004) *manufacturing processes for advanced composites*, Elsevier.

ASTM (2008) D3039 / D3039M - 08 Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials.