



UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

Deformación y fractura de una resina epóxica reforzada con fibras de algodón

Cristian Lozano Tafur

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica

Bogotá, Colombia

2016

Deformación y fractura de una resina epóxica reforzada con fibras de algodón

Cristian Lozano Tafur

Tesis o trabajo de investigación presentada(o) como requisito parcial para optar al título
de:

Magister en Materiales y Procesos

Director (a):

PhD. Rodolfo Rodríguez Baracaldo

Codirector (a):

MIng. Edgar Espejo Mora

Línea de Investigación:

Caracterización de materiales

Grupo de Investigación:

IPMIM - Innovación de procesos de manufactura e ingeniería de materiales

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica

Bogotá, Colombia

2016

(Dedicatoria)

*Dedico este trabajo a mi familia por su apoyo
incondicional en cada instante de mi vida.*

*“Si buscas resultados distintos, no hagas
siempre lo mismo.”*

ALBERT EINSTEIN (1879-1955)

Agradecimientos

A la universidad Nacional de Colombia, por permitirme realizar mis estudios, a los ingenieros Rodolfo Rodríguez Baracaldo y Edgar Espejo Mora, por guiarme y ayudarme a adquirir el conocimiento necesario para el desarrollo de esta investigación.

Resumen

En este trabajo, fue estudiada la influencia del proceso de fabricación (VARTM) y el tratamiento químico con hidróxido de sodio (NaOH), aplicado sobre las fibras, en las propiedades mecánicas de un material compuesto constituido por una resina epóxica reforzada con fibras de algodón. Se realizó un análisis de las fibras por medio de espectroscopia infrarroja, con el fin de detectar el efecto en los enlaces del tratamiento químico y fueron evaluadas las propiedades mecánicas del material compuesto mediante ensayos de tensión y tenacidad de fractura.

Se pudo observar que el tratamiento químico no provoca una diferencia notable en el rompimiento de los enlaces de hidrogeno del material, por lo tanto, el material compuesto al cual se afectaron menos sus propiedades mecánicas fue aquel material sin tratamiento químico. A partir de los ensayos mecánicos se determinó que el proceso de fabricación mejora las propiedades mecánicas del material compuesto, observando un aumento en la resistencia última, módulo de elasticidad y deformación ÚLTIMA. Por medio de un análisis fractográfico, se pudo observar que el proceso de fabricación disminuye notoriamente los defectos como poros, impurezas y defectos superficiales, también se puede observar una mejora en la interfaz fibra/matriz y una mejor humectación entre fibras.

Palabras clave: Material biocompuesto, fibra de algodón, tratamiento alcalino, propiedades mecánicas, tenacidad de fractura translaminar, FTIR, fractografía.

Abstract

This work studies the influence of the manufacturing process (VARTM) and chemical treatment with sodium hydroxide (NaOH), applied on the fibers, on the mechanical properties of a composite material constituted by epoxy resin reinforced with cotton fibers. An analysis of the fibers was performed by means of infrared spectroscopy, in order to detect the effect on links chemical treatment and were evaluated the mechanical properties of the composite material by tensile testing and fracture toughness.

It was observed that the chemical treatment does not cause a noticeable difference in breaking the hydrogen bonds of the material, therefore, the compound to which material is less affected their mechanical properties was that material without chemical treatment. From the mechanical tests determined that the manufacturing process improves the mechanical properties of the composite, observing an increase in the ultimate strength, modulus of elasticity and ultimate strain. Through a fractography analysis, it was observed that the manufacturing process noticeably decreases defects as pores, impurities and surface defects, you can also be observed an improvement in the interface fiber / matrix and better wetting between fibers.

Keywords: Biocomposite material, cotton fiber, alkali treatment, mechanical properties, fracture toughness translaminar, FTIR, fractography.

Contenido

Agradecimientos.....	V
Resumen.....	VII
Abstract.....	VIII
Lista de figuras.....	XI
Lista de tablas.....	XIII
Lista de fotografías.....	XV
Lista de gráficas.....	XVI
Símbolos y abreviaturas.....	XVII
Introducción.....	18
1. Fundamentos Teóricos.....	21
1.1 Materiales Compuestos.....	21
1.2 Matrices Orgánicas.....	22
1.2.1 Matrices epóxicas.....	24
1.2.2 Curado de resinas epóxicas.....	25
1.3 Materiales de Refuerzo.....	28
1.3.1 Fibras naturales.....	28
1.3.2 Estructura y propiedades de las fibras naturales.....	29
1.3.3 Fibra de algodón.....	33
1.4 Adherencia e Interfaz Entre Matriz y Refuerzo.....	35
1.4.1 Tratamientos a la fibra y modificación.....	37
1.4.2 Tratamiento alcalino (Mercerización).....	37
1.5 Métodos de fabricación.....	38
1.5.1 Hand lay – up.....	39
1.5.2 Moldeo por vacío.....	40
1.5.3 Moldeo de transferencia de resina asistida por vacío (VARTM).....	40
1.6 Procesos de Caracterización.....	42
1.6.1 Caracterización química: Espectroscopia FTIR.....	42
1.6.2 Caracterización mecánica.....	45
1.6.3 Caracterización de fallas.....	47
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	52
2.1 Diseño de Experimentos.....	52
2.2 Elaboración de las Muestras.....	59
2.2.1 Equipos y materiales.....	59
2.2.2 Preparación de las fibras.....	63
2.2.3 Tratamiento químico.....	64
2.2.4 Elaboración de los compuestos.....	65

2.3	Caracterización Química: Espectroscopia FTIR	68
2.4	Caracterización Mecánica de los Compuestos	68
2.4.1	Ensayo de tensión	68
2.4.2	Ensayo de tenacidad de fractura translaminar	69
2.5	Caracterización de fracturas	71
2.5.1	Estéreo microscopio	71
2.5.2	Microscopia electrónica de barrido (SEM)	74
3.	RESULTADOS	76
3.1	Caracterización Química: Espectroscopia FTIR	76
3.2	Caracterización Mecánica.....	77
3.2.1	Ensayo de tensión	77
3.2.2	Ensayo de tenacidad de fractura translaminar	85
4.	ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	91
4.1	Caracterización Química: Espectroscopia FTIR	91
4.2	Caracterización Mecánica.....	93
4.2.1	Ensayo de tensión	93
4.2.2	Ensayo de tenacidad de fractura translaminar	107
4.3	Caracterización de fallas.....	113
4.3.1	Probetas ensayadas a tensión.....	113
4.3.2	Análisis mediante SEM	121
4.3.3	Probetas ensayadas a tenacidad de fractura translaminar	131
4.3.4	Análisis mediante SEM	135
4.4	Relación entre los tratamientos químicos aplicados a las fibras y sus efectos sobre las propiedades mecánicas del material compuesto.....	141
4.5	Propiedades mecánicas finales del material compuesto	143
4.6	Comparación con otros estudios realizados.....	143
5.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	150
5.1	Conclusiones.....	150
5.2	Recomendaciones	151
A.	Anexo: Datos técnicos sistema epóxico	152
	Referencias.....	155

Lista de figuras

Figura 1. Clasificación de las materias primas en relación con los procesos de manufactura [21].....	23
Figura 2. Características generales de las matrices orgánicas [20].....	23
Figura 3. Estructura química de un grupo epóxido. Estructura general de la tabladietilentriamina (DGEBA) [21]	24
Figura 4. Perfil de temperatura típico de un material compuesto [27]	27
Figura 5. Temperatura de curado industrial (straight ramp – up) [27]	27
Figura 6. Clasificación de materiales compuestos por tipo, orientación y geometría del refuerzo [7].....	28
Figura 7. Clasificación de las fibras [34].....	31
Figura 8. Estructura general de una fibra natural [35].....	32
Figura 9. Estructura de la fibra de algodón [36]	33
Figura 10. Representación esquemática de la fibra de algodón [36]	34
Figura 11. Esquema de la interfaz entre fibra y matriz [43]	36
Figura 12. Estructura típica de fibras celulósicas (i) sin tratar (ii) alcalizada [51].....	38
Figura 13. Esquema del proceso hand lay-up [60]	39
Figura 14. Elementos del moldeo por vacío [63].....	41
Figura 15. Proceso esquemático VARTM [65]	41
Figura 16. Espectro infrarrojo del poliestireno [72]	43
Figura 17. Modos de apertura de grieta [77].....	46
Figura 18. Fallas en un material compuesto [76].....	47
Figura 19. Modos de falla en compuestos laminados [81]	48
Figura 20. Fotografía SEM de la tela de algodón [90]	64
Figura 21. Arquitectura del laminado	66
Figura 22. Rampa de fabricación.....	67
Figura 23. Desmolde total del material compuesto	68
Figura 24. Montaje de las probetas de tenacidad a la fractura translaminar [74]	69
Figura 25. Superficie de fractura probeta T0V10	114
Figura 26. Superficie de fractura probeta T0V15	115
Figura 27. Superficie de fractura probeta T0V19	115
Figura 28. Superficie de fractura probeta T5V1	116
Figura 29. Superficie de fractura probeta T5V4	116
Figura 30. Superficie de fractura probeta T5V8	117
Figura 31. Superficie de fractura probeta T10V1	117
Figura 32. Superficie de fractura probeta T10V13	118
Figura 33. Superficie de fractura probeta T10V12	118
Figura 34. Superficie de fractura probeta T15V3	119
Figura 35. Superficie de fractura probeta T15V9	119
Figura 36. Superficie de fractura probeta T15V20	119
Figura 37. Superficie de fractura probeta T20V2	120
Figura 38. Superficie de fractura probeta T20V13	120
Figura 39. Superficie de fractura probeta T20V3	120
Figura 40. Superficie de fractura probeta T20V17	121
Figura 41. SEM superficie de fractura de las probetas a tensión.....	123

Figura 42. Superficie de fractura de la probeta T0V11	124
Figura 43. Superficie de fractura de la probeta T5V18	125
Figura 44. Superficie de fractura probeta T10V16	126
Figura 45. Superficie de fractura de la probeta T15V6	127
Figura 46. Superficie de fractura de la probeta T20V12	128
Figura 47. Superficie de fractura de las fibras para las probetas de tensión	129
Figura 48. Vista de la grieta para las probetas de tenacidad de fractura translaminar	130
Figura 49. Superficie de fractura probeta F0V12	132
Figura 50. Superficie de fractura probeta F5V3	132
Figura 51. Superficie de fractura probeta F10V2	133
Figura 52. Superficie de fractura probeta F10V5	133
Figura 53. Superficie de fractura probeta F15V1	134
Figura 54. Superficie de fractura probeta F15V8	134
Figura 55. Superficie de fractura probeta F20V2	135
Figura 56. Superficie de fractura probeta F20V8	135
Figura 57. Superficie de fractura de la probeta F0V16.....	137
Figura 58. Superficie de fractura de la probeta F5V16.....	138
Figura 59. Superficie de fractura de la probeta F10V17.....	139
Figura 60. Superficie de fractura de la probeta F15V19.....	140
Figura 61. Superficie de fractura de la probeta F20V13.....	141
Figura 62. Fractografía de la superficie de fractura para un compuesto de resina poliéster reforzada con (a) Tela de algodón cruzada (b) tela de algodón plana [104].....	148
Figura 63. Comparación de propiedades mecánicas entre procesos de fabricación (Hand lay – up / VARTM) de la presente investigación [90].....	149
Figura 64. Comparación de propiedades mecánicas entre procesos de fabricación (Hand lay – up / VARTM) para un material compuesto de matriz poliéster reforzado con kenaf [6].....	149

Lista de tablas

Tabla 1. Organización de las matrices orgánicas [20]	22
Tabla 2. Características más importante de las resinas epóxicas en contraste con otras resinas poliméricas [21] [24]	25
Tabla 3. Composición química de algunas fibras naturales [32]	32
Tabla 4. Composición química típica de la fibra de algodón [39] [36]	34
Tabla 5. Propiedades mecánicas de la fibras de algodón comparada con otras fibras naturales [40] [41].....	35
Tabla 6. Picos característicos de espectroscopia infrarroja para materiales lignocelulósicos [51].....	44
Tabla 7. Características típicas durante la examinación visual [80].....	49
Tabla 8. Calculo de potencia y tamaño de muestra	53
Tabla 9. Calculo de potencia y tamaño de muestra (continuación)	54
Tabla 10. Propiedades mecánicas resina epóxica COLREPOX 6090 [89]	61
Tabla 11. Dimensiones de los materiales para la fabricación de los compuestos.....	65
Tabla 12. Peso de la resina en función de las telas	66
Tabla 13. Peso de la resina y el endurecedor	66
Tabla 14. Condiciones ambientales de la fabricación.....	66
Tabla 15. Condiciones ensayo de tensión	69
Tabla 16. Dimensiones de las probetas ensayadas a tensión	70
Tabla 17. Condiciones de los ensayos de tenacidad de fractura	71
Tabla 18. Dimensiones de las probetas ensayadas a tenacidad a la fractura translaminar .	72
Tabla 19. Dimensiones de las probetas ensayadas a tenacidad a la fractura translaminar (continuación).....	73
Tabla 20. Probetas seleccionadas para análisis por SEM	74
Tabla 21. Porcentajes de transmisión para cada tratamiento químico en función de las bandas características de las fibras naturales, basada en la gráfica 1	77
Tabla 22. Propiedades del ensayo a tensión para las probetas con 0% y 5% de tratamiento con hidróxido de sodio.....	79
Tabla 23. Propiedades del ensayo a tensión para las probetas con 10% y 15% de tratamiento con hidróxido de sodio.....	80
Tabla 24. Propiedades del ensayo a tensión para las probetas con 20% de tratamiento con hidróxido de sodio.....	81
Tabla 25. Código de fractura de las probetas a tensión	82
Tabla 26. Propiedades del ensayo a tenacidad de fractura translaminar para las probetas con 0%, 5% y 10% de tratamiento con hidróxido de sodio	86
Tabla 27. Propiedades del ensayo a tenacidad de fractura translaminar para las probetas con 15% y 20% de tratamiento con hidróxido de sodio	87
Tabla 28. Efecto del tratamiento químico sobre la resistencia última y el módulo de elasticidad – Celulosa (3200 m-1 – 3600 m-1).....	92
Tabla 29. Efecto del tratamiento químico sobre la resistencia última y el módulo de elasticidad – Hemicelulosa (cercana a 1730 m-1)	92
Tabla 30. Efecto del tratamiento químico sobre el porcentaje de deformación – Lignina (cercana a 1400 m-1)	93

Tabla 31. Efecto del tratamiento químico sobre el porcentaje de deformación – Lignina (cercano a 1243 m-1)	93
Tabla 32. Análisis descriptivo de la variable Módulo de elasticidad	94
Tabla 33. Estudio de normalidad de la variable Módulo de elasticidad	94
Tabla 34. Estudio de homocedasticidad para la variable Módulo de elasticidad	95
Tabla 35. Regresión del modelo de sobrevida de Weibull para la variable Módulo de elasticidad	95
Tabla 36. Distribución de Weibull para la variable Módulo de elasticidad.....	95
Tabla 37. Comparación múltiple de Bonferroni para la variable Módulo de elasticidad ...	96
Tabla 38. Análisis descriptivo de la variable Resistencia última.....	98
Tabla 39. Estudio de normalidad de la variable Resistencia última	98
Tabla 40. Estudio de homocedasticidad para la variable Resistencia última	98
Tabla 41. Tabla ANOVA para la variable Resistencia última.....	99
Tabla 42. Comparación múltiple de medias para la variable Resistencia última (Tukey) .	99
Tabla 43. Regresión del modelo de sobrevida de Weibull para la variable Resistencia última	100
Tabla 44. Distribución de Weibull para la variable Resistencia última.....	100
Tabla 45. Comparación múltiple de Bonferroni para la variable Resistencia última	101
Tabla 46. Análisis descriptivo de la variable Porcentaje de deformación	103
Tabla 47. Estudio de normalidad de la variable Porcentaje de deformación.....	103
Tabla 48. Estudio de homocedasticidad para la variable Porcentaje de deformación	103
Tabla 49. Tabla ANOVA para la variable Porcentaje de deformación	104
Tabla 50. Comparación múltiple de medias para la variable Porcentaje de deformación (Tukey).....	104
Tabla 51. Regresión del modelo de sobrevida de Weibull para la variable Porcentaje de deformación	105
Tabla 52. Distribución de Weibull para la variable Porcentaje de deformación	105
Tabla 53. Comparación múltiple de Bonferroni para la variable Porcentaje de deformación	106
Tabla 54. Estudio de normalidad de la variable Tenacidad de fractura.....	108
Tabla 55. Análisis descriptivo de la variable Tenacidad de fractura (transformada)	108
Tabla 56. Estudio de normalidad de la variable Tenacidad de fractura (transformada) ...	109
Tabla 57. Estudio de homocedasticidad para la variable tenacidad de fractura (transformada).....	109
Tabla 58. Tabla ANOVA para la variable tenacidad de fractura (transformada).....	109
Tabla 59. Comparación múltiple (Tukey) de medias para la variable Tenacidad de fractura (transformada).....	110
Tabla 60. Regresión del modelo de sobrevida de Weibull para la variable Tenacidad de fractura	110
Tabla 61. Distribución de Weibull para la variable Tenacidad de fractura	111
Tabla 62. Comparación múltiple de Bonferroni para la variable Tenacidad de fractura..	112
Tabla 63. Propiedades mecánicas finales del material compuesto (compuesto sin tratamiento).....	143
Tabla 64. Comparación de propiedades mecánicas entre la investigación del 2013 y la presente investigación [90]	146

Lista de fotografías

Fotografía 1. Vista frontal del horno.....	60
Fotografía 2. Sistema de calefacción del horno	60
Fotografía 3. Bomba de vacío.....	60
Fotografía 4. Trampa de resina	60
Fotografía 5. Tela desmoldante brioni	63
Fotografía 6. Tela absorbente bioto	63
Fotografía 7. Malla de distribución.....	63
Fotografía 8. Bolsa de vacío	63
Fotografía 9. Tubo espiral.....	63
Fotografía 10. Manguera se silicona.....	63
Fotografía 11. Cinta sellante de vacío.....	63
Fotografía 12. Tejido identificador de la urdimbre.....	64
Fotografía 13. Presión de fabricación	67
Fotografía 14. Inicio del proceso de fabricación	67
Fotografía 15. Finalización del proceso de fabricación	67
Fotografía 16. Ingreso del material al horno.....	67
Fotografía 17. Estéreo microscopio	74
Fotografía 18. Configuración y dimensiones de las muestras analizadas en SEM.....	75
Fotografía 19. Muestras recubiertas con oro.....	75
Fotografía 20. Equipo de SEM	75
Fotografía 21. SEM superficie de fractura del material compuesto investigado en 2013 [90].....	147
Fotografía 22. SEM material compuesto de la presente investigación	147

Lista de gráficas

Gráfica 1. Espectroscopia infrarroja para las fibras con los diferentes tratamientos químicos.....	76
Gráfica 2. Gráfica Esfuerzo – Deformación, probetas fabricadas con 0% de tratamiento .	83
Gráfica 3. Gráfica Esfuerzo – Deformación, probetas fabricadas con 5% de tratamiento .	83
Gráfica 4. Gráfica Esfuerzo – Deformación, probetas fabricadas con 10% de tratamiento	84
Gráfica 5. Gráfica Esfuerzo – Deformación, probetas fabricadas con 15% de tratamiento	84
Gráfica 6. Gráfica Esfuerzo – Deformación, probetas fabricadas con 20% de tratamiento	85
Gráfica 7. Gráfica Carga – Desplazamiento, probetas fabricadas con 0% de tratamiento .	88
Gráfica 8. Gráfica Carga – Desplazamiento, probetas fabricadas con 5% de tratamiento .	88
Gráfica 9. Gráfica Carga – Desplazamiento, probetas fabricadas con 10% de tratamiento	89
Gráfica 10. Gráfica Carga – Desplazamiento, probetas fabricadas con 15% de tratamiento	89
Gráfica 11. Gráfica Carga – Desplazamiento, probetas fabricadas con 20% de tratamiento	90
Gráfica 12. Comparación del porcentaje de transmisión de los picos característicos entre los tratamientos químicos aplicados a la fibra	92
Gráfica 13. Diagrama de caja para la variable Módulo de elasticidad	94
Gráfica 14. Gráfica de sobrevida para la variable Módulo de elasticidad	96
Gráfica 15. Diagrama de caja para la variable Resistencia última	97
Gráfica 16. Gráfica de sobrevida para la variable Resistencia última	101
Gráfica 17. Diagrama de caja para la variable Porcentaje de deformación	102
Gráfica 18. Gráfica de sobrevida para la variable Porcentaje de deformación.....	106
Gráfica 19. Diagrama de caja para la variable Tenacidad de fractura	107
Gráfica 20. Gráfica de sobrevida para la variable Tenacidad de fractura.....	112
Gráfica 21. Gráfica Esfuerzo – Deformación del material compuesto analizado en 2013 [90].....	144
Gráfica 22. Gráfica Esfuerzo – Deformación obtenida en la presente investigación (Probeta T0V11).....	144
Gráfica 23. Gráfica Carga – Desplazamiento para los ensayos a tenacidad de fractura del material compuesto analizado en 2013 [90]	145
Gráfica 24. Gráfica Carga – Desplazamiento obtenida en la presente investigación probetas sin tratamiento.....	146

Símbolos y abreviaturas

Símbolo	Término	Unidad SI
k	Factor de intensidad de esfuerzo	$\text{Pa}\sqrt{m}$
P	Carga máxima aplicada	N
a	Longitud de grieta	
B	Ancho de la probeta	m
W	Ancho de la probeta	mm
σ	Esfuerzo de tensión	Pa
P_i	Fuerza	N
A	Área	m^2

Abreviatura	Término
<i>Temp.</i>	Temperatura
<i>NAOH</i>	Hidróxido de sodio
<i>ASTM</i>	American Society of the International Association for Testing and Materials
<i>DCA</i>	Diseño de experimentos completamente al azar
<i>ANOVA</i>	Análisis de varianza
<i>SEM</i>	Microscopía electrónica de barrido
<i>FTIR</i>	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier

Introducción

Los materiales compuestos se han venido empleando como un material versátil en la industria aeroespacial. Estos materiales han sido mayormente utilizados cuando se requiere alta resistencia y rigidez, pero con una disminución del peso. Las buenas propiedades específicas (relacionadas con el peso) de los materiales compuestos se deben a la baja densidad de la matriz utilizada (epóxica, fenólica, etc.) y por las fibras embebidas que ofrecen alta resistencia y rigidez al material (vidrio, aramida, kevlar, carbono) [1]. Desafortunadamente, el uso de los materiales compuestos tradicionales ha generado problemas con respecto a la reutilización y reciclaje una vez han cumplido su vida útil, principalmente por la estabilidad de las diversas matrices y fibras sintéticas. Por esta razón, se han realizado estudios con el fin de recuperar las materias primas (por ejemplo, la gasificación a metanol), otra alternativa investigada es la construcción de materiales compuestos con recursos renovables (fibras naturales y matrices biodegradables) [1] [2]. A este tipo de materiales se les ha llamado “eco-composites” de los cuales se han investigado distintas fibras como algodón, plátano, coco, fique, bagazo de caña, guadua, bambú, lino, sisal kenaf embebidas en matrices termoestables, termoplásticas y biodegradables obteniendo excelentes resultados mecánicos y ampliando el espectro de aplicación [3]–[10].

Como se ha mencionado antes los materiales eco-compuestos han demostrado que son superiores ambientalmente, totalmente biodegradables, no tóxicos, de fácil manejo, no abrasivo durante su proceso y uso, baja densidad, compostable, renovable, de bajo costo y fácil producción, en comparación con los materiales compuestos tradicionales [11] [12]. Pero se han presentado algunas desventajas como es la baja compatibilidad que existe con matrices poliméricas, la baja estabilidad térmica, la alta tendencia de absorción de humedad y su baja resistencia a la humedad, por lo que se han realizado diferentes estudios con el fin de mejorar estas falencias de las fibras naturales y poder potencializarlos [11].

Por esta razón, la presente investigación surge de la necesidad de mejorar las falencias anteriormente descritas de una resina epóxica reforzada con fibras de algodón, por medio de innovación en los procesos de fabricación y tratado químico de las fibras naturales. La

investigación pretende evaluar la influencia del proceso de fabricación utilizado y el tratamiento químico aplicado en las propiedades mecánicas del material compuesto.

El material se realizó mediante el protocolo de fabricación de transferencia de resina asistida por vacío (VARTM) y las fibras de algodón fueron tratadas bajo cinco niveles de tratamiento químico, con el fin de obtener las mejores características mecánicas del material compuesto.

Las aplicaciones de este material se centran en elementos de muy baja responsabilidad estructural, pero donde el uso de las fibras tradicionales (vidrio o carbono) no sea necesarias.

El primer capítulo proporciona una fundamentación teórica general acerca de los materiales compuestos, su clasificación, sus propiedades la relación existente entre la matriz y el material de refuerzo, a medida que se realiza la fundamentación teórica se da una profundización en los materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con fibras naturales además se describen los métodos de fabricación y los procesos de caracterización mecánica, química y de fractura a utilizar durante la investigación.

En el capítulo 2 se muestra el desarrollo experimental donde se abarca el diseño de experimentos tomando como principal modelo estadístico el análisis de varianza (ANOVA) y complementando el análisis por medio de un análisis estadístico de Weibull. La segunda parte de este capítulo se enfoca en la elaboración de las muestra, se muestran los materiales, equipos, procedimiento de fabricación hasta determinar los protocolos de caracterización.

El capítulo 3 muestran los resultados obtenidos por la caracterización química bajo espectroscopia FTIR y caracterización mecánica bajo ensayos de tensión y tenacidad de fractura translaminar.

El análisis de resultados se observa en el capítulo 4. En este capítulo se relacionan los resultados de la espectroscopia FTIR realizada a las fibras por tratamiento químico, se analizan estadísticamente los resultados arrojados por los ensayos mecánicos y finalmente se busca una relación entre el tratamiento químico y los ensayos mecánicos mediante una

caracterización de fractura utilizando medios ópticos como microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido. El capítulo finaliza estableciendo las propiedades finales del material compuesto obtenidas bajo el análisis estadístico las cuales se utilizan para realizar una comparación con otros estudios realizados.

El capítulo 5 contempla las conclusiones y recomendaciones identificando los resultados obtenidos durante el estudio y estableciendo los aciertos y errores, finalmente se dan unas recomendaciones con el fin de mejorar y complementar la investigación.

1. Fundamentos Teóricos

1.1 Materiales Compuestos

Un material compuesto se define como la unión de dos materiales con el fin de conseguir una combinación de propiedades las cuales no se obtienen con los materiales originales. La combinación de sus propiedades pueden dar como resultado características superiores en rigidez, resistencia, peso, rendimiento, fabricación, resistencia a la corrosión, dureza, conductividad eléctrica, ente otras [13].

Los materiales compuestos constan de una fase continua la cual se denomina matriz, mientras que la fase distribuida se denomina refuerzo. Los parámetros que determinan y describen el material compuesto son: el refuerzo, la matriz, y la interfaz entre ellos [14]. Generalmente un material compuesto está constituido por un refuerzo (fibras, partículas o filamentos) embebido en una matriz (un polímero, metal o cerámico). En términos generales el refuerzo tiende a ser el más resistente de los componentes, lo que proporciona un material con buenas propiedades mecánicas [15].

La matriz es requerida para cumplir varias funciones, una de ellas es mantener el refuerzo en su lugar para definir la forma del producto final [15]. Otra función consiste en la transmisión de las cargas a las fibras, permitiendo que el compuesto pueda resistir cargas de compresión, tensión, flexión y corte. La matriz también debe aislar los refuerzos entre sí de modo que puedan actuar como entidades separadas y evitar la fragilidad del compuesto. La matriz debe proteger los refuerzos de daños mecánicos (como abrasión) y ataques ambientales. La matriz debe lograr disminuir la velocidad de crecimiento de grieta o detenerla, causada por el rompimiento de refuerzos por lo que se recomienda matrices

dúctiles y debe proporcionar una buena adición superficial con el refuerzo, lo cual influye de manera significativa en las propiedades mecánicas [16].

El refuerzo actúa como el elemento resistente. Las fibras al separarse del material en bulto y disminuyendo su espesor se asemejan más a la teoría de la resistencia cohesiva entre átomos [17]. Por esta razón las fibras proporcionan la rigidez y resistencia del material.

Los materiales compuestos se clasifican en dos niveles. El primer nivel de clasificación analiza el tipo de matriz constituyente. Las clases de compuestos son: compuestos de matriz orgánica (OMCs), compuestos de matriz metálica (MMCs) y compuestos de matriz cerámica (CMCs). El término “compuestos de matriz orgánica” se refiere a dos clases de compuestos: compuestos de matriz polimérica (PMCs) y compuestos de matriz de carbón. El segundo nivel de clasificación se refiere a la forma de los refuerzos: partículas, whisker, fibras continuas y tejidos [15] [18].

1.2 Matrices Orgánicas

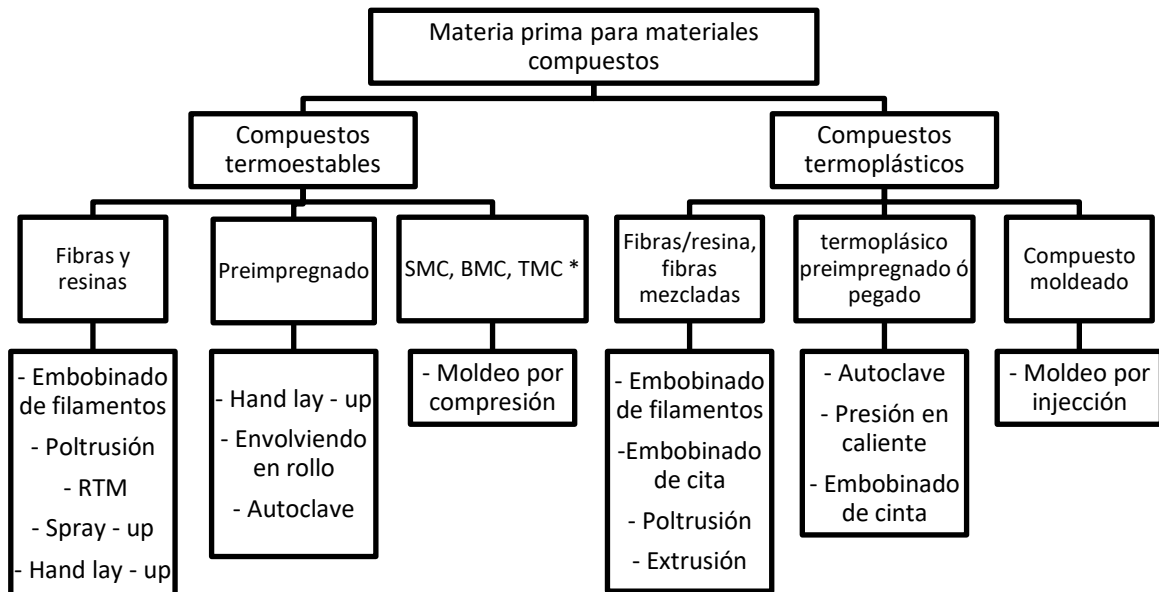
Existen dos grandes grupos de matrices poliméricas, las termoestables y las termoplásticas. Las matrices termoestables son aquellas que se someten a un proceso de curado durante la fabricación, después de esto son rígidas y no se pueden reutilizar. Las matrices termoplásticas, pueden ser reutilizadas aplicando calor. Las matrices termoplásticas son subdivididas en varios tipos: amorfas, cristalinas y cristales líquidos [19]. La Tabla 1 muestra una división de las matrices orgánicas más comunes.

Tabla 1. Organización de las matrices orgánicas [20]

TERMOESTABLE	TERMOPLÁSTICA
Epóxica	Poliétileno
Poliéster	Poliestireno
Fenólica	Polipropileno
Bismaleimidias (BMI)	Polieteretercetona (PEEK)
Polimidias	Polieterimida (PEI)
	Polietersulfona (PES)
	Sulfuro de polifenileno
	Poliamida-imida (PAI)

En la Figura 1 se puede evidenciar un esquema básico de la utilización de la materia prima para compuestos.

Figura 1. Clasificación de las materias primas en relación con los procesos de manufactura [21]



* SMC (sheet molding compound) – lamina compuesta moldeada

* BMC (bulk molding compound) – moldeo de compuesto a granel

* TMC (thickness molding compound) – compuestos de moldeo grueso

La figura 2 muestra las características más relevantes de las matrices orgánicas con respecto a su temperatura de proceso y uso, tiempo de proceso y tenacidad.

Figura 2. Características generales de las matrices orgánicas [20]

Tipo de resina	Temperatura de proceso	Tiempo de proceso	Temperatura de uso	Resistencia a disolventes	Tenacidad
Termoestable	Baja	Alta	Alta	Alta	Baja
Termoestable endurecido					
Termoplástico ligeramente reticulado					
Termoplástico	Alta	Baja	Baja	Baja	Alta

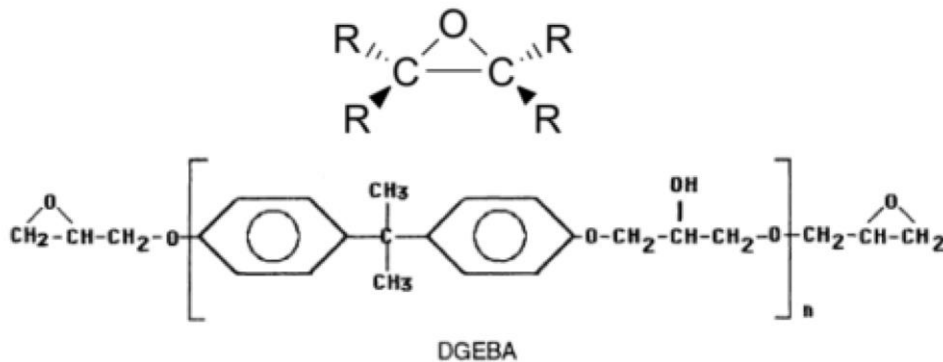
Las matrices termoestables son las más usadas de acuerdo a su naturaleza reactiva, lo que permite facilidades en su proceso, fácil impregnación, maleabilidad y bajas temperaturas de procesamiento, adquiriendo una gran resistencia y rigidez.

1.2.1 Matrices epóxicas

Las matrices epóxicas son las más usadas por su temperatura de funcionamiento (120°C), coeficiente de expansión térmica, altos módulos de elasticidad, buena resistencia a tensión, resistencia a ataques químicos, mejor adhesión con las fibras y estabilidad dimensional [19] [22]. Por otro lado las resinas epóxicas tienen un amplio uso en compuesto con fibras naturales, pero su uso comercial es limitado debido a su alto costo [23].

Una resina epóxica es un polímero que contiene un grupo epoxi (un átomo de oxígeno y dos átomos de carbono) en su estructura química, como se muestra en Figura 3. El grupo reactivo general en los epóxicos es ECHOCH₂. A menudo, se utiliza diferentes aditivos con el fin de modificar las características de la resina, por ejemplo, se utilizan diluyentes para disminuir la viscosidad, agentes de flexibilización para hacerlos más flexibles y algunos agentes para protegerlos contra la radiación ultravioleta [21].

Figura 3. Estructura química de un grupo epóxido. Estructura general de la dietilentriamina (DGEBA) [21]



El tiempo de curado de una resina epóxica se puede reducir mediante la reducción de la temperatura de reacción. La segunda etapa de una resina epóxica es justo antes de estar completamente reticulada; en esta etapa la resina tiene un aspecto pegajoso. En esta etapa la resina se utiliza para realizar un preimpregnado de fibra. El tipo y la cantidad de agente de

curado van a controlar el tiempo de curado total. La Tabla 2 muestra algunas características importantes de las resinas epóxicas comparadas con otros polímeros termoestables [21] [24].

Tabla 2. Características más importante de las resinas epóxicas en contraste con otras resinas poliméricas [21] [24]

Polímero	Carga a rotura (MPa)	Alargamiento (%)	Módulo de elasticidad (GPa)	Densidad (Mg/m ³)	Aplicaciones
Fenólicos	34 – 62	0 - 2	2,8 - 9	1,27	Adhesivos, revestimientos, laminados
Aminas	34 - 69	0 - 1	6,9 - 11	1,5	Adhesivos, almacenamiento de alimentos, moldeados eléctricos
Poliésteres	41 - 90	0 - 3	2,1 – 4,5	1,28	Moldeados eléctricos, laminados decorativos, matrices de refuerzo con fibra de vidrio
Epoxis	28 - 103	0 - 6	2,8 – 3,4	1,25	Adhesivos, moldeados eléctricos, matriz para laminados aeronáuticos
Uretanos	34 - 68	3 - 6	-	1,3	Fibras, revestimientos, espumas, aislantes
Furanos	21 - 31	0	10,9	1,75	Aglomerantes para moldeado en arena
Siliconas	21 - 28	0	8,3	1,55	Adhesivos, juntas y cierres estancos

1.2.2 Curado de resinas epóxicas

Las resinas epóxicas pueden curarse (reticularse) con el uso de diferentes tipos de materiales: agentes catalíticos y endurecedores. El proceso de curado consiste en convertir la resina

epóxica en polímeros reticulados con elevada masa molecular. Este proceso se consigue mediante productos capaces de reaccionar con el grupo epoxi de la resina, y/o con los grupos que tengan hidrógenos reactivos [25].

Los agentes catalíticos son bases fuertes, en este caso el grupo epoxi de una molécula se une con el epoxi de otra. Los endurecedores se combinan con una o más moléculas de resina. En general, los reactivos de curado deben tener mínimo tres grupos funcionales por molécula, capaces de reaccionar con grupos epóxidicos e hidroxílicos en moléculas distintas, formando enlaces cruzados [25].

Los procesos de curado en la mayoría de reacciones químicas se aceleran con el calor o se hacen más lentos con el frío. Algunos agentes de curado no reaccionan con las resinas epóxidicas a la temperatura ambiente por lo que se pueden tener en el mismo envase hasta su aplicación y secado. Los agentes que reaccionan a temperatura ambiente se deben separar en envases distintos, y se mezclan en el momento de la aplicación ya que la mezcla tiene un tiempo útil limitado [25].

Generalmente el curado se realiza utilizando una o más temperaturas a tiempos preestablecidos, para alcanzar unas uniones cruzadas optimas y por tanto mejores propiedades [26]. La temperatura de curado más utilizada para las resinas epóxicas es de aproximadamente 176°C. Una de las rampas más utilizadas para el curado se observa en la Figura 4, la primera rampa y la zona isotérmica está usualmente en el rango de los 115 – 140°C, permitiendo que la resina fluya y las partículas volátiles escapen, en este ciclo la viscosidad de la resina cae desde un estado semisólido a un estado fundido. La segunda rampa y la zona isotérmica permiten la polimerización de la resina, la viscosidad baja ligeramente pero luego la viscosidad aumenta en cuanto comienza el proceso de reticulado, el cambio de estado gel, a sólido y a reticulado se mantiene durante la fase isotérmica a una temperatura entre 141 – 187°C, este ciclo puede durar entre 4 y 6 horas. Existe otro proceso de curado utilizado en la industria el cual elimina la primera zona isotérmica y reduce el tiempo de curado como se observa en la Figura 5 [27] [28].

Figura 4. Perfil de temperatura típico de un material compuesto [27]

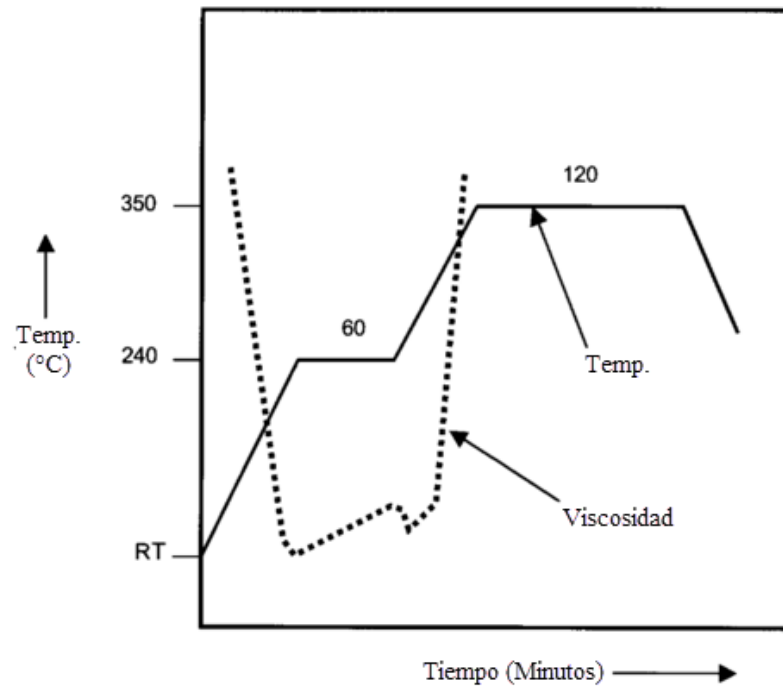
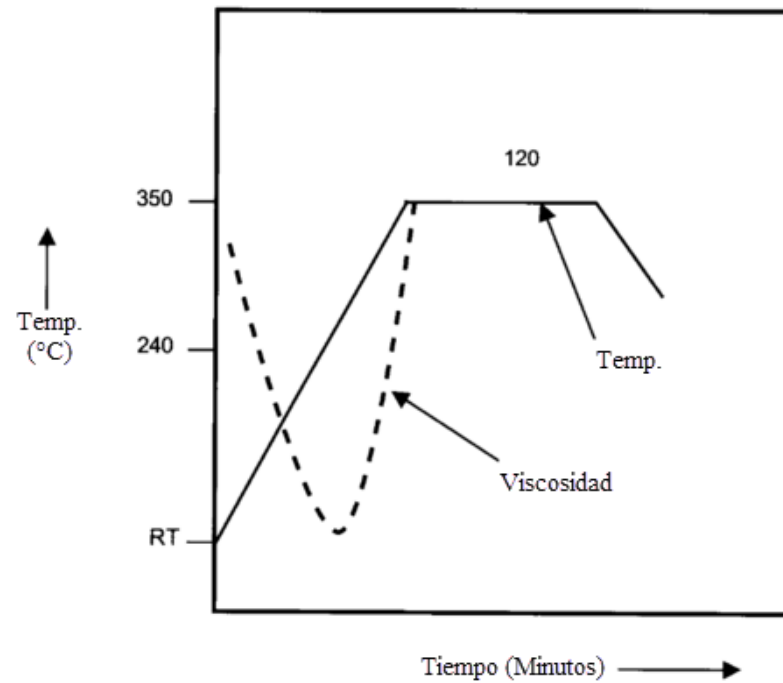


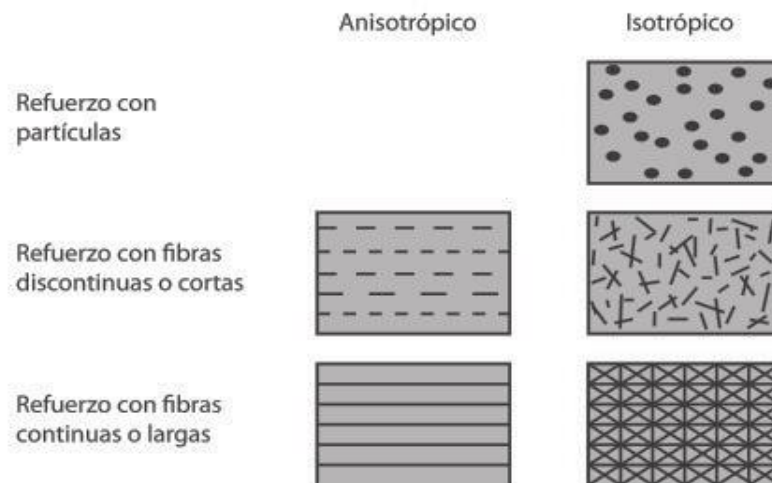
Figura 5. Temperatura de curado industrial (straight ramp - up) [27]



1.3 Materiales de Refuerzo

Como se había mencionado antes los materiales de refuerzo son los encargados de suministrar las propiedades mecánicas del material compuesto, estos materiales tienen diferentes orígenes tales como naturales o sintéticos. Existe una clasificación de los materiales compuestos que dependen del tipo, orientación y geometría del refuerzo como se muestra en la Figura 6. Los materiales compuestos reforzados con partículas se consideran materiales quasi-homogéneos y quasi-isotrópicos, los compuestos reforzados con fibras cortas tienen una relación de aspecto grande (relación entre la longitud de la fibra y su diámetro) y pueden ser anisótropicos (orientadas en una sola dirección) e isotrópicas (orientadas aleatoriamente), y, los materiales compuestos reforzados con fibras largas pueden ser anisótropicos (si se orientan en una sola dirección) e isotrópicos (se orientan en distintas direcciones) [29].

Figura 6. Clasificación de materiales compuestos por tipo, orientación y geometría del refuerzo [7]



1.3.1 Fibras naturales

Las fibras naturales abarcan todas las formas de fibras de plantas leñosas, hierbas, frutas, cultivos agrícolas, semillas, plantas de agua, palmas, plantas silvestres, hojas, plumas de animales, y pieles de animales. Subproductos de piña, plátano, arroz, caña de azúcar, coco, palma de aceite, el kenaf, cáñamo, algodón, abacá, azúcar de palma, el sisal, el yute y el bambú, son utilizados como material de refuerzo [11].

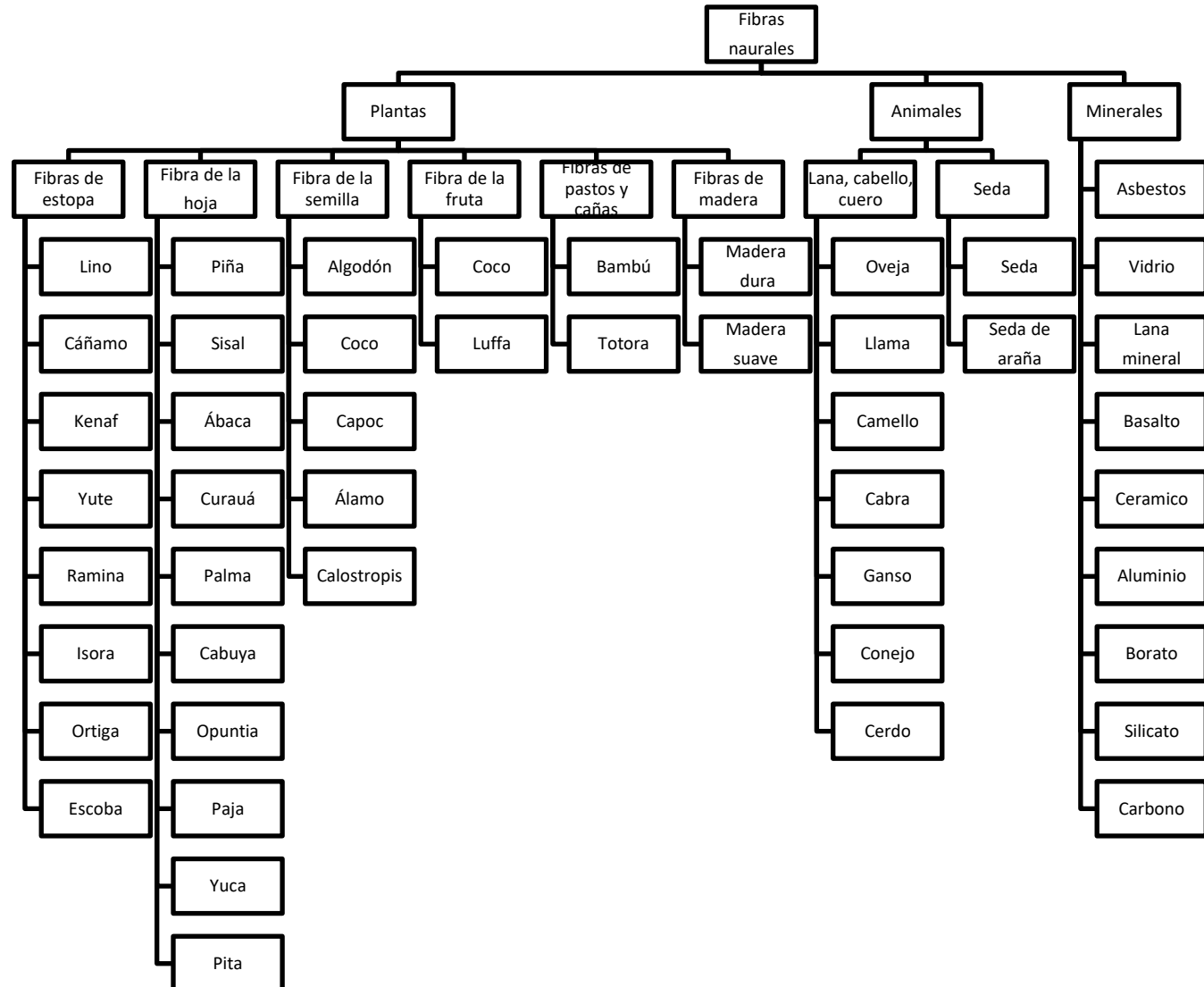
Las fibras pueden clasificarse de acuerdo a su origen en fibras animales, fibras minerales y fibras de origen vegetal. Las fibras de origen vegetal son compuestas principalmente por celulosa y se puede subdividir en: fibra de semilla, fibra de la hoja, fibra de la piel, fibra de la fúta, fibra del tallo [30]. La Figura 7 muestra de una manera más detallada y clara la clasificación de las fibras.

1.3.2 Estructura y propiedades de las fibras naturales

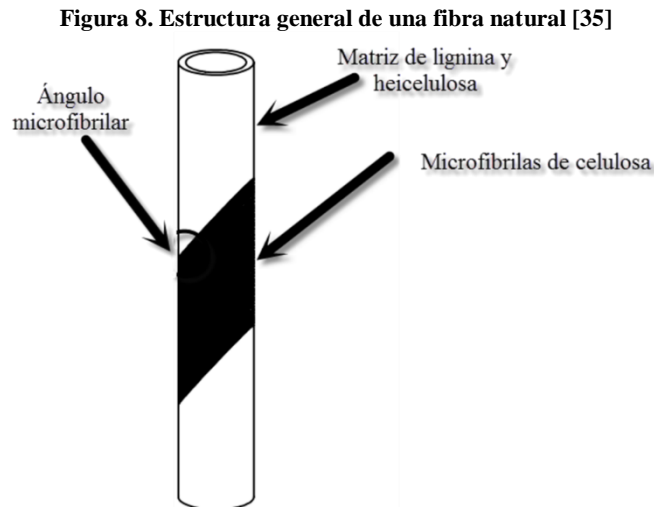
Las condiciones climáticas, la edad y el proceso de degradación afecta la estructura y composición química de las fibras naturales [31]. Las propiedades como densidad, resistividad eléctrica, resistencia a la tensión y módulo de elasticidad se relacionan con la estructura interna y la composición química de las fibras [32].

La estructura química es compleja, en general son lignocelulósicos, constan de microfibrillas de celulosa enrolladas helicoidalmente en una matriz amorfa de lignina y hemicelulosa. [32]. La celulosa es un polisacárido semicristalino y es la razón del comportamiento hidrofílico, esta proporciona resistencia y rigidez a las fibras. La hemicelulosa es un polisacárido amorfo y su peso molecular es menor al de la celulosa, y es la responsable de la biodegradación, absorción de humedad, y degradación térmica de la fibra. Las fibras permanecen unidas gracias a la pectina, esta es un polisacárido de la pared celular. La lignina actúa como un aglutinante y proporciona resistencia y rigidez a las paredes celulares, la lignina las hace térmicamente inestable y es la responsable de la degradación por rayos UV. La holocelulosa contenida principalmente de celulosa y hemicelulosa es el polisacárido total de las fibras naturales, se obtiene después de la eliminación de extractivos y lignina. El lumen es una cavidad dentro de las fibras. Los porcentajes de composición de cada uno de estos componentes varía según la fibra, generalmente, las fibras contienen 60-80% de celulosa, 5-20% de lignina y más de un 20% de humedad [11] [33].

Figura 7. Clasificación de las fibras [34]



Las propiedades mecánicas de las fibras son determinadas principalmente por el contenido de celulosa y el ángulo microfibrilar. El módulo de elasticidad disminuye con el aumento del diámetro, un alto contenido de celulosa y ángulo microfibrilar bajo es lo más deseable en las fibras para ser utilizadas en materiales compuestos. Las propiedades mecánicas también se relacionan con el grado de polimerización de la celulosa en la fibra [32]. La Figura 8 muestra el ángulo microfibrilar, las microfibrillas de celulosa y la matriz de lignina y hemicelulosa.



La Tabla 3 muestra la composición química y los parámetros estructurales de algunas fibras naturales.

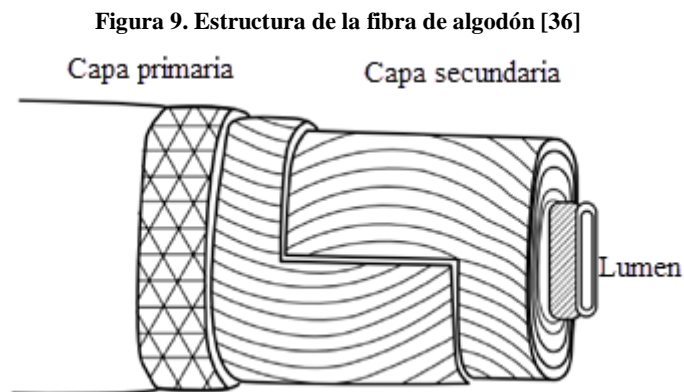
Tabla 3. Composición química de algunas fibras naturales [32]

Fibra	Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Lignina (%)	Extractivos (%)	Ceniza (%)	Pectina (%)	Cera (%)	Angulo microfibrilar (°)	Contenido de humedad (%)
Yute	61 – 71	13,6 – 20,4	12 - 13	-	-	0,2	0,5	8	12,6
Lino	71 – 78	18,6 – 20,6	2,2	2,3	1,5	2,2	1,7	10	10
Cáñamo	70,2 – 74,4	17,9 – 22,4	3,7 – 5,7	3,6	2,6	0,9	0,8	6,2	10,8
Kenaf	53 – 57	15 – 19	5,9 – 9,3	3,2	4,7	-	-	-	-
Sisal	67 – 78	10 – 14,2	8 - 11	-	1	10	2,0	20	11
Algodón	82,7	5,7	-	-	-	-	0,6	-	.

1.3.3 Fibra de algodón

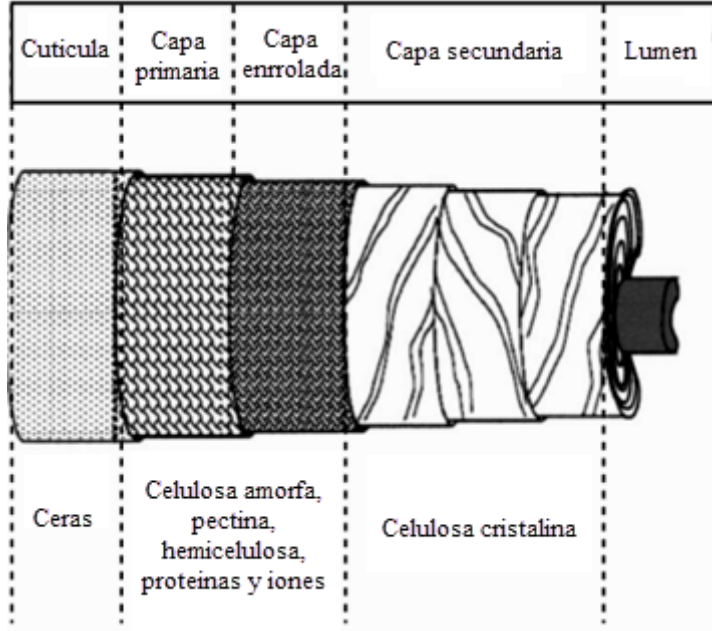
La fibra de algodón presenta muy buenas propiedades, por lo que es una de las principales fibras para aplicaciones textiles. Combina resistencia con una buena capacidad de absorción [36]. Las fibras de algodón tienen gran producción en países como China, India y Estados Unidos, este material se ha extendido a más de 80 países y constituye el 56% de todas las fibras para prendas de vestir y muebles para el hogar [37]. La aparición de compuestos de matriz polimérica reforzados con fibras de algodón tuvo lugar durante la guerra entre 1941 – 1946. Se utilizaron como protección de los radares de los aviones, rodamientos para los buques, y contrachapados de aviones entre otros [38].

La fibra de algodón está compuesta por múltiples capas. La estructura de la primera pared de la fibra de algodón (la capa superficial) llamada cutícula, tiene una mayor influencia sobre las propiedades, procesamiento y uso de la fibra. La fibra de algodón tiene una estructura fibrilar que consiste en una pared primaria, una pared secundaria y un lumen como lo muestra la Figura 9 [36].



En la cutícula se encuentran ceras, en la pared primaria se encuentra celulosa amorfa, pectina esterificada y no esterificada, hemicelulosa, proteínas y iones, en la pared secundaria se encuentra celulosa cristalina en diferentes capas y finalmente se encuentra el lumen, esto se puede evidenciar en la Figura 10.

Figura 10. Representación esquemática de la fibra de algodón [36]



La composición química típica de la fibra de algodón se puede observar en la Tabla 4.

Tabla 4. Composición química típica de la fibra de algodón [39] [36]

Constituyentes	Porcentaje (base seca)		
	Típico	Bajo	Alto
Celulosa	94	88	96
Proteína	1,3	1,1	1,9
Sustancias pécticas	0,9	0,7	1,2
Ceniza	1,2	0,7	1,6
Cera	0,6	0,4	1
Ácidos orgánicos	0,8		1
Azúcares totales	0,3		
Pigmento	Rastro		
Otro	0,9		

Como se ha mencionado la fibra de algodón presenta unas muy buenas propiedades mecánicas, en la Tabla 5 se pueden ver algunas propiedades mecánicas del algodón comparadas con otras fibras.

Tabla 5. Propiedades mecánicas de la fibras de algodón comparada con otras fibras naturales [40] [41]

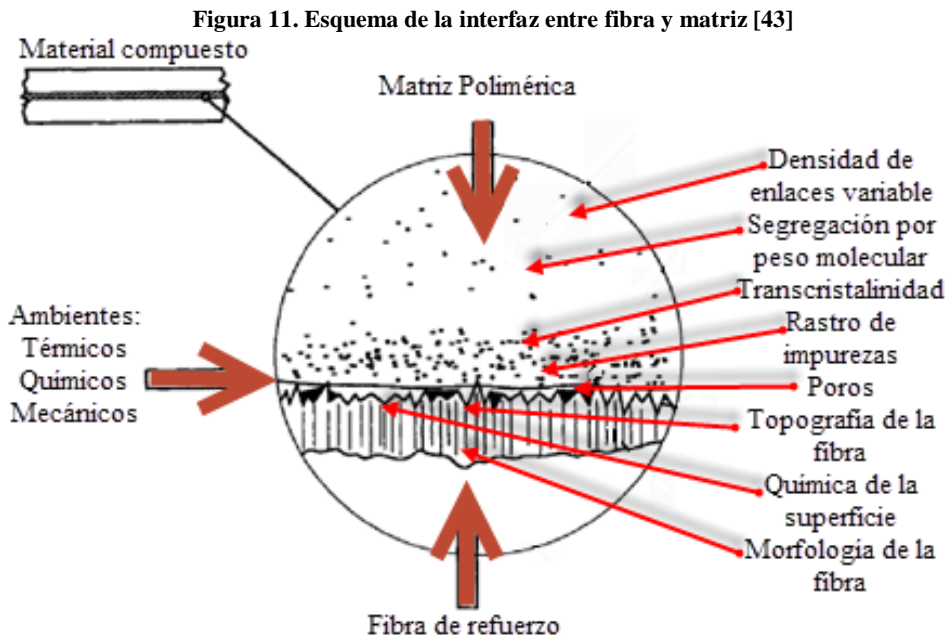
Fibra	Resistencia a la tensión (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)	Módulo específico (GPa)	Elongación (%)	Angulo microfibrilar (°)	Densidad (Kg m ⁻³)
Algodón	300 - 700	6 - 10	4 - 6,5	6 - 8	20 - 30	1550
Capoc	93,3	4	12,9	1,2	-	311 - 384
Bambú	575	27	18	-	.	1500
Lino	500 - 900	50 - 70	34 - 48	1,3 - 3,3	5	1400 - 1500
Cañamo	310 - 750	30 - 60	20 - 41	8,3 - 14	6,2	1400 - 1500
Yute	200 - 450	20 - 55	14 - 39	2 - 3	8,1	1300 - 1500
Kenaf	295 - 1191	22 - 60	-	-	-	1220 - 1400
Ramina	915	23	15	3,7	-	1550
Abacá	12	41	-	3,4	-	1500
Banano	529 - 914	27 - 32	20 - 24	1 - 3	11 - 12	1300 - 1350
Piña	413 - 1627	60 - 82	42 - 57	0 - 1,6	6 - 14	1440 - 1560
Sisal	80 - 840	9 - 22	6 - 15	2 - 14	10 - 22	1300 - 1500
Coco	106 - 175	6	5,2	15 - 40	39 - 49	1150 - 1250
E - glass	2000 - 3500	70	-	0,5	-	2500
S - glass	4570	86	-	2,8	-	2500
Carbono	4000	230 - 240	-	1,4 - 1,8	-	1400

1.4 Adherencia e Interfaz Entre Matriz y Refuerzo

La estructura y las propiedades de la interfaz matriz – refuerzo juega el rol más importante en las propiedades mecánicas de los materiales compuestos, esto debido a la gran diferencia entre las propiedades elásticas de la matriz y la fibra, ya que su medio de comunicación es la interfaz, lo que significa que los esfuerzos que actúan sobre la matriz se transmite a las fibras a través de la interface [26] [22].

La interfaz es creada por enlaces entre la fibra y la matriz; estos enlaces dependen de la humedad, ya que el agua debilita los enlaces y contamina el material produciendo poros y

vacíos, existen diferentes fases las cuales son: la humectación, espesamiento y adhesión [42] [43]. La Figura 11 muestra un esquema de la interfaz entre la fibra y la matriz.



Existen diferentes tipos de enlaces y adhesiones tales como, enlaces mecánicos, enlaces químicos, atracción electrostática y enlaces por reacción, que se pueden dar entre la interfaz, otro factor importante es la mojabilidad de la fibra por la matriz, que es la capacidad de absorber las moléculas en la superficie de un sólido [44].

La incorporación de cualquier fibra natural hidrofílica en polímeros produce un sistema heterogéneo entre la matriz y la fibra donde la propiedades son inferiores, debido a la ausencia de adhesión [45]. La adhesión depende del arreglo atómico y las propiedades químicas, de la fibra, la conformación molecular y la composición química de la matriz lo que proporciona un sistema de interfaz único para cada interfaz fibra/matriz. Por naturaleza las fibras naturales son polares, mientras que la matrices poliméricas son no polares, esto crea enlaces débiles debido a la diferencia en la energía superficial. En este caso la única unión existente es una baja dispersión química y la unión morfológica, lo cual ocasiona una interface débil incapaz de transmitir los esfuerzos desde la matriz a la fibra [46].

1.4.1 Tratamientos a la fibra y modificación

Los tratamientos químicos se realizan principalmente para optimizar la interfaz fibra – matriz, los químicos deben activar los grupos hidroxilos o introducir nuevas partículas que puede entrelazarse efectivamente con la matriz [47]. Existen diferentes tratamientos químicos para tratar la base celulósica de las fibras, entre estos están: tratamiento alcalino, tratamiento con sileno, acetilación, benzoilación, anhídrido maleico, tratamiento con peróxido, tratamiento con isocianato, eterificación, tratamiento con permanganato entre otros. También existen algunos tratamientos físicos que pueden actuar sobre la base celulósica como: tratamiento con plasma, tratamiento de corona, tratamiento con haz de electrones, tratamiento UV, tratamiento térmico, entre otros [47].

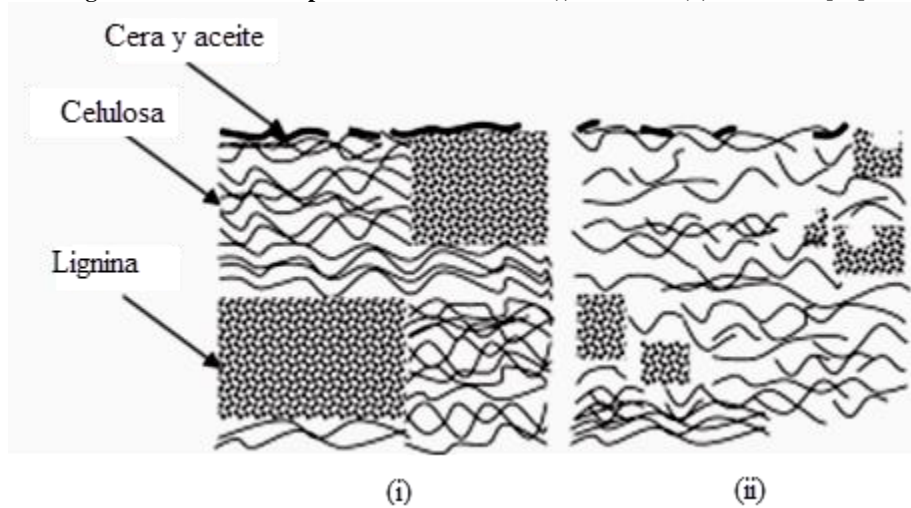
1.4.2 Tratamiento alcalino (Mercerización)

El tratamiento alcalino, llamado también mercerización, es uno de los tratamientos más antiguo y más usado para modificar la base celulósica de las fibras naturales [47]. La sustancia alcalina más favorable es el hidróxido de sodio (NaOH), en solución acuosa. El efecto de tratamiento alcalino sobre las propiedades del material compuesto y sobre la fibra natural depende del tipo de solución alcalina (KOH, LiOH, NaOH), concentración, tiempo de tratamiento, temperatura del tratamiento y herramientas del tratamiento [47] [48] [49].

El tratamiento alcalino es usado para modificar la estructura molecular celulósica, esto lo hace cambiando la orientación de los paquetes celulósicos altamente ordenados y formando una región amorfa, lo que proporciona una mejor penetración de los productos químicos. Una representación esquemática de la interacción entre la fibra y el NaOH se puede observar en la Figura 12, las fibras tratadas presentan un menor contenido de lignina, una remoción parcial de ceras y aceites en la cubierta del material y una distensión del orden de la celulosa cristalina [50] [51].

Otra importante modificación del tratamiento alcalino sobre las fibras naturales es la destrucción de los enlaces de hidrogeno en la red de la estructura, logrando un incremento de la rugosidad superficial [48] [52].

Figura 12. Estructura típica de fibras celulosas (i) sin tratar (ii) alcalizada [51]



Las concentraciones más utilizadas varían entre 1-25% de NaOH y con un tiempo de proceso que varía entre 1-60 minutos. Estos valores pueden cambiar debido a la fibra, temperatura, concentración de NaOH, y temperatura [53].

Durante el proceso de mercerización se debe procurar eliminar los residuos de NaOH de la fibra, por esta razón se suele realizar lavados con agua destilada y ácido acético diluido en agua con el fin de neutralizar los residuos de hidróxido de sodio sobre la fibra, adicionalmente se deben realizar varios lavados con agua y secar en un horno con el fin de eliminar los contenidos de humedad y rastros minerales [49] [54] [55] [56].

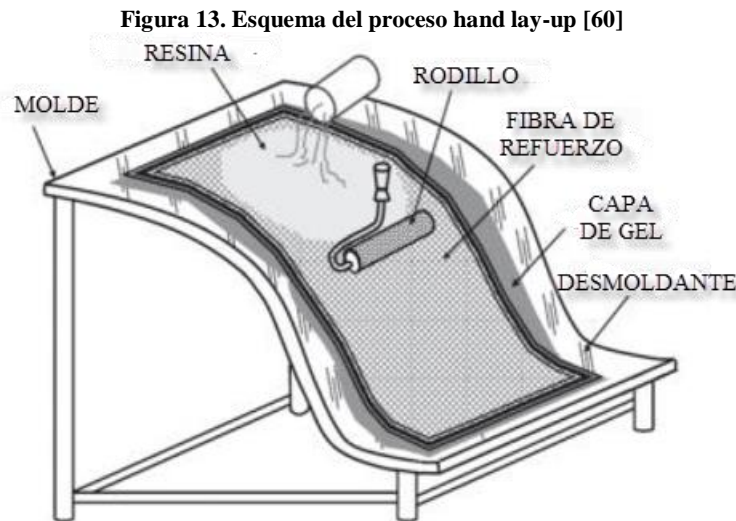
1.5 Métodos de fabricación

Los métodos de fabricación son usados para brindar formas a la unión de fibra y matriz. La resina puede o no puede estar en su composición física y química final durante la colocación del refuerzo [57]. Existen diferentes métodos de fabricación tales como: hand lay-up, spray, moldeo por vacío, autoclave, moldeo por compresión, extrusión, inyección, infusión de resina por vacío, trenzado y la combinación de estos procesos [58]. El uso de un método depende de factores como rendimiento del material, tipo de matriz y refuerzo, calidad del compuesto, tiempo de fabricación etc.

1.5.1 Hand lay – up

Es el método más simple, antiguo y comúnmente usado para la fabricación de materiales compuestos, aplicado para geometrías simples y construcciones con moldes. Las características principales del hand lay-up son: Bajo costo de moldes, bajo costo de proceso, ideal para pequeñas y medianas series de unas 1000 piezas y alto contenido de mano de obra [59].

El método consiste en ubicar capas de refuerzo sobre un molde y aplicar con la ayuda de un rodillo una resina catalizada, este proceso se repite para cada capa de refuerzo hasta obtener el espesor requerido. Para laminados gruesos, se deben hacer pausas después de un cierto número de capas permitiendo que el calor de la reacción exotérmica se disipe. Se pueden localizar refuerzos en ciertas áreas donde se requiera aumentar la rigidez o añadir refuerzos ligeros como espumas o secciones huecas [60] [61]. La Figura 13 muestra un esquema del proceso.



Este proceso normalmente se cura a condiciones ambientales. La resina se deja normalmente a temperatura ambiente por un día o noche, dependiendo de la composición química de la resina. El tiempo de curado se puede hacer más corto por soplo de aire caliente sobre el laminado. La presión es aplicada por medio del rodillo durante la laminación. Durante el proceso de curado, no hay presión, pero algunas veces se puede utilizar bolsas de vacío con el fin de crear una buena consolidación entre las capas y remover el aire atrapado. Si la parte es pequeña puede ser llevada a un autoclave y una presión externa es aplicada [62].

Un problema común en este tipo de moldeo abierto es la producción de compuestos con bajo contenido de fibra y alto contenido de porosidad por lo que se suele utilizar moldeos con preimpregnado o con bolsas de presión externas [58].

1.5.2 Moldeo por vacío

La técnica de molde por bolsa de vacío es un método de fijación que utiliza la presión atmosférica para mantener los componentes del adhesivo o recubiertos de resina de una laminación en su lugar hasta que el adhesivo se cure. El laminado que puede ser manual o por infusión se sella dentro de una envoltura hermética (molde de un lado y bolsa del otro). Cuando la bolsa se sella al molde, la presión en el exterior y en el interior de esta bolsa es igual a la atmosférica que a nivel medio del mar es aproximadamente 29 pulgadas de mercurio, o 98205 Pa. Como la bomba de vacío evacua el aire del interior, la presión se reduce y la presión exterior obliga a los lados de la envoltura a unirse creando una presión uniforme sobre el laminado. La diferencia de presión exterior e interior determina la fuerza ejercida sobre el laminado, teniendo como presión máxima la presión atmosférica si se lograra tener un vacío perfecto. Una presión real está entre 12-25 pulgadas de mercurio (40637-84660 Pa) [63]. La Figura 14 muestra un esquema del moldeo por vacío, donde se observa el equipo y los diferentes materiales a utilizar durante el proceso.

Normalmente este proceso se realiza a temperatura ambiente, pero hay algunos laminados a los que se le realizan un postcurado a temperaturas superiores de los 43°C. Los epóxicos de alto rendimiento se hacen por bolsa de vacío, estas resinas pueden necesitar un postcurado a temperaturas elevadas. Por lo que se debe tener cuidado con la selección del material del molde [63].

1.5.3 Moldeo de transferencia de resina asistida por vacío (VARTM)

También llamado moldeo por inyección al vacío (VIM). El proceso involucra el uso de vacío para facilitar el flujo de la resina dentro de las capas de fibras contenidas dentro de un molde

cubierto con una bolsa hermética de vacío. El compuesto es curado a temperatura ambiente y puede ser postcurado a temperaturas elevadas [64].

Figura 14. Elementos del moldeo por vacío [63]

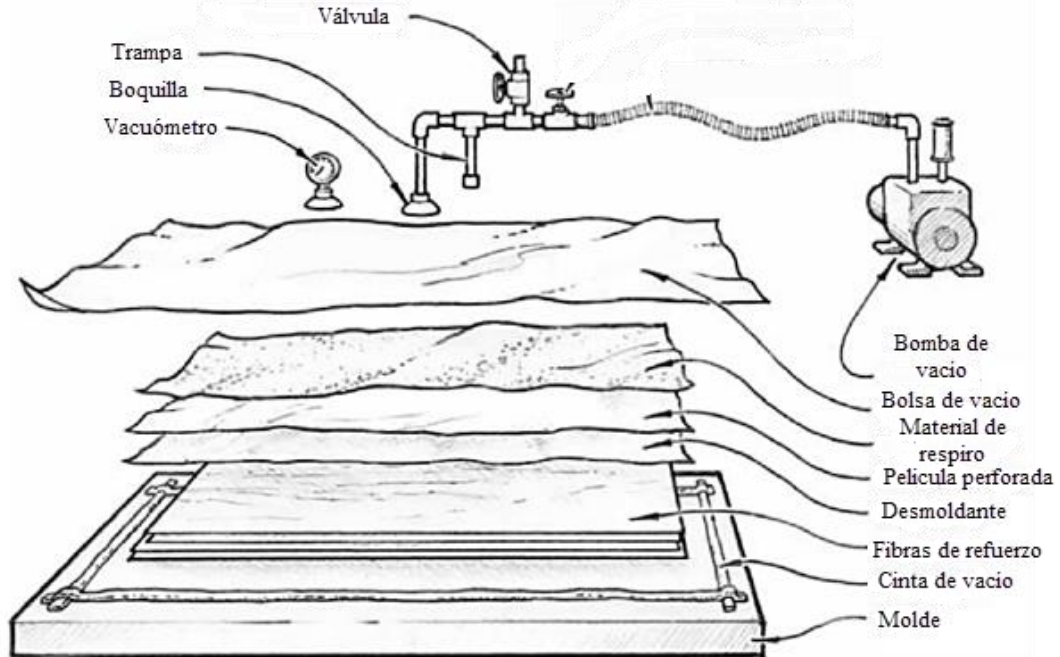
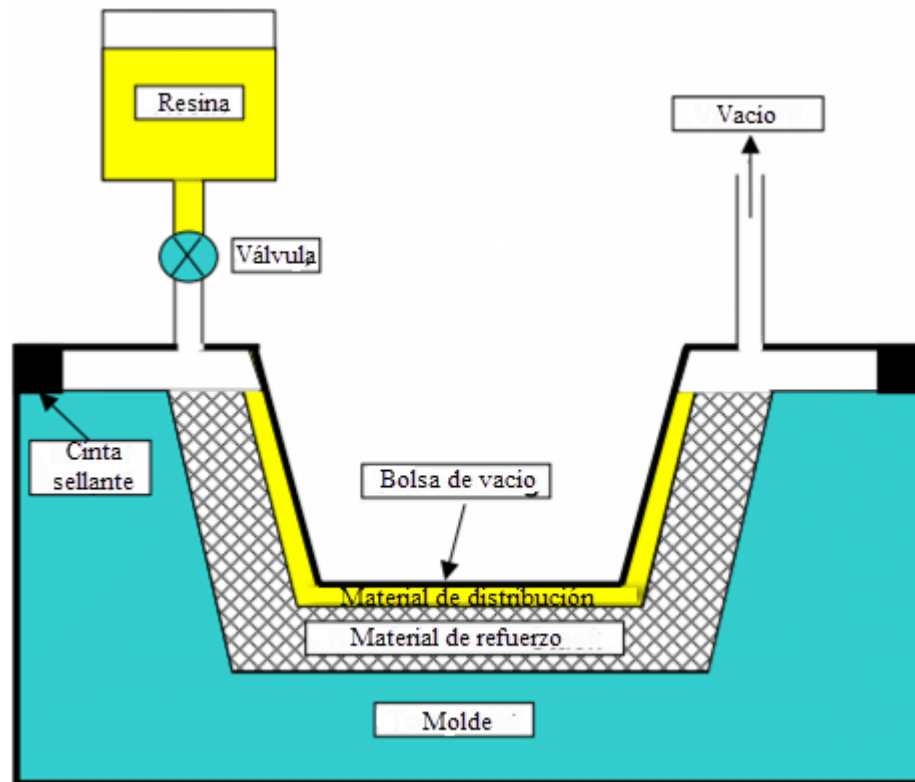


Figura 15. Proceso esquemático VARTM [65]



El proceso incluye tres pasos: (a) apilamiento del refuerzo dentro de un molde rígido, el molde está cubierto por una bolsa de vacío; (b) impregnación del refuerzo con la resina, la resina es inyectada a través de uno o varios puntos de entrada y transferido al refuerzo por un gradiente de presión inducido por la bomba de vacío y los efectos de gravedad; (c) curado del compuesto [65]. La Figura 15 muestra un esquema del proceso VARTM.

Con este proceso se eliminan los errores de fabricación producidos por el operador, reduce los tiempos de fabricación, costos y emisión de volátiles haciendo un proceso más consistente [65] [66].

1.6 Procesos de Caracterización

1.6.1 Caracterización química: Espectroscopia FTIR

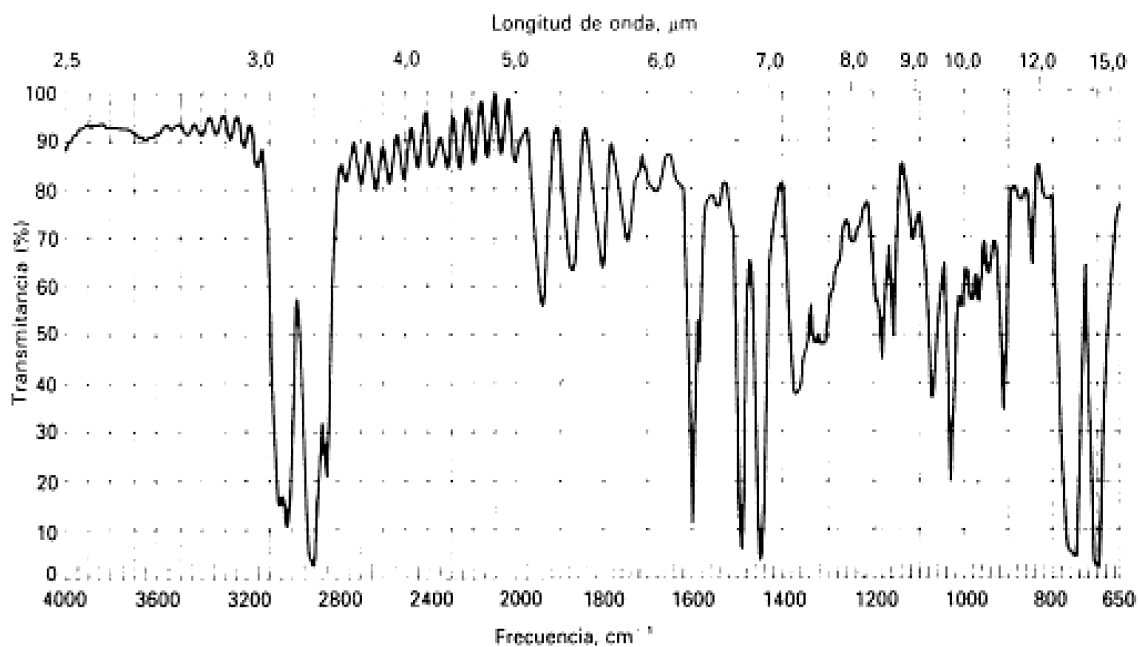
El término espectroscopia comprende el uso de la absorción, emisión o dispersión de radiación electromagnética para estudiar la materia o procesos fisicoquímicos. Las técnicas espectroscópicas pueden ser destructivas, como la espectroscopia de masas, o no destructivas, como las espectroscopias de tipo vibracional (Utilización de espectroscopia infrarroja FTIR para la detección de enlaces). La espectroscopia vibracional es un método diversamente empleado para el estudio de las fibras, se utiliza no solo para identificar las fibras y su estado de deterioro, sino también confirma tratamientos de procesado y colorantes. Cubre un rango de técnicas tales como, espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), espectroscopia Raman y espectroscopia de reflectancia total atenuada (ATR) [67].

Diferentes autores han usado la técnica FTIR con el fin de identificar el contenido de celulosa, lignina, hemicelulosa y pectina de diferentes clases de fibras naturales, los resultados mostraron que los picos de mayor intensidad ayudan a diferenciar el contenido y los tipos de fibras, en general todas las fibras muestran rangos característicos [67] [68] [69].

Dentro de las espectroscopias de tipo vibracional, la espectroscopia infrarroja y la espectroscopia Raman son complementarias. Las moléculas tienen un conjunto de vibraciones de resonancia producidas por energía térmica. Cuando una molécula es expuesta

a radiación desde una fuente de energía térmica, absorbe esta radiación solo a las frecuencias que correspondan a su modo de vibración molecular, en la región del infrarrojo del espectro electromagnético, siendo localizada ésta entre las regiones visibles y la de microondas. De esta forma, una sustancia puede ser caracterizada midiendo la absorción de energía infrarroja de las moléculas que la componen [70] [71]. Un espectro infrarrojo es como el que se muestra en la Figura 16, correspondiente a una delgada película de poliestireno.

Figura 16. Espectro infrarrojo del poliestireno [72]



La región infrarroja del espectro electromagnético (1 - 100 μm) se divide en tres zonas, infrarrojo lejano (100 - 25 μm), medio (25 - 2.5 μm) y cercano (2.5 - 1 μm). En el infrarrojo medio se presenta la absorción por parte de enlaces moleculares, específicamente se presentan aquí vibraciones de tipo primario y es la más común y más empleada para el análisis de sustancias orgánicas. En las regiones lejana y cercana se dan solamente vibraciones relacionadas con el esqueleto de la molécula y de tipo secundario que son difíciles de interpretar, por lo que son menos utilizadas [71] [72].

La espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FTIR) es una técnica que permite analizar todas las longitudes de onda del espectro infrarrojo simultáneamente, ofreciendo un

método rápido y confiable para el análisis de muestras conteniendo una o más sustancias químicas [71].

Tabla 6. Picos característicos de espectroscopia infrarroja para materiales lignocelulósicos [51]

POSICIÓN DE LA BANDA (cm⁻¹)	ASIGNACIÓN
3550 - 3650	Estiramiento libre de O-H o debilitamiento del enlace H hidroxilo
3200 - 3400	Estiramiento de O-H en el enlace H hidroxilo
2840 - 2940	Estiramiento de la región C-H
2725	Armónico de interacción de C-O y deformación de O-H
2568	
1720 - 1740	Estiramiento de C=O en carbonilo
1625 - 1660	Absorción de moléculas de agua en celulosa nanocristalina
~ 1600	Vibración del anillo esqueleto aromático y vibraciones debido al agua absorbida
~ 1505	Vibración del anillo esqueleto aromático
1450 - 1475	Deformación de C-H y CH ₂ (simétrico) + deformación de OH
1400 - 1430	Deformación de C-H (grupo metoxil en lignina)
~ 1370	Deformación de C-H (simétrica)
~ 1327	Estiramiento de C-O (lignina) y movimiento de CH ₂ en celulosa
1250 - 1260	Estiramiento de C-O (lignina)
1240 - 1245	Enlace C-O del grupo acetil en hemicelulosa
~ 1230	Deformación del fenol O-H (lignina)
1160 - 1230	Estiramiento de C-O de grupos ester
1150 - 1160	Estiramiento de C-O-C (anti simétrico) en celulosa y movimiento del aromático C-H-CH ₂ en celulosa
1098 - 1120	Estiramiento de C-O del enlace glicosida β
~ 1060	Vibración del estiramiento de C-OH
1036	Deformación de C-O en lignina y estiramiento de C-O en celulosa
1003	Estiramiento de C-O en celulosa
890 - 900	Anti simétrico estiramiento propio del enlace β en celulosa
830	Vibración del aromático C-H de lignina

Dos son los tipos principales de espectrómetros de infrarrojo, los Dispersivos y los Multiplex o de Transformada de Fourier. Los de Transformada de Fourier son espectrómetros basados en el fenómeno de la interferencia, que funcionan con señales en el dominio del tiempo y

que presentan grandes ventajas sobre los dispersivos. Para aquellas aplicaciones donde es necesario una elevada sensibilidad y rapidez, los espectrómetros de infrarrojo más utilizados actualmente son los FTIR [72].

Cuando se realiza FTIR en fibras naturales se buscan unas bandas características de celulosa, lignina, hemicelulosa y pectina, la Tabla 6 muestra las bandas características de materiales lignocelulósicos.

1.6.2 Caracterización mecánica

Prueba de Tensión

Con este ensayo se busca principalmente evaluar la resistencia última, la elongación y módulo de elasticidad de un material. El ensayo consiste en alargar el material a velocidad constante hasta la fractura. De los resultados obtenidos del ensayo se puede construir el diagrama esfuerzo - deformación [73].

El protocolo para la realización del ensayo a tensión puede variar según el material que se quiera ensayar y se describe en la norma ASTM D3039/D3039M – 14 Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials [74] [75].

Prueba de Tenacidad de Fractura Translaminar

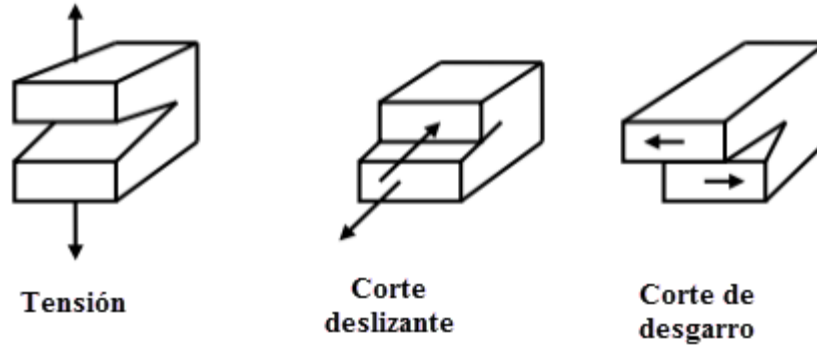
Todo material agrietado o fisurado conserva una capacidad de soportar cargas, estas cargas se localizan en los defectos del material como localizadores de esfuerzos, de esta manera, la tenacidad es una medida de la cantidad de energía que un material puede soportar antes de fracturarse [76].

Existen tres modos de cargas los cuales la grieta puede experimentar, mostrados en la Figura 17, Modo I, donde la carga es aplicada de manera perpendicular al plano de la grieta y tiende a abrir la grieta, Modo II, corresponde a una carga en plano de corte y tiende a deslizar las caras de la grieta, y Modo III, corresponde a una carga de corte fuera de plano [76] [77].

La norma ASTM E1922-04 Standard Test Method for Translaminar Fracture Toughness of Laminated and Pultruded Polymer Matrix Composite Materials, describe el procedimiento

para realizar el ensayo de tenacidad a la fractura translaminar por medio de una maquina a tensión [78].

Figura 17. Modos de apertura de grieta [77]



Cuando se utiliza este estándar se evalúa la tenacidad a la fractura bajo la geometría ESE (T) (single-edge-notch tensión), la cual tiene algunas ventajas sobre otras geometrías en cuanto al crecimiento de grieta y las bajas cargas de falla. El ensayo se realiza bajo el Modo I de fractura, por lo tanto, la expresión que describe el factor de intensidad de esfuerzos es la presentada en la (Eq. 1) [79]:

$$K_I = \frac{P}{BW^{\frac{1}{2}}} F\left(\frac{a}{W}\right)$$

Donde:

K_I = Factor de intensidad de esfuerzos aplicado

P = Carga aplicada

B = Espesor de la probeta

W = Ancho de la probeta

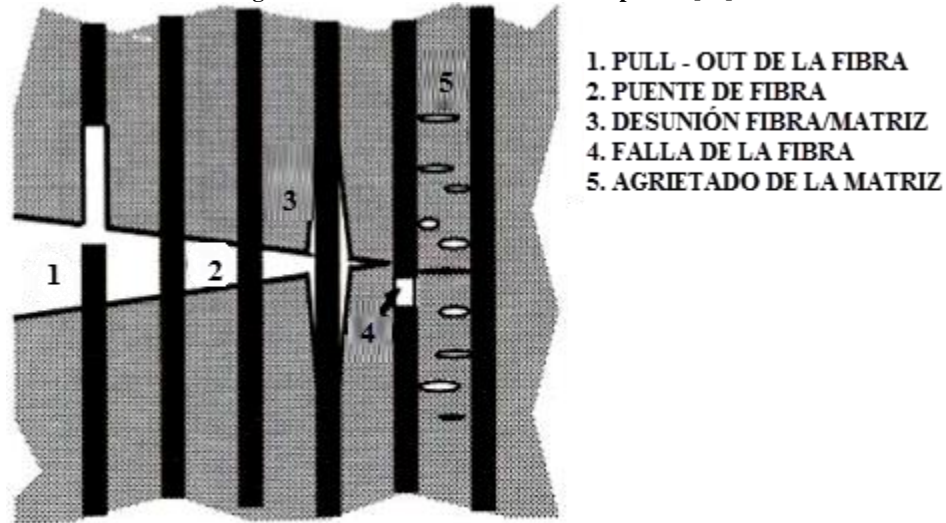
$F\left(\frac{a}{W}\right)$ = Función entre la longitud de grieta y el ancho de la probeta

(Eq. 1) [79]

Donde la expresión $F(a/W)$ es dada para cada una de las geometrías.

Al evaluar la tensión normal al plano de la grieta se pueden presentar fallas en el material ilustradas en la Figura 18, las cuales pueden ser rotura y deslizamiento de fibra, avance de grieta sin rotura de fibra, desprendimiento de fibra/matriz, falla de la fibra y agrietamiento de la matriz [76].

Figura 181. Fallas en un material compuesto [76]



1.6.3 Caracterización de fallas

Una manera de caracterizar una falla consiste en un análisis fractográfico, el cual busca interpretar la morfología de la superficie de fractura, con el fin de identificar e interpretar el tipo y los motivos de falla del material.

La fractografía en materiales compuestos se ha convertido en una herramienta muy útil en la caracterización de materiales compuestos debido a que puede proporcionar información como: calidad del material e información de manufactura, micro mecanismos de daño y falla, vinculación entre observaciones experimentales y análisis predictivos, análisis de falla, análisis de falla en servicio y post-servicio [80].

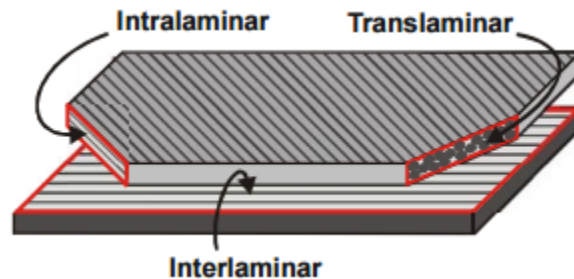
El análisis fractográfico en materiales compuestos difiere del análisis en materiales tradicionales como metales o polímeros, esto se debe a que para los materiales tradicionales se pueden tener imágenes comparativas de todos los tipos de falla posibles. Sin embargo, este proceso no es de utilidad en los materiales compuestos debido a la gran variedad de modos de falla que pueden interactuar entre ellos [80].

Aunque si existen dos claras y distintas morfologías de fractura: alta energía, características de una falla a tensión y suelen mostrar filamentos de diferentes alturas, baja energía; con una superficie de fractura suave, homogénea y con frecuencia se presentan estrías. Estas

superficies se puede analizar de una manera más clara con el microscopio electrónico que con el microscopio óptico [80] [81].

Los modos de falla que presenta un material compuesto se pueden agrupar en tres clases: translaminar; presentada a lo largo del espesor de la pieza en donde las fibras presentan ruptura, intralaminar; presentada a través del espesor de la pieza en donde la matriz o la interfaz fibra/matriz ha fallado, interlaminar; se presenta en el plano del laminado y se evidencia separación de las capas, la Figura 19 muestra los modos de falla dentro de un material compuesto [80] [81].

Figura 19. Modos de falla en compuestos laminados [81]



Al realizar un análisis fractográfico se deben examinar todas las superficies visibles con el fin de identificar cualquier anomalía o cambio en la superficie, una lista de las características típicas a tener en cuenta se presentan en la Tabla 7.

Un problema habitual en el análisis fractográfico es el tamaño de las muestra y la limitación del espacio disponible en los microscopio ópticos y electrónicos, por lo tanto para no generar daños que afecten la morfología en la superficie de fractura se recomienda herramientas de corte que no necesiten refrigeración y que no generen una vibración excesiva, como las tijeras convencionales [80].

Tabla 7. Características típicas durante la examinación visual [80]

CARACTERÍSTICAS	IMPLICACIÓN
Área no dañada	
Distorsión visible	Posible evidencia de daño subsuperficial o delaminación
Muestras, abolladuras, grietas o agujeros visibles	Posible punto de iniciación de grieta. Posible evidencia de impacto, rozamiento o desgaste. La dirección del impacto puede ser deducida por la orientación de los agujeros
División o ampollas superficiales	Daño interno, tal como delaminación o separación de las capas y puede indicar inestabilidad como pandeos o daños pos-falla
Decoloración o desvanecimiento	Evidencia de exposición a químicos o radiación ionizante
Superficies de fractura translaminar	
Marcas radiales o de chevron	Proviene del sitio de iniciación de la grieta, y muestran su dirección de propagación
Superficie plana/mate	Falla por compresión o evidencia de rozamiento de superficies
Superficies brillantes u oscuras	Fallas de tensión
Pasos radiales	Falla por torsión, la dirección de la rotación se deduce por la orientación de los pasos
Incremento del grado de daño secundario	Crece a menudo en la dirección del incremento del daño secundario, pero puede ser limitado si la fractura o el modo de la carga cambian
Superficies de fractura intralaminar e interlaminar	
Costillas o marcas de playa	Fractura por deslizamiento o adhesión, y puede ser una indicación de carga cíclica. Propagación desde el centro del radio o curvatura
Superficie de fractura mate	Cualquier esfuerzo cortante interlaminar modo II o rozamiento de superficies
Superficie de fractura brillante	Fractura interlaminar predominante en modo I
Superficie de fractura descolorida	Contaminación pos-falla o evidencia de corrosión previa
Cambio en la tonalidad de la superficie	Evidencia de un cambio en el modo de falla o dirección del crecimiento de grieta

Estéreo microscopio

La herramienta más valiosa para el análisis fractográfico es el estéreo microscopio, esto debido a que permite examinar superficies robustas de manera rápida. La mayoría de los estéreo microscopios usan luz reflejada la cual proporciona la información necesaria para el análisis y solo en casos especiales se requiere el uso de agentes de ataque [80].

La fractografía por medio del uso del estéreo microscopio consiste en identificar completamente los diagramas de movimiento, los cuales ilustran los diferentes modos de fractura así como una indicación de las anomalías y los cambios en el camino de la grieta. Por otro lado la examinación con el estéreo microscopio ayuda a identificar los límites entre modos de falla donde se suelen realizar un análisis con microscopio electrónico [80].

La iluminación es un factor importante para la evaluación de los modos de falla, en general, la iluminación se debe hacer a través de las fibras y no paralela a ellas. Por otro lado, para obtener fotografías con características relevantes es necesario realizar inclinaciones a la muestra con respecto a la fuente de iluminación para obtener distintos contrastes de las cavidades y los pliegues [80].

Microscopia electrónica de barrido (SEM)

En una herramienta muy útil para el análisis fractográfico de materiales compuestos, ya que muchas de las morfologías superficiales son del orden de un diámetro de fibra (aproximadamente 5 micras).

Para realizar un análisis con microscopia SEM la muestra debe ser conductiva, lo cual implica aplicar un recubrimiento de oro o paladio, teniendo en cuenta no exceder el recubrimiento y no enmascarar zonas de posibles modos de falla múltiples.

Al realizar el escaneo a través de la fractura se recomienda utilizar una inclinación entre 10° y 70° . Una inclinación pequeña suele ser utilizada con el fin de mejorar la percepción de profundidad y mejorar la resolución entre cúspides y valles, y una mayor inclinación genera un área más grande en el campo de visión y lo cual permite obtener la ubicación global de la característica de interés [80].

Se puede realizar el escaneo bajo condiciones ambientales (environmental scanning electron microscope, E-SEM) con el fin de no generar partículas de agua evaporadas que generen aberraciones en la superficie. Sin embargo, se debe tener el voltaje del haz lo más bajo posible con el fin de no causar una degradación en la matriz [80].

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 Diseño de Experimentos

El diseño de experimentos se realizó con el fin de hacer una adecuada y ordenada recolección de los resultados de cada uno de los análisis realizados, con el fin de obtener una información comparable que permita evaluar la hipótesis planteada.

Debido a que se desea analizar el cambio de las propiedades del material compuesto fabricado de acuerdo a la proporción del tratamiento químico y el método de fabricación, para la correcta recolección de datos y su posterior análisis se realizó un diseño de experimentos de clasificación simple, el cual permite comparar cada uno de los tratamientos químicos realizados con hidróxido de sodio (soda caustica) realizados a la fibra (0%, 5%, 10%, 15% y 20%) en función de la propiedad medida (esfuerzo último, módulo de elasticidad, elongación máxima y tenacidad de fractura).

Tamaño de muestra

Los tamaños de muestra a usar en un experimento son críticos para la potencia, la cual se define como la probabilidad de detectar una diferencia entre los datos obtenidos. Para poder determinar un tamaño de muestra se debe analizar también los factores costo y tiempo, los cuales influyen directamente en la realización de una investigación. Por esta razón, se debe estimar el número máximo (N) de observaciones para la realización del experimento. El cálculo de la potencia determina si con el número máximo de observaciones es suficiente para cumplir los requerimientos del experimento. No tiene sentido realizar el experimento

con tamaños de muestra más pequeñas que los requeridos, sin haber estimado qué efecto tendrá esto sobre los análisis.

Para un diseño de experimentos completamente al azar (DCA) y un análisis de varianza (ANOVA) la potencia depende de cinco elementos que se encuentran relacionados entre sí:

1. La diferencia mínima a partir de la cual se desea detectar diferencia entre los tratamientos (Δ).
2. La variabilidad inherente de la experimentación (σ^2).
3. El número de muestra por tratamiento (n).
4. El nivel de significancia (α).
5. La magnitud mínima deseable de la potencia estadística.

Es de tener en cuenta, si se aumenta el nivel de significancia, aumenta la potencia, por lo tanto, se tiene una mayor probabilidad de detectar diferencia entre los tratamientos. Por otro lado, si se aumenta el tamaño de muestra, se aumentan los grados de libertad de la suma de cuadrados de error, por lo tanto, aumenta la potencia y aumenta la probabilidad de detectar diferencia entre los tratamientos [82].

Los cinco elementos anteriores conforman un sistema. Este sistema permite determinar el número de réplicas en cada tratamiento, o bien, dado el número de réplicas es posible determinar el tamaño del efecto Δ [82].

Para el cálculo de potencia de la presente investigación se define una potencia de 0,99, un nivel de confianza de 95% y se define como diferencia mínima 1,5 la desviación estándar entre medias. Con estas condiciones iniciales se procede a calcular un tamaño de muestra adecuado el cual se presentan a continuación en la Tabla 8, donde se observan los valores de tamaño de muestra y valor de la potencia en este caso.

Tabla 8. Cálculo de potencia y tamaño de muestra

Tamaño de muestra	Potencia
1	0,582990398
2	0,710596775
3	0,796229128

Tabla 9. Cálculo de potencia y tamaño de muestra (continuación)

4	0,856932378
5	0,900122206
6	0,930684605
7	0,952158957
8	0,967143889
9	0,977535026
10	0,984700497
11	0,989617254
12	0,992976261
13	0,995262138
14	0,996812335
15	0,997860352
16	0,998566884
17	0,999041994
18	0,999360747
19	0,99957415
20	0,999716747

Análisis de datos

Generalmente la distribución para ensayos de tensión de materiales compuestos obedece a una distribución normal, una distribución de Weibull, una distribución log – normal, y todas las distribuciones que adquiera esta forma, por esta razón el análisis de los datos arrojados por los ensayos de tensión y tenacidad de fractura trans laminar se realizó por medio de dos distribuciones; distribución normal y distribución de Weibull [83] [84].

Análisis de varianza (ANOVA)

Debido a que las variables medidas corresponden a cinco grupos determinados por el tratamiento químico aplicado, la metodología más adecuada para el análisis es un modelo de Análisis de Varianza paramétrico con supuesto distribucional normal para la variable respuesta, el cual permite medir los efectos del tratamiento sobre la variable [85].

Antes de realizar un análisis de varianza se deben cumplir unos requisitos con el fin que el ANOVA sea válido. Las hipótesis necesarias para llevar a cabo el análisis son:

Normalidad de los datos: para cada variable entre los grupos de tratamiento químico se verifica la normalidad por medio de un contraste de normalidad con el test de Shapiro Wilk, donde se plantea las siguientes hipótesis [85]:

$$\begin{cases} H_0: La\ variable\ sigue\ una\ distribución\ normal \\ vs \\ H_a: La\ variable\ no\ sigue\ una\ distribución\ normal \end{cases}$$

En caso de no rechazar la hipótesis nula la variable sigue una distribución normal, la hipótesis nula se rechaza si el P – valor es menor al nivel de significancia (0,05) [85].

Homogeneidad de varianzas (homocedasticidad): se debe analizar si las varianzas son parecidas para cada variable entre los grupos de tratamiento químico y esto se realiza con un contraste de homogeneidad de varianza de Bartlett, donde se plantea la siguiente hipótesis [85]:

$$\begin{cases} H_0: \sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 = \sigma_4 = \sigma_5 \\ vs \\ H_a: \sigma_i \neq \sigma_{i'}\ para\ i \neq i' \end{cases}$$

En caso de rechazar la hipótesis nula la varianza de la variable es similar en todos los grupos de tratamiento, la hipótesis nula se rechaza si el P – valor es menor al nivel de significancia (0,05) [85].

Para el análisis de cada una de las variables se plantea el modelo de la forma

$$Y_{ij} = \mu + \alpha_i + \epsilon_{ij}$$

$$i = 1,2,3,4,5 \quad j = 1, \dots, 20$$

Donde Y_{ij} es la observación de la variable que pertenece al i-ésimo tratamiento; μ es el efecto medio, α_i es el efecto del i-ésimo tratamiento, ϵ_{ij} es el error experimental, el cual se distribuye normalmente con media cero y varianza constante (homocedasticidad).

$$\epsilon_{ij} \sim N(0, \sigma^2)$$

Para el efecto de tratamiento se plantea la hipótesis:

$$\left\{ \begin{array}{l} H_0: \alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = \alpha_4 = \alpha_5 \\ \quad \quad \quad vs \\ H_a: \alpha_i \neq \alpha_{i'} \text{ para } i \neq i' \end{array} \right.$$

En caso de rechazar la hipótesis nula, con el valor de la tabla ANOVA se obtienen diferencias entre los efectos de los tratamientos, la hipótesis nula se rechaza si el P - valor es menor al nivel de significancia (0.05) [85].

Es de aclarar que cuando se rechaza la hipótesis nula y se tienen más de dos niveles de tratamiento (tres niveles) hay que realizar una prueba de comparaciones múltiples [85], para este trabajo se usó la prueba de Tukey, es un método basado en intervalos de confianza, es usado para comparar la totalidad de los contrastes de medias, se basa en el hecho que bajo la hipótesis nula la totalidad de comparaciones al nivel de significancia de la tabla ANOVA se ubican dentro del intervalo con región crítica dado por la distribución de Tukey, este método exige balanceamiento lo cual se cumple en este diseño.

Distribución de Weibull

El seguimiento de un material determinando la fuerza en el cual cada material sufre la fractura, da origen a una variable respuesta de sobrevivencia. Para esta variable se considera un modelo de sobrevivencia de Weibull, con las especificaciones mostradas en la (Eq. 2) :

$$h(t) = h_0(t) \exp(\beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3) \quad (\text{Eq. 2})$$

Donde:

$h(t)$ = Riesgo instantáneo de fractura para un material a la fuerza t

$h_0(t) = \lambda \alpha t^{\alpha-1}$ Es el riesgo base instantáneo de fractura

$\exp(\beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3)$ = Modelo lineal que permite medir del efecto de los tratamientos sobre el riesgo instantáneo de fractura.

La función de supervivencia es la probabilidad de que el material sobreviva a la fuerza t dada por la (Eq. 3).

$$S(t) = \exp\{-\exp\{\beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3\} \alpha t^{\alpha-1}\} \quad (\text{Eq. 3})$$

Por lo tanto se debe tener en cuenta que si el riesgo es grande en un punto t la fuerza necesaria para fractura el material es cercana a ese punto. En este modelo es de interés probar la hipótesis de efecto global de tratamiento, es decir:

$$\begin{cases} H_0: \beta_0 = \beta_1 = \beta_2 = \beta_3 \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad vs \\ H_a: \beta_i \neq \beta_{i'} \text{ para } i \neq i' \end{cases}$$

Esta hipótesis se compara con una prueba de razón de verosimilitud ji-cuadrado, en caso de que se rechace la hipótesis nula, se concluye que hay diferencias entre los efectos de tratamiento. En caso de obtener efecto significativo, se presenta la tabla de pruebas z para cada uno de los efectos y de esta manera observar las diferencias obtenidas.

El Test de Bonferroni es un test de comparaciones múltiples el cual permite comparar las medias de todos los niveles de un factor después de haber rechazado la Hipótesis nula, la cual es definida por igualdad de medias, mediante el modelo de riesgos proporcionales de Weibull [85] [86].

El Test de Bonferroni se basa en la creación de un umbral llamado BSD (Bonferroni significant difference), por encima de este umbral, la diferencia entre las dos medias será significativa [86].

En el Test de Bonferroni el nivel de significación se modifica en función del número de comparaciones a hacer, con el fin de eliminar el error de aplicar el test tantas veces al mismo tiempo. El BSD se calcula con la (Eq. 4):

$$BSD = t_{(N-5,0.05)} \sqrt{\text{Error estandar de beta}} \quad (\text{Eq. 4})$$

Donde N es el número de total de observaciones, t es la distribución t de estudent y el nivel de significancia de cada comparación es 0.05 dividido en 10 posibles parejas de comparaciones que surgen de 5 tratamientos.

El modelo de función de riesgo de Weibull viene dado por la (Eq. 5) [87]:

$$h(t) = \lambda \gamma t^{\gamma-1} \quad (\text{Eq. 5}) [87]$$

La cual depende de dos parámetros λ y γ , ambos mayores que cero. La forma de la función de riesgo viene dada por γ . En el caso concreto de $\gamma = 1$, la función de riesgo es constante, independiente del tiempo, con valor λ , lo que corresponde a una función de supervivencia exponencial. Para $\gamma < 1$, la función de riesgo disminuye con el tiempo y para $\gamma > 1$ la función de riesgo aumenta con el tiempo [87].

La supervivencia correspondiente a la función de riesgo de Weibull viene dada por la (Eq. 6) [87]:

$$S(t) = \exp(-\lambda t^\gamma) \quad (\text{Eq. 6}) [87]$$

En el modelo de Weibull se pueden introducir variables predictoras. Si se supone que la función de riesgo para dos perfiles diferentes se mantiene proporcional a lo largo del tiempo, la función de riesgo para el sujeto i en función de p variables predictivas es como se observa en la (Eq. 7) [87]:

$$h_i(t) = h_0(t) \exp(\beta_1 x_{i1} + \beta_2 x_{i2} + \dots + \beta_p x_{ip}) \quad (\text{Eq. 7}) [87]$$

La función de riesgo base $h_0(t)$ suponemos que sigue un modelo de Weibull, entonces la función de riesgo y de supervivencia vienen dadas por la (Eq. 8) [87]:

$$\begin{aligned}
 h_i(t) &= \exp(\beta x_i) \lambda \gamma t^{\gamma-1} \\
 S_i(t) &= \exp[-\exp(\beta x_i) \lambda \gamma t^\gamma]
 \end{aligned}
 \tag{Eq. 8} [87]$$

La interpretación de los coeficientes β se debe hacer sobre los términos $\exp(\beta)$ y son análogos al riesgo relativo [87].

El programa utilizado para la realización de los modelos estadísticos es R®, este software proporciona dos parámetros que suele denominar intercept y scale. La relación entre los valores proporcionados por el programa y el modelo aquí presentado esta presentado en la (Eq. 9) [87] [88]:

$$\begin{aligned}
 \lambda &= \exp\left(-\frac{\text{intercept}}{\text{scale}}\right) \\
 \gamma &= \frac{1}{\text{scale}} \\
 \beta &= -\frac{\alpha}{\text{scale}}
 \end{aligned}
 \tag{Eq. 9} [87] [88]$$

2.2 Elaboración de las Muestras

2.2.1 Equipos y materiales

Horno

El horno utilizado para el curado de los materiales compuestos y secado de las fibras es mostrado en la Fotografía 1, construido en acero galvanizado, recubierto con lana de vidrio, el sistema de calefacción corresponden a dos resistencias conectadas en serie, como se muestra en la Fotografía 2, controladas por un sistema Autonics TC4S.

Bomba de vacío

Para la fabricación de las muestras fue utilizada una bomba de vacío la cual se representa en la Fotografía 3, la cual genera un vacío de hasta el 90% de la presión atmosférica y un flujo de 3 CFM.

Fotografía 1. Vista frontal del horno**Fotografía 2. Sistema de calefacción del horno**

Trampa de resina

La trampa de resina es utilizada para los procesos de infusión de resina, su función es proteger la bomba de vacío en el caso de que la resina llegue hasta la fuente de vacío, la trampa de resina se observa en las Fotografía 4, la cual fue construida en acero, hermética e instalado el vacuómetro del sistema.

Fotografía 3. Bomba de vacío**Fotografía 4. Trampa de resina**

Balanza

Fue utilizada para el pesaje de la resina y las telas una balanza casera con una precisión de ± 1 gramo.

Calibrador

Para la medición de las muestra fue utilizado un calibrador digital marca Ubermann con una precisión de $\pm 0,02$ milímetros.

Resina y endurecedor

El sistema epóxico utilizado corresponde a una resina colrepox 6090 y endurecedor 1956 B. La Tabla 10 muestra las propiedades mecánicas de la resina, la proporción de la mezcla es de 5 a 1 en peso, el anexo A se muestra la información correspondiente de la resina epóxica utilizada.

Tabla 10. Propiedades mecánicas resina epóxica COLREPOX 6090 [89]

Propiedad	Valor	Unidad
Densidad	1100	Kg/m ³
Módulo de elasticidad	3000	MPa
Módulo de corte	4200	MPa
Relación de Poisson	0,38	-
Resistencia a la tensión	35	MPa
Resistencia a la compresión	100	MPa
Resistencia al corte	13,78	MPa
Módulo de compresión transversal	4528	MPa

Tela de algodón

La tela utilizada como material de refuerzo es conocida como género de algodón, producida mediante el entrecruzamiento de hilos formando así una trama y una urdimbre, los cuales corresponden al tejido longitudinal y transversal respectivamente.

Tela desmoldante

Como material desmoldante se utilizó brioni la cual está compuesta entre 80% y 100% de nylon, la Fotografía 5 muestra el material desmoldante utilizado.

Tela absorbente

El material absorbente corresponde a bioto, el cual se muestra en la Fotografía 6, esta tela es utilizada como tela sangradora la cual absorbe los excesos de resina.

Malla de distribución

Consiste en un tejido polimérico, como se muestra en la Fotografía 7, diseñado para permitir el flujo de resina entre los espacios de vacío generados por su intrínseca geometría, permitiendo así mediante la presión de vacío, impregnar todo el laminado de tejidos sobre la totalidad del molde.

Bolsa de vacío

Consiste en un plástico de nylon, como se muestra en la Fotografía 8, el cual se utiliza para sellar y contener el vacío que compacta los elementos entre el plástico y el molde, tiene la capacidad de hornearse hasta 200°C.

Tubo espiral

Tubería plástica en espiral, como se observa en la Fotografía 9, la cual permite la transmisión de resina a alta velocidad y la recolección de resina excedente una vez impregnado todo el laminado.

Manguera

Manguera de silicona transparente de 3/8" como se observa en la Fotografía 10, la cual permite el transporte de la resina hacia el interior del molde y la extracción de excesos hacia la trampa de resina.

Cinta sellante de vacío

Es una cinta adherente de sellado tipo goma, como se muestra en la Fotografía 11, la cual genera el sellado entre el plástico de vacío y el molde.

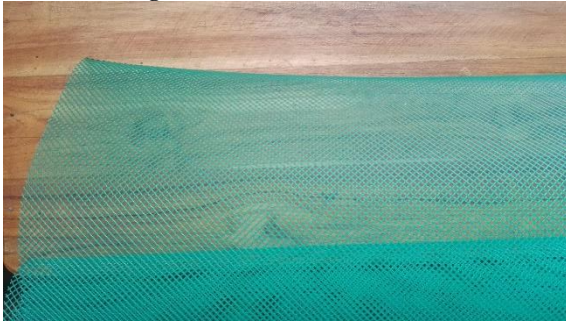
Fotografía 5. Tela desmoldante brioni



Fotografía 6. Tela absorbente bioto



Fotografía 7. Malla de distribución



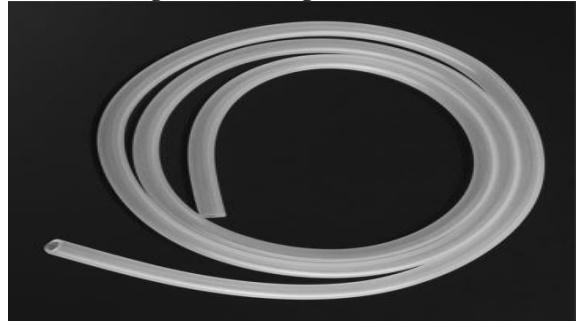
Fotografía 8. Bolsa de vacío



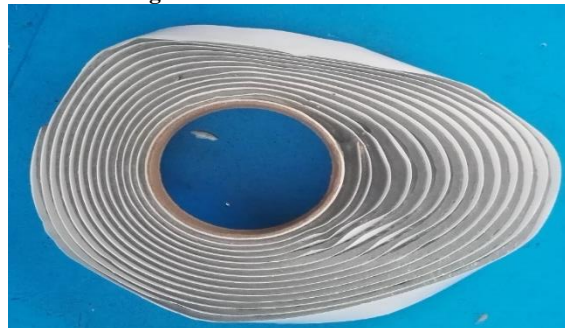
Fotografía 9. Tubo espiral



Fotografía 10. Manguera se silicona



Fotografía 11. Cinta sellante de vacío

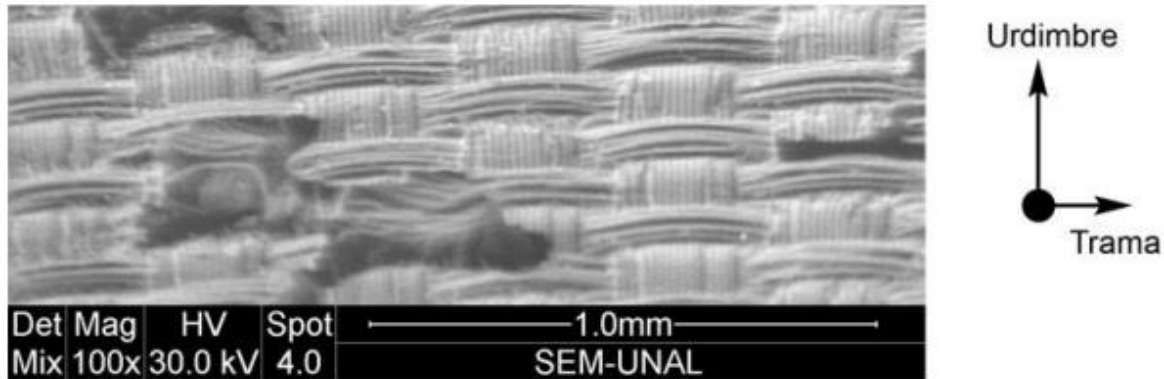


2.2.2 Preparación de las fibras

Las fibras fueron cortadas teniendo en cuenta la urdimbre de la fibra (orientación de las fibras), esto con el fin de tener una orientación de 0° de las fibras. La Figura 20 muestra una

fotografía SEM de la tela de algodón, donde se puede apreciar la urdimbre y la trama de la tela de algodón.

Figura 20. Fotografía SEM de la tela de algodón [90]



Para identificar la urdimbre de la tela sin necesidad del microscopio se debe observar el tejido mostrado en la Fotografía 12 el cual indica la orientación de la tela.

Fotografía 12. Tejido identificador de la urdimbre



El tamaño de los cortes para las probetas sometidas a tensión fueron de 20 x 30 cm y para tenacidad de fractura de 15 x 30 cm, garantizando al menos 10 probetas por moldeo.

2.2.3 Tratamiento químico

El tratamiento químico realizado fue una mercerización con soda caustica con un 99% de pureza de NaOH. Las fibras fueron sumergidas en una solución líquida de soda caustica con concentraciones de 5, 10, 15 y 20% por 1 hora, posteriormente fueron lavadas con agua con un contenido de 1% de ácido acético para neutralizar el exceso de hidróxido de sodio, el

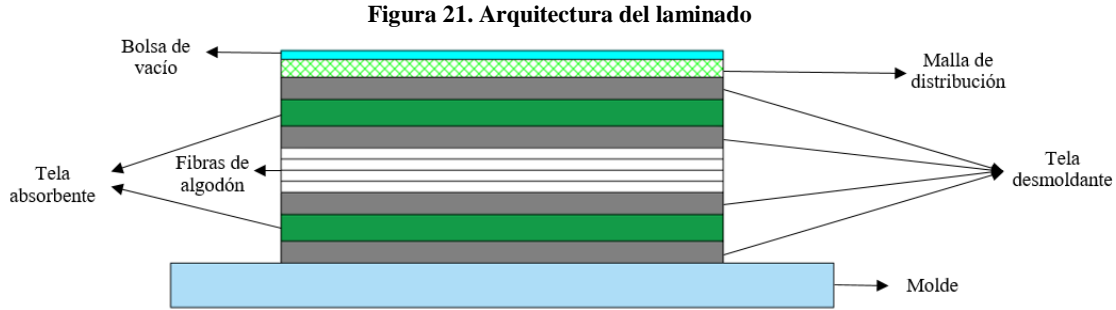
lavado final se realizó varias veces con agua para asegurar la remoción de todos los residuos químicos, finalmente se realizó el secado de las fibras en un horno a 110°C por 1 hora. Posterior al tratamiento químico las fibras fueron planchadas con el fin de eliminar las arrugas existentes y protegidas del ambiente por medio de bolsas herméticas.

2.2.4 Elaboración de los compuestos

Para la elaboración de los compuestos se utilizó el protocolo de fabricación VARTM (moldeo por transferencia de resina asistida por vacío). El proceso inicia con la ubicación de la cinta de sellado sobre el molde con las dimensiones mostradas en la Tabla 11, después los tubos espiral son ubicados frente a la entrada y salida de resina. La arquitectura utilizada en la ubicación de las telas se observa en la Figura 21, consistente en una capa de material desmoldante contra la superficie del molde seguida de una capa de tela sangradora (absorbente), otra capa de material desmoldante, las 4 capas de tela de algodón alineadas, una capa de material desmoldante seguida de una capa de tela sangradora y finalmente otra capa de material desmoldante. Una vez ubicadas las telas se procede a situar la malla de distribución y finalmente se sella el molde con la bolsa de vacío y la cinta sellante, para comprobar el sellado se realiza vacío y se deja por 10 minutos, después de este tiempo no se debe observar caída de presión.

Tabla 11. Dimensiones de los materiales para la fabricación de los compuestos

DIMENSIONES	PROBETAS DE TENSIÓN	PROBETAS DE FRACTURA
Cinta de sellado (cm)	35 x 23	35 x 18
Telas (desmoldante, absorbente, algodón) (cm)	30 x 20	30 x 15
Malla (cm)	32 x 20	32 x 15
Bolsa de vacío (cm)	40 x 30	40 x 25



La mezcla de la resina se realizó a un 250% del peso total de las telas teniendo como promedios los mostrados en la Tabla 12. Peso de la resina en función de las telas [90].

Tabla 12. Peso de la resina en función de las telas

PROBETAS	PESO DE LAS TELAS (g)	PESO DE LA RESINA (g)
Tensión	63	158
Tenacidad de Fractura	46	115

La mezcla entre la resina y el endurecedor es de una proporción de 5 a 1 en peso, en la Tabla 13 se observan los promedios de la mezcla para cada una de las probetas.

Tabla 13. Peso de la resina y el endurecedor

PROBETAS	PESO DE RESINA (g)	PESO DE ENDURECEDOR (g)
Tensión	131	26
Tenacidad de Fractura	96	19

Debido al tamaño del horno no se podía fabricar las 20 probetas directamente, por esta razón se realizaron 2 moldeos por tratamiento, siempre procurando hacerlo bajo las mismas condiciones ambientales. La Tabla 14 muestra los promedios de temperatura y humedad en los que fueron fabricados los materiales compuestos.

Tabla 14. Condiciones ambientales de la fabricación

TEMPERATURA (°C)	HUMEDAD (%)
19 - 24	40 - 54

El proceso de transferencia de resina se realizó con un vacío de aproximadamente 20 inHg, este proceso tenía una duración aproximada de 25 minutos, el proceso finalizaba con la transferencia total de la resina y la distribución por todo el molde, las Fotografías 13, 14 y 15 muestran la presión de fabricación y la evolución de la transferencia de resina.

Una vez culminada la transfusión de resina se lleva el molde al horno, para prevenir el quemado de la resina debido a la radiación emitida por las resistencias eléctricas se envuelve el molde con papel aluminio como se observa en la Fotografía 16, la rampa de temperatura para el curado del material se observa en la Figura 22, consisten en un incremento de temperatura desde temperatura ambiente hasta una fase isotérmica a 105°C por un periodo de 120 minutos y un enfriamiento hasta temperatura ambiente [90].

Fotografía 13. Presión de fabricación



Fotografía 14. Inicio del proceso de fabricación



Fotografía 15. Finalización del proceso de fabricación



Fotografía 16. Ingreso del material al horno

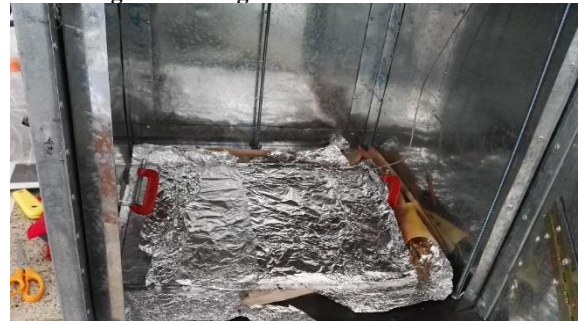
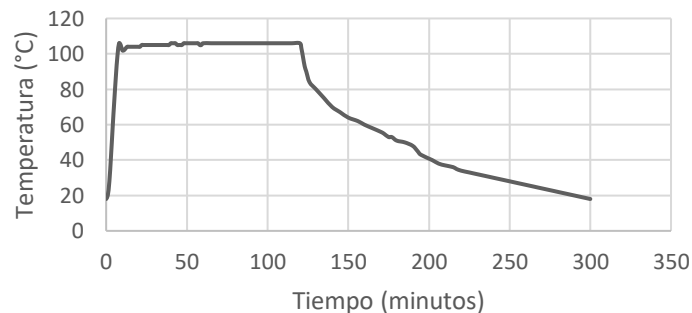


Figura 22. Rampa de fabricación

RAMPA DE FABRICACION



Una vez curado el material se procede a retirar la malla, las telas desmoldantes y las telas absorbentes, dejando solo el material conformado por la tela de algodón y la resina epóxica

como se observa en la Figura 23. Finalmente las probetas fueron cortadas por medio de una guillotina para plásticos.

Figura 23. Desmolde total del material compuesto



2.3 Caracterización Química: Espectroscopia FTIR

Las muestras fueron examinadas utilizando el espectrómetro Thermo Scientific Nicolet iS10 con un módulo de ATR verificado con patrones de Poliestireno de 1.5 mm trazables a los estándares NIST, correspondiente al laboratorio de espectrofotometría infrarroja (facultad de ciencias, departamento de química, UNAL – Bogotá). El análisis se realizó a las fibras de algodón con los diferentes niveles de tratamiento químico (0%, 5%, 10%, 15% y 20%).

2.4 Caracterización Mecánica de los Compuestos

Para la caracterización mecánica de los materiales compuestos se realizaron dos tipos de ensayos, el ensayo de tensión y el ensayo de tenacidad de fractura translaminar.

2.4.1 Ensayo de tensión

Los ensayos de tensión se realizaron tomando como referencia la norma ASTM D3039, con el uso de una máquina universal de ensayos Autograph AG-IS de 5 KN (laboratorio de ensayos mecánicos, UNAL – Bogotá), las condiciones de los ensayos a tensión se encuentran en la Tabla 15. La longitud calibrada utilizada para todos los ensayos fue de 150 mm, la medición de las dimensiones se realizaron en 3 puntos distintos y se tomó el promedio para cada una de las muestras, las medidas se realizaron con un calibrador digital

Ubermann con una precisión de $\pm 0,02$ mm, la Tabla 16 muestra las dimensiones de las probetas ensayadas a tensión.

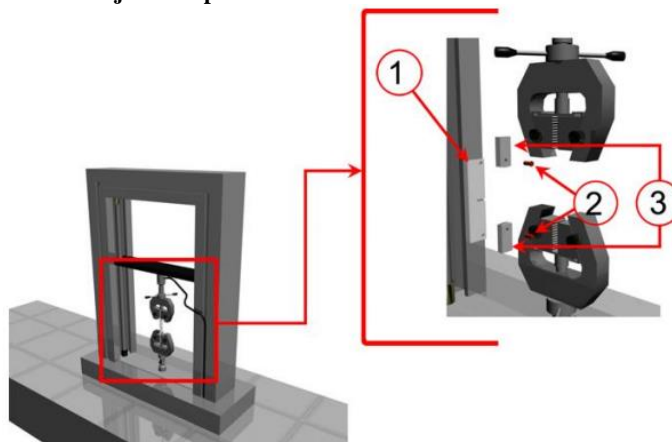
Tabla 15. Condiciones ensayo de tensión

Norma	ASTM D3039 – 14
Fecha de las pruebas	7/Dic/15 – 14/Dic/15
Humedad relativa	49 – 62%
Temperatura del laboratorio	17 – 21 °C
Equipo utilizado	Autograph AG-IS de 5 KN
Fecha de calibración	1 Febrero de 2012
Celda de carga	5 KN
Velocidad del ensayo	2 mm/min

2.4.2 Ensayo de tenacidad de fractura translaminar

Los ensayos de tenacidad a la fractura translaminar se realizaron tomando como referencia la norma ASTM E1922, con el uso de la misma máquina utilizada para el ensayo a tensión, adicionalmente se fabricaron un par de adaptadores (clevis) para las mordazas, de manera que se pudiera generar la carga tal cual como lo pedía la norma y adicionalmente se pudiera utilizar las mordazas para un ensayo de tensión, los adaptadores utilizados fueron ubicados exactamente en la mitad de las mordazas. La Figura 24 muestra un esquema del montaje de las probetas para el ensayo. Las condiciones de los ensayos a tensión se observan en la Tabla 17.

Figura 24. Montaje de las probetas de tenacidad a la fractura translaminar [74]



1. Probeta 2. Pasadores 3. Adaptadores (clevis)

Tabla 16. Dimensiones de las probetas ensayadas a tensión

Probeta (0%)	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Probeta (5%)	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Probeta (10%)	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Probeta (15%)	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Probeta (20%)	Espesor (mm)	Ancho (mm)
T0V1	0,890	14,647	T5V1	0,993	14,997	T10V1	0,980	15,247	T15V1	0,997	15,423	T20V1	1,140	15,227
T0V2	0,877	14,733	T5V2	1,003	15,060	T10V2	0,980	14,617	T15V2	1,020	15,183	T20V2	1,097	15,303
T0V3	0,897	14,780	T5V3	1,020	14,987	T10V3	0,917	15,053	T15V3	1,033	14,797	T20V3	1,087	15,257
T0V4	0,897	15,040	T5V4	1,007	15,323	T10V4	1,000	14,883	T15V4	1,033	15,140	T20V4	1,057	15,217
T0V5	0,903	14,827	T5V5	0,977	14,943	T10V5	1,003	15,363	T15V5	1,010	15,167	T20V5	1,093	15,443
T0V6	0,897	15,113	T5V6	1,017	15,267	T10V6	1,020	14,283	T15V6	0,993	15,107	T20V6	1,093	15,310
T0V7	0,907	14,880	T5V7	1,020	15,547	T10V7	0,927	15,400	T15V7	1,010	15,153	T20V7	1,097	14,680
T0V8	0,907	14,960	T5V8	1,020	15,593	T10V8	1,007	15,137	T15V8	0,987	14,863	T20V8	1,063	14,807
T0V9	0,900	16,310	T5V9	1,020	15,037	T10V9	0,937	15,057	T15V9	0,993	14,973	T20V9	1,027	15,133
T0V10	0,933	15,233	T5V10	1,020	14,887	T10V10	0,997	14,913	T15V10	1,017	14,733	T20V10	1,030	15,330
T0V11	0,910	14,890	T5V11	1,023	15,573	T10V11	1,010	15,103	T15V11	1,010	14,440	T20V11	1,023	15,283
T0V12	0,893	14,987	T5V12	1,007	14,950	T10V12	0,927	15,003	T15V12	1,037	14,860	T20V12	1,023	15,053
T0V13	0,920	14,857	T5V13	1,027	14,503	T10V13	1,007	14,927	T15V13	1,023	14,520	T20V13	1,027	14,833
T0V14	0,913	14,673	T5V14	1,020	15,190	T10V14	0,927	15,003	T15V14	1,013	15,027	T20V14	1,030	14,407
T0V15	0,907	14,760	T5V15	1,013	15,513	T10V15	1,013	14,440	T15V15	1,030	14,587	T20V15	1,070	14,967
T0V16	0,900	14,760	T5V16	1,020	14,913	T10V16	0,927	15,223	T15V16	1,017	15,330	T20V16	1,087	14,757
T0V17	0,903	14,900	T5V17	1,017	14,983	T10V17	1,020	14,900	T15V17	1,030	14,780	T20V17	1,040	15,307
T0V18	0,897	15,137	T5V18	1,007	15,260	T10V18	0,950	14,980	T15V18	1,027	15,013	T20V18	1,047	14,947
T0V19	0,890	14,817	T5V19	1,013	15,183	T10V19	1,010	14,760	T15V19	1,007	15,137	T20V19	1,033	14,690
T0V20	0,890	14,673	T5V20	1,020	15,230	T10V20	1,023	15,253	T15V20	1,053	15,147	T20V20	1,003	14,443

La medición de las probetas se realizaron con el mismo instrumento utilizado para la medición de las probetas de tensión, se realizó la medición en 3 puntos distintos y se obtuvo el promedio para cada una de las muestras, las Tabla 18 y 19 muestran las dimensiones de las probetas ensayadas a tenacidad de fractura translaminar.

Tabla 17. Condiciones de los ensayos de tenacidad de fractura

Norma	ASTM E1922 – 04
Fecha de las pruebas	7/Dic/15 – 14/Dic/15
Humedad relativa	49 – 62%
Temperatura del laboratorio	17 – 21 °C
Equipo utilizado	Autograph AG-IS de 5 KN
Fecha de calibración	1 Febrero de 2012
Celda de carga	1 KN
Velocidad del ensayo	2 mm/min

2.5 Caracterización de fracturas

La caracterización de fracturas se realizó por medio del estéreo microscopio y mediante microscopia electrónica de barrido (SEM). Para la realización de la fractografía se deben seguir una serie de recomendaciones expuestas en el numeral 2.7.3.

2.5.1 Estéreo microscopio

La caracterización de fracturas se realizó con el estéreo microscopio OLYMPUS SZX12 de la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá, el cual se muestra en la Fotografía 17. Se examinaron la totalidad de las muestras para tensión como para tenacidad de fractura, se realizó el análisis a las dos superficies de fractura a diferentes aumentos, diferentes inclinaciones respecto al observador y diferentes posiciones de luz, según los requerimientos de la muestra.

Tabla 18. Dimensiones de las probetas ensayadas a tenacidad a la fractura translaminar

PROBETA (0%)	ESPELOR (mm)	ANCHO (mm)	GRIETA (mm)	PROBETA (5%)	ESPELOR (mm)	ANCHO (mm)	GRIETA (mm)	PROBETA (10%)	ESPELOR (mm)	ANCHO (mm)	GRIETA (mm)
F0V1	0,847	24,987	13,010	F5V1	1,013	25,160	13,230	F10V1	0,947	25,427	12,950
F0V2	0,860	24,817	13,300	F5V2	0,997	25,343	13,490	F10V2	0,953	25,383	13,060
F0V3	0,840	24,860	13,230	F5V3	1,100	24,700	13,830	F10V3	0,953	25,527	13,780
F0V4	0,867	24,753	12,980	F5V4	1,083	24,963	13,350	F10V4	0,953	25,557	13,120
F0V5	0,860	24,883	13,630	F5V5	1,067	24,757	13,610	F10V5	0,943	25,343	12,990
F0V6	0,847	24,780	13,440	F5V6	1,067	24,840	13,800	F10V6	0,933	25,343	12,970
F0V7	0,857	24,937	13,460	F5V7	1,080	24,810	13,750	F10V7	0,923	25,630	12,950
F0V8	0,857	24,847	13,030	F5V8	1,080	24,890	12,930	F10V8	0,937	25,643	13,120
F0V9	0,923	25,220	13,490	F5V9	1,027	25,193	13,480	F10V9	0,943	24,587	13,180
F0V10	0,837	24,907	13,280	F5V10	1,037	25,007	13,020	F10V10	0,927	24,430	13,570
F0V11	0,890	24,703	13,130	F5V11	1,030	25,133	13,340	F10V11	0,967	25,553	13,390
F0V12	0,830	24,887	13,560	F5V12	1,003	25,230	14,170	F10V12	0,963	24,850	13,580
F0V13	0,870	25,620	13,430	F5V13	1,057	25,377	13,490	F10V13	0,930	24,770	14,180
F0V14	0,860	25,940	13,680	F5V14	1,027	24,707	13,310	F10V14	0,960	24,703	13,320
F0V15	0,867	25,977	13,030	F5V15	1,027	24,557	13,770	F10V15	0,940	24,933	13,220
F0V16	0,857	25,177	13,210	F5V16	1,027	24,750	12,940	F10V16	0,943	24,663	13,390
F0V17	0,840	24,930	13,540	F5V17	1,090	24,737	13,690	F10V17	0,953	24,937	12,990
F0V18	0,843	25,090	13,600	F5V18	1,070	24,627	14,030	F10V18	0,993	24,923	13,010
F0V19	0,827	25,093	13,610	F5V19	1,080	24,633	13,500	F10V19	0,983	24,937	12,980
F0V20	0,853	25,610	13,320	F5V20	1,057	24,753	13,190	F10V20	0,947	24,817	12,930

Tabla 19. Dimensiones de las probetas ensayadas a tenacidad a la fractura translaminar (continuación)

PROBETA (15%)	ESPELOR (mm)	ANCHO (mm)	GRIETA (mm)	PROBETA (20%)	ESPELOR (mm)	ANCHO (mm)	GRIETA (mm)
F15V1	0,987	25,387	12,280	F20V1	1,077	25,327	13,540
F15V2	1,010	25,660	12,730	F20V2	1,080	24,800	13,670
F15V3	1,033	25,020	13,730	F20V3	1,117	25,047	13,960
F15V4	0,993	25,477	13,150	F20V4	1,087	24,677	12,910
F15V5	1,040	24,783	13,070	F20V5	1,120	25,693	13,630
F15V6	0,993	24,610	13,060	F20V6	1,083	25,427	13,280
F15V7	0,997	24,883	13,560	F20V7	1,070	25,207	13,430
F15V8	1,000	24,983	12,700	F20V8	1,087	25,423	13,370
F15V9	0,987	24,857	13,120	F20V9	1,113	25,357	13,400
F15V10	0,997	24,903	13,260	F20V10	1,090	24,897	12,860
F15V11	0,977	24,690	13,220	F20V11	1,143	24,503	12,860
F15V12	1,000	24,833	13,130	F20V12	1,123	24,483	12,790
F15V13	0,983	25,153	13,110	F20V13	1,110	24,990	13,340
F15V14	0,980	24,963	13,130	F20V14	1,140	24,333	12,520
F15V15	0,997	25,093	13,030	F20V15	1,120	24,913	13,730
F15V16	1,023	24,810	13,240	F20V16	1,130	24,370	13,080
F15V17	0,980	24,663	13,030	F20V17	1,123	24,793	12,930
F15V18	1,037	24,260	12,440	F20V18	1,130	24,950	13,510
F15V19	0,987	24,947	13,070	F20V19	1,100	25,327	12,870
F15V20	0,990	24,897	13,090	F20V20	1,123	25,500	13,510

Fotografía 17. Estéreo microscopio



2.5.2 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

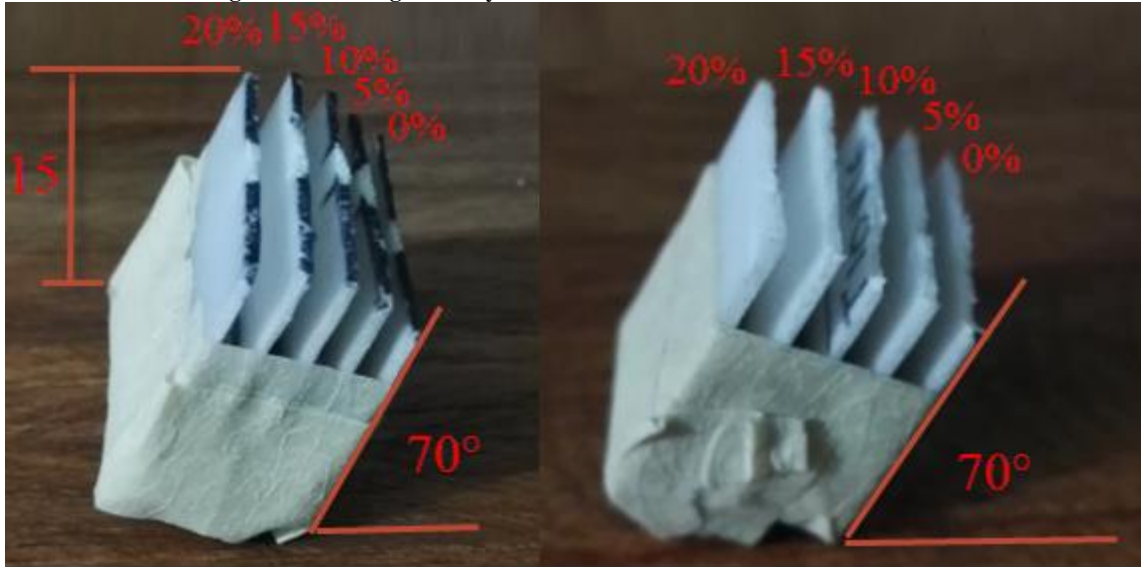
Para la caracterización por SEM se escogieron las probetas cuyas propiedades mecánicas se acercaban más al comportamiento mecánico promedio de cada tratamiento para tensión y tenacidad de fractura en cada uno de los tratamientos, las probetas escogidas se presentan en la Tabla 20.

Tabla 20. Probetas seleccionadas para análisis por SEM

TENSIÓN	FRACTURA
T0V11	F0V16
T5V18	F5V16
T10V16	F10V17
T15V6	F15V19
T20V12	F20V13

La Fotografía 18 muestra la configuración y las dimensiones utilizadas, la configuración utilizada permite que el equipo observe la superficie de fractura en un ángulo de 70° , las láminas fueron separadas entre ellas utilizando una lámina de acero galvanizado, las muestras fueron recubiertas con oro por medio de sputtering, como se observa en la Fotografía 19, de esta manera las muestras fueron analizadas con alto vacío. El equipo utilizado corresponde al SEM FEI QUANTA 200 de la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá el cual se observa en la Fotografía 20.

Fotografía 18. Configuración y dimensiones de las muestras analizadas en SEM



Tenacidad de fractura

Tensión

Fotografía 19. Muestras recubiertas con oro



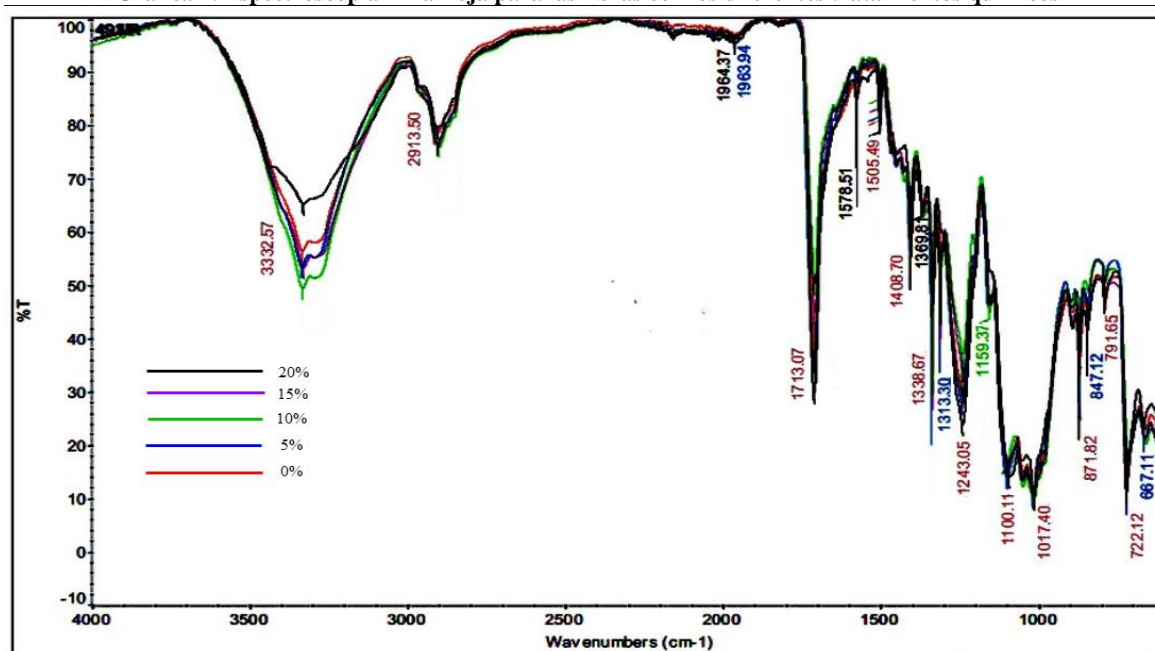
Fotografía 20. Equipo de SEM



3. RESULTADOS

3.1 Caracterización Química: Espectroscopia FTIR

Gráfica 1. Espectroscopia infrarroja para las fibras con los diferentes tratamientos químicos



El análisis FTIR fue realizado con el fin de estudiar las características de la fibra de algodón antes y después del tratamiento alcalino con hidróxido de sodio. La Gráfica 1 muestra los resultados del ATR – FTIR para las fibras de algodón sin tratar y con los distintos tratamientos químicos. El pico ancho de transmisión entre $3200 \sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ es atribuido al estiramiento del enlace de hidrogeno de la red O-H, se observa un menor porcentaje de transmisión para los tratamientos de 5%, 10% y 15%, esto se traduce en una mayor cantidad de enlaces de hidrogeno entre los grupos O-H de la moléculas de celulosa [91]–[93]. La banda cercana a 2900 cm^{-1} muestra un comportamiento similar, donde, el menor porcentaje de transmisión se presenta para los tratamientos de 5%, 10% y 15%, este pico corresponde a la vibración del estiramiento del enlace C-H de los grupos metil y metileno en celulosa y hemicelulosa y es característica en todas las fibras naturales celulósicas [91]. El pico agudo cercano a 1730 cm^{-1} corresponde al enlace C=O de los componentes no celulósicos (pectina, lignina y hemicelulosa), donde su porcentaje de transmisión disminuye con el tratamiento a 20% [94]–[96]. El pico de 1400 cm^{-1} es atribuido a la deformación del enlace de C-H de

lignina, su porcentaje de transmisión disminuye con el tratamiento a 20% de tratamiento químico [91] [93] [95]. El pico de 1243 cm^{-1} corresponde al enlace C-O de lignina y hemicelulosa, donde se observa una disminución del porcentaje de transmisión con el tratamiento a 20%. [47] [55] [97] [98] [99]. La sustentación de lo dicho anteriormente se encuentra en la Tabla 21, la cual muestra los porcentajes de transmisión promedios para cada tratamiento químico en relación con cada uno de los picos característicos.

Tabla 21. Porcentajes de transmisión para cada tratamiento químico en función de las bandas características de las fibras naturales, basada en la gráfica 1

Pico		Porcentaje de transmisión				
		0%	5%	10%	15%	20%
3200 – 3600	Estiramiento del enlace O-H (celulosa)	54%	52%	47%	52%	63%
2900	Estiramiento del enlace C-H (celulosa y hemicelulosa)	76%	75%	72%	75%	78%
1730	Enlace C=O (hemicelulosa)	36%	33%	49%	43%	27%
1400	Deformación del enlace C-H (lignina)	57%	56%	61%	60%	50%
1243	Enlace C-O (lignina)	29%	26%	29%	32%	21%

3.2 Caracterización Mecánica

3.2.1 Ensayo de tensión

De la Tabla 22 a la Tabla 24 se pueden observar la recopilación de las propiedades obtenidas por el ensayo de tensión y el código de fractura estipulado por la norma ASTM D3039. La Tabla 25 muestra el código de fractura para los materiales compuestos ensayados, designado como recomienda la norma. Para el cálculo del esfuerzo (σ), se utilizó la (Eq. 10), la cual representa la relación entre fuerza aplicada y el área perpendicular a la fuerza.

$$\sigma_i = \frac{P_i}{A} \quad (\text{Eq. 10})$$

Donde:

P = Fuerza en el i – esimo punto, (N)

A = Área de la sección transversal normal a la fuerza, de la probeta, (mm^2)

σ_i = Esfuerzo a tensión en el i – esimo punto, (MPa)

De esta manera si se desea calcular el esfuerzo último, se utiliza la relación entre la fuerza máxima antes de falla y el área perpendicular a la fuerza.

La deformación es calculada por medio de la (Eq. 11).

$$e = \frac{L_f - L_i}{L_i} \quad (\text{Eq. 11})$$

Donde:

e = Deformación

L_i = Longitud inicia de la probeta, mm

L_f = Longitud final de la probeta, mm

El cálculo del porcentaje de deformación consiste en multiplicar por 100% la deformación antes calculada, de esta manera el porcentaje de deformación máximo se halla utilizando la deformación máxima antes del fallo.

Para determinar el módulo de elasticidad (E), se utilizó la (Eq. 12), la cual es la relación entre el esfuerzo y la deformación tomada desde el inicio y hasta el final de la recta de proporcionalidad para cada una de las muestras.

$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta e} \quad (\text{Eq. 12})$$

Donde:

$\Delta\sigma$ = Diferencia de esfuerzo aplicada entre dos puntos de la recta de proporcionalidad, MPa

Δe = Diferencia de deformación aplicada entre dos puntos de la recta de proporcionalidad

E = Módulo de elasticidad, GPa

Tabla 22. Propiedades del ensayo a tensión para las probetas con 0% y 5% de tratamiento con hidróxido de sodio

0%				5%			
PROBETA	MÓDULO (GPa)	RESISTENCIA ÚLTIMA (MPa)	DEFORMACIÓN ÚLTIMA (%)	PROBETA	MÓDULO (GPa)	RESISTENCIA ÚLTIMA (MPa)	DEFORMACIÓN ÚLTIMA (%)
T0V1	2,998	82,070	9,652	T5V1	1,735	64,768	8,032
T0V2	3,135	80,200	8,789	T5V2	2,524	67,961	8,441
T0V3	2,860	79,141	9,086	T5V3	2,440	68,411	9,126
T0V4	2,636	78,954	9,509	T5V4	2,827	69,466	8,043
T0V5	2,648	78,412	9,007	T5V5	2,860	74,468	8,714
T0V6	1,245	79,529	9,825	T5V6	2,621	67,988	8,199
T0V7	2,829	80,752	9,356	T5V7	2,450	66,794	8,291
T0V8	2,976	81,449	9,263	T5V8	2,427	67,727	8,621
T0V9	3,011	80,557	9,240	T5V9	2,386	69,131	9,333
T0V10	2,599	75,122	8,077	T5V10	2,486	70,291	9,107
T0V11	2,658	79,325	8,581	T5V11	2,694	71,666	9,370
T0V12	2,774	79,378	8,111	T5V12	2,938	73,929	9,163
T0V13	2,456	78,020	8,327	T5V13	2,792	72,048	8,885
T0V14	2,662	78,717	8,589	T5V14	2,768	71,813	8,699
T0V15	2,607	79,821	9,061	T5V15	2,814	71,639	8,760
T0V16	2,690	80,230	9,485	T5V16	2,545	71,493	9,186
T0V17	1,728	77,006	9,302	T5V17	2,608	67,688	8,254
T0V18	2,530	80,036	9,727	T5V18	2,786	69,915	7,985
T0V19	2,690	80,085	9,129	T5V19	2,718	72,708	9,397
T0V20	2,776	78,143	8,623	T5V20	2,771	71,866	9,707

Tabla 23. Propiedades del ensayo a tensión para las probetas con 10% y 15% de tratamiento con hidróxido de sodio

10%				15%			
PROBETA	MÓDULO (GPa)	RESISTENCIA ÚLTIMA (MPa)	DEFORMACIÓN ÚLTIMA (%)	PROBETA	MÓDULO (GPa)	RESISTENCIA ÚLTIMA (MPa)	DEFORMACIÓN ÚLTIMA (%)
T10V1	2,688	75,845	10,088	T15V1	2,615	70,104	9,472
T10V2	2,350	70,333	10,897	T15V2	2,572	70,333	9,851
T10V3	2,437	76,271	11,218	T15V3	2,325	70,196	10,374
T10V4	2,619	72,178	9,551	T15V4	2,326	68,646	9,917
T10V5	2,221	68,578	10,390	T15V5	2,432	69,003	9,222
T10V6	2,647	73,156	10,038	T15V6	2,465	70,494	9,541
T10V7	2,437	72,905	10,259	T15V7	2,302	68,781	9,101
T10V8	2,437	70,268	8,985	T15V8	2,589	69,850	8,758
T10V9	2,564	73,914	10,397	T15V9	2,728	73,448	8,885
T10V10	2,536	73,626	10,321	T15V10	2,493	72,601	9,591
T10V11	2,568	68,763	8,997	T15V11	2,534	71,716	9,412
T10V12	2,274	72,677	10,457	T15V12	2,446	67,631	8,111
T10V13	2,535	72,743	9,878	T15V13	2,726	72,582	9,277
T10V14	2,483	70,228	9,065	T15V14	2,740	73,412	9,526
T10V15	2,406	70,607	9,287	T15V15	2,687	68,908	8,352
T10V16	2,339	71,638	10,404	T15V16	2,666	72,720	9,441
T10V17	2,569	69,479	9,536	T15V17	2,576	71,775	9,438
T10V18	2,390	69,599	9,793	T15V18	2,531	71,131	9,478
T10V19	2,411	69,208	9,280	T15V19	2,548	72,780	9,406
T10V20	2,284	70,385	10,651	T15V20	2,394	64,049	7,665

Tabla 24. Propiedades del ensayo a tensión para las probetas con 20% de tratamiento con hidróxido de sodio

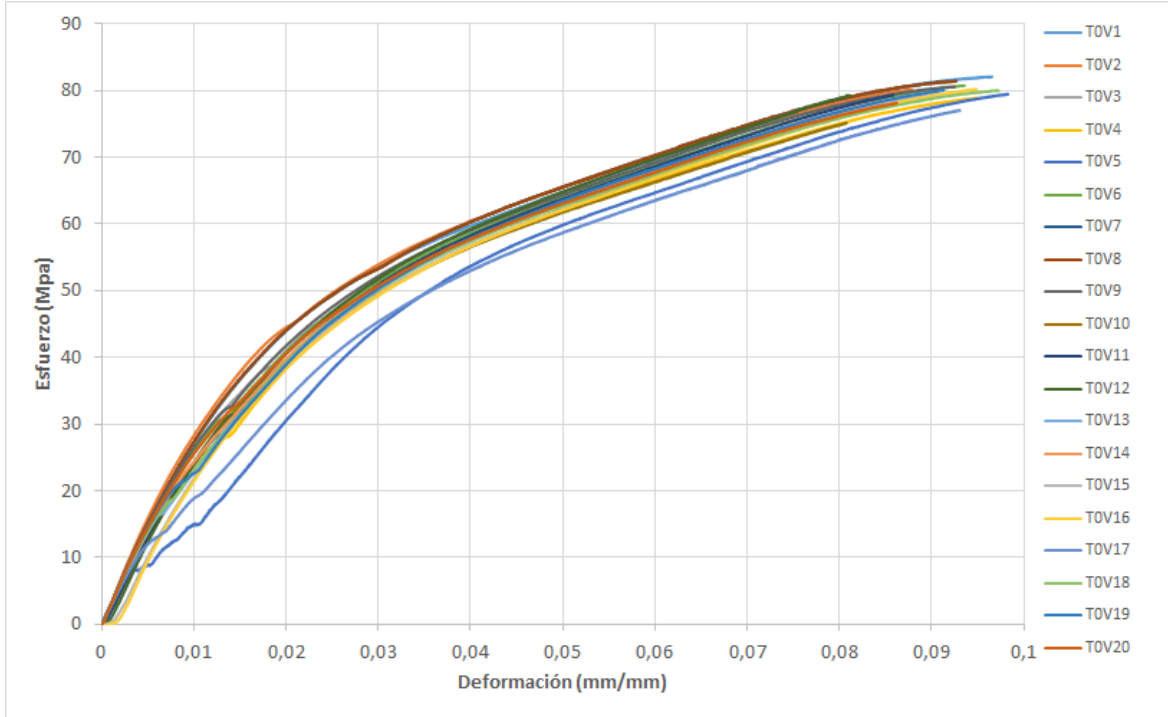
20%			
PROBETA	MÓDULO (GPa)	RESISTENCIA ÚLTIMA (MPa)	DEFORMACIÓN ÚLTIMA (%)
T20V1	2,524	62,855	9,383
T20V2	2,595	65,842	9,750
T20V3	2,525	67,713	10,531
T20V4	2,624	69,264	10,217
T20V5	2,591	65,410	9,719
T20V6	2,602	64,951	9,518
T20V7	2,386	61,352	10,012
T20V8	2,624	69,708	10,706
T20V9	2,578	65,108	10,158
T20V10	2,576	63,035	9,219
T20V11	2,465	66,610	11,073
T20V12	2,550	66,552	10,483
T20V13	2,523	67,758	11,221
T20V14	2,445	67,989	11,636
T20V15	2,536	63,926	8,755
T20V16	2,366	61,084	8,336
T20V17	2,337	66,802	10,966
T20V18	2,664	67,404	9,672
T20V19	2,550	69,770	11,391
T20V20	2,585	71,048	10,996

Tabla 25. Código de fractura de las probetas a tensión

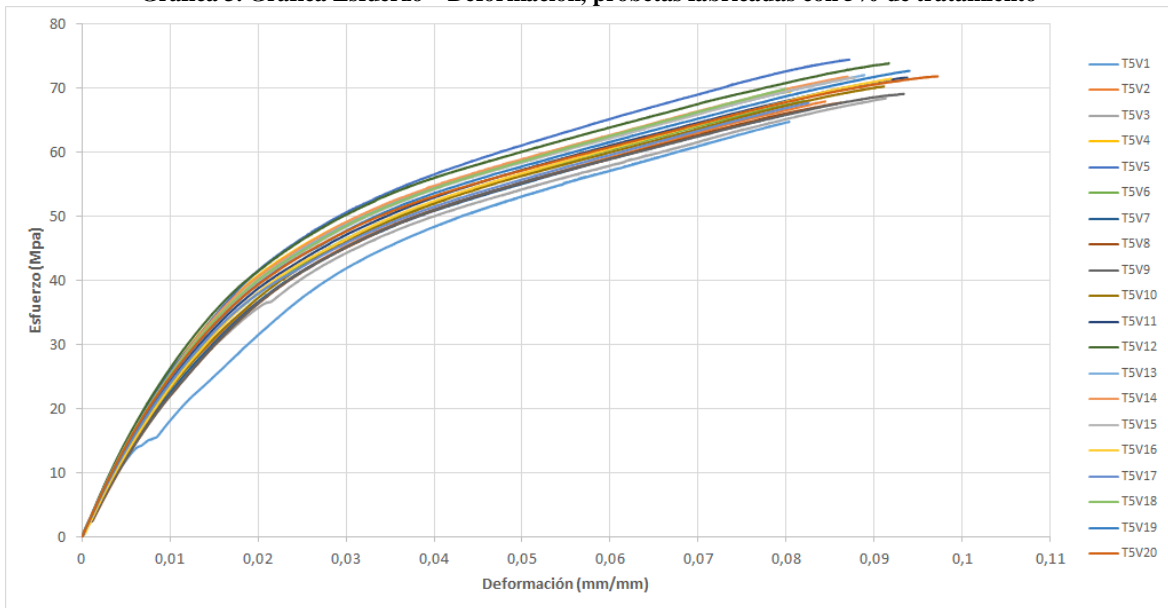
Probeta 0%	Código de fractura	Probeta 5%	Código de fractura	Probeta 10%	Código de fractura	Probeta 15%	Código de fractura	Probeta 20%	Código de fractura
T0V1	LGT	T5V1	LGT	T10V1	LGM	T15V1	LGM	T20V1	LGT
T0V2	LIT	T5V2	LIT	T10V2	LGT	T15V2	LGT	T20V2	LGT
T0V3	LIT	T5V3	LIT	T10V3	LGM	T15V3	LVV	T20V3	LIT
T0V4	LGT	T5V4	LGT	T10V4	LGM	T15V4	LGT	T20V4	LIT
T0V5	LIT	T5V5	LGT	T10V5	LGM	T15V5	LIT	T20V5	LGT
T0V6	LGT	T5V6	LGT	T10V6	LGT	T15V6	LGM	T20V6	LGT
T0V7	LGM	T5V7	LIT	T10V7	LGT	T15V7	LGT	T20V7	LIT
T0V8	LGM	T5V8	LGT	T10V8	LGT	T15V8	LGM	T20V8	LIT
T0V9	LGT	T5V9	LGM	T10V9	LGT	T15V9	LGT	T20V9	LIT
T0V10	LVT	T5V10	LGM	T10V10	LGT	T15V10	LGM	T20V10	LGT
T0V11	LGT	T5V11	LGT	T10V11	LGT	T15V11	LGM	T20V11	LGT
T0V12	LGT	T5V12	LGM	T10V12	LIT	T15V12	LGT	T20V12	LGT
T0V13	LGT	T5V13	LIT	T10V13	LIT	T15V13	LIT	T20V13	LGM
T0V14	LGM	T5V14	LGT	T10V14	LGT	T15V14	LGM	T20V14	LGM
T0V15	LIT	T5V15	LGT	T10V15	LIT	T15V15	LGT	T20V15	LIT
T0V16	LGT	T5V16	LGM	T10V16	LIT	T15V16	LGT	T20V16	LIT
T0V17	LGT	T5V17	LGM	T10V17	LIT	T15V17	LGM	T20V17	LGT
T0V18	LGT	T5V18	LGT	T10V18	LIT	T15V18	LGM	T20V18	LGM
T0V19	LGT	T5V19	LGT	T10V19	LIT	T15V19	LGT	T20V19	LGT
T0V20	LGT	T5V20	LGT	T10V20	LIT	T15V20	LGM	T20V20	LIT

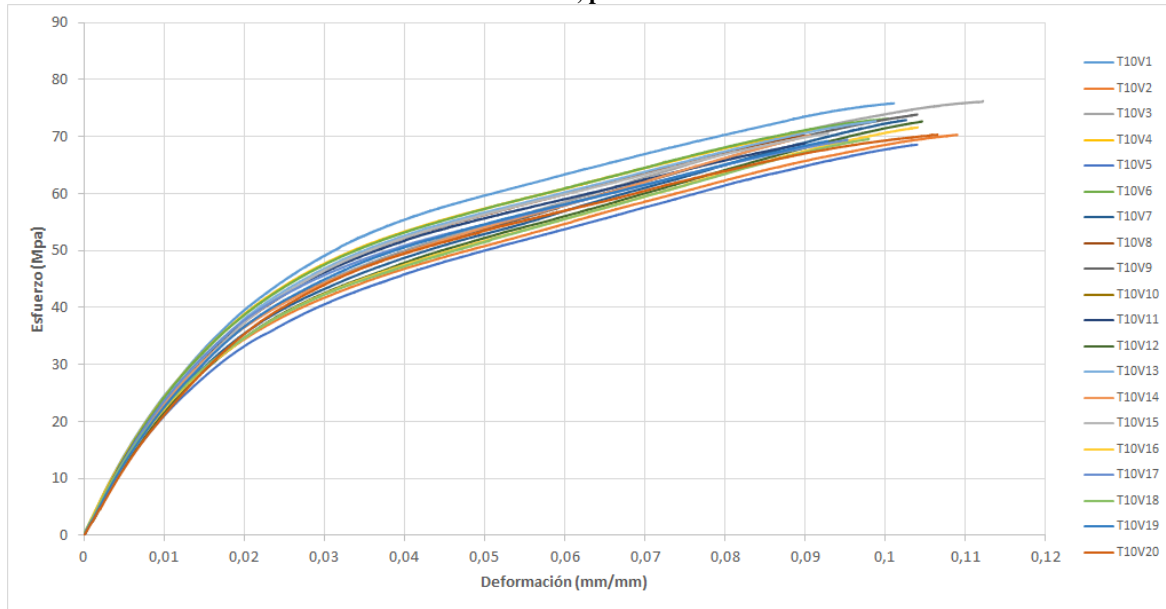
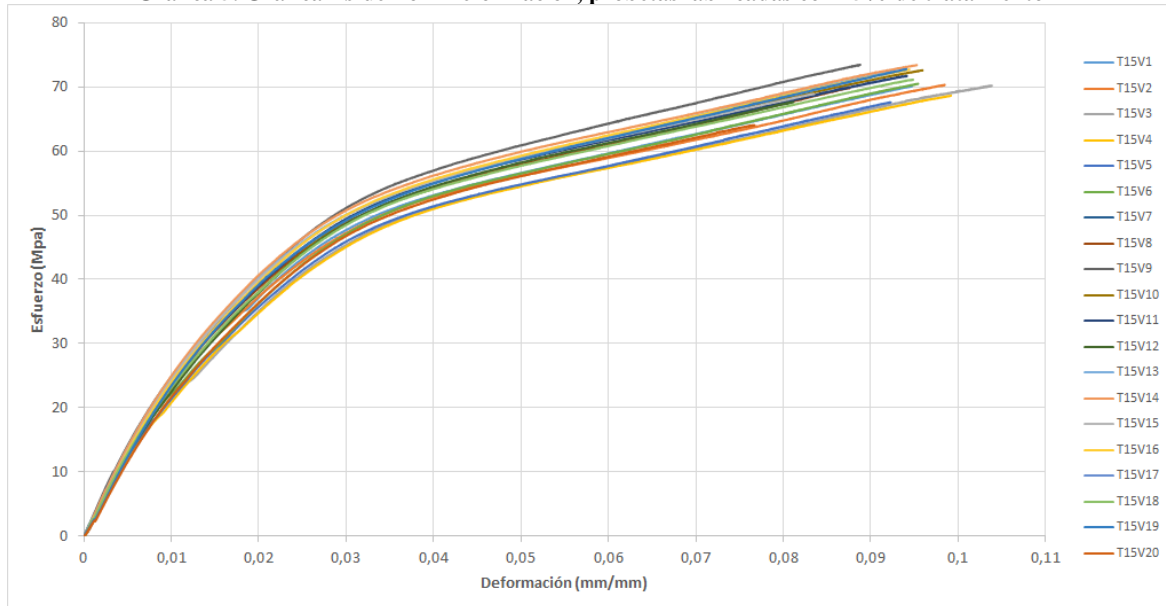
De la Gráfica 2 a la Gráfica 6 se muestran gráficos de esfuerzo – deformación para cada uno de los tratamientos.

Gráfica 2. Gráfica Esfuerzo – Deformación, probetas fabricadas con 0% de tratamiento

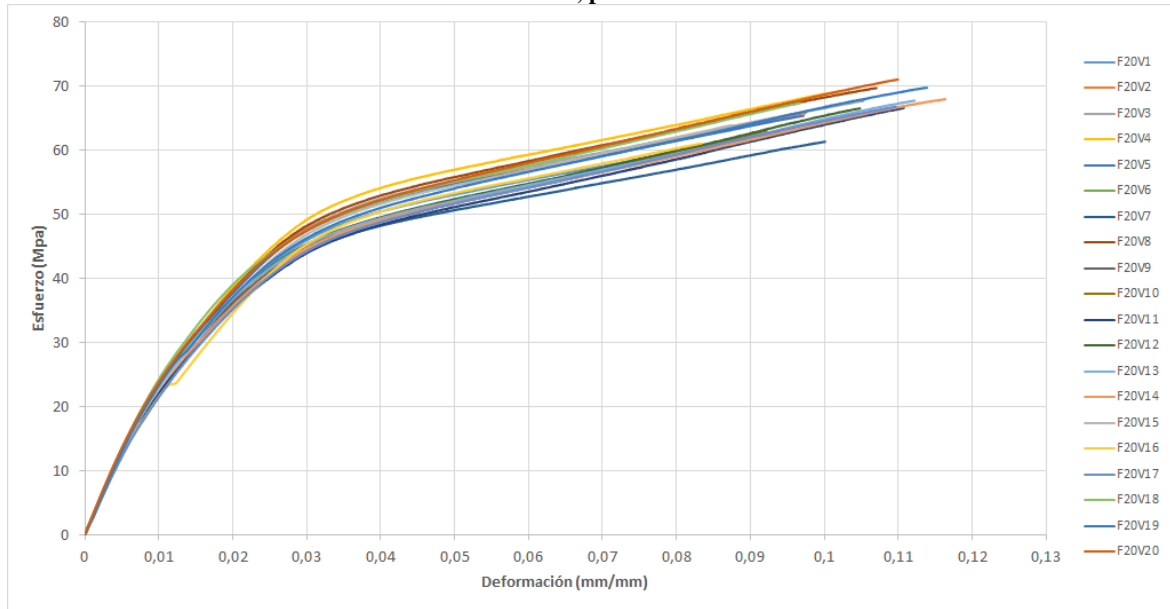


Gráfica 3. Gráfica Esfuerzo – Deformación, probetas fabricadas con 5% de tratamiento



Gráfica 4. Gráfica Esfuerzo – Deformación, probetas fabricadas con 10% de tratamiento**Gráfica 5. Gráfica Esfuerzo – Deformación, probetas fabricadas con 15% de tratamiento**

Gráfica 6. Gráfica Esfuerzo – Deformación, probetas fabricadas con 20% de tratamiento



3.2.2 Ensayo de tenacidad de fractura translaminar

Para determinar la tenacidad de fractura translaminar se utilizó la (Eq. 13) [78].

$$K = \frac{\left(\frac{P}{BW^{\frac{3}{2}}}\right) \left(\alpha^{\frac{1}{2}}\right) (1,4 + \alpha)(3,97 - 10,88\alpha + 26,25\alpha^2 + 38,9\alpha^3 + 30,15\alpha^4 - 9,27\alpha^5)}{(1 - \alpha)^{\frac{3}{2}}} \quad (\text{Eq. 13})$$

Donde:

K = Factor de intensidad de esfuerzos aplicado

a = Longitud inicial de la grieta

W = Ancho de la probeta

B = Espesor de la probeta

$\alpha = a/W$

P = Carga máxima aplicada

En las Tabla 26 y 25 se puede observar la recopilación de las propiedades obtenidas por el ensayo de tenacidad de fractura translaminar.

Tabla 26. Propiedades del ensayo a tenacidad de fractura translaminar para las probetas con 0%, 5% y 10% de tratamiento con hidróxido de sodio

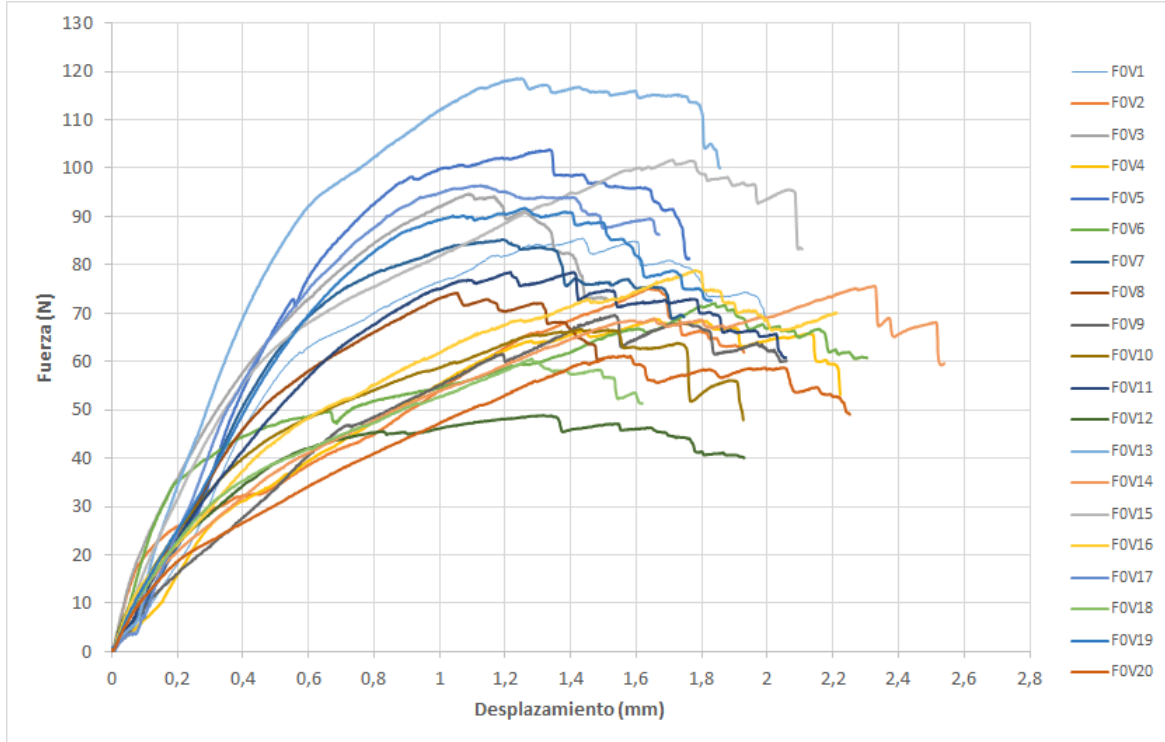
0%			5%			10%		
PROBETA	P (MN)	K (MPa m(1/2))	PROBETA	P (MN)	K (MPa m(1/2))	PROBETA	P (MN)	K (MPa m(1/2))
F0V1	0,00008550	4,780	F5V1	0,00014459	6,863	F10V1	0,00012225	5,810
F0V2	0,00007519	4,399	F5V2	0,00010688	5,266	F10V2	0,00010956	5,275
F0V3	0,00009469	5,587	F5V3	0,00012444	6,264	F10V3	0,00008444	4,460
F0V4	0,00006884	3,831	F5V4	0,00011244	5,184	F10V4	0,00008447	4,036
F0V5	0,00010388	6,353	F5V5	0,00009225	4,596	F10V5	0,00008350	4,037
F0V6	0,00007203	4,391	F5V6	0,00008484	4,317	F10V6	0,00008397	4,091
F0V7	0,00008522	5,067	F5V7	0,00011088	5,546	F10V7	0,00010500	5,021
F0V8	0,00007419	4,169	F5V8	0,00010859	4,748	F10V8	0,00011400	5,499
F0V9	0,00006966	3,751	F5V9	0,00009791	4,747	F10V9	0,00011872	6,365
F0V10	0,00006672	3,964	F5V10	0,00008550	3,902	F10V10	0,00008659	5,112
F0V11	0,00007853	4,376	F5V11	0,00009475	4,510	F10V11	0,00012228	5,996
F0V12	0,00004888	3,062	F5V12	0,00007569	4,161	F10V12	0,00010803	5,873
F0V13	0,00011853	6,454	F5V13	0,00009069	4,201	F10V13	0,00007828	4,895
F0V14	0,00007559	4,188	F5V14	0,00009641	4,786	F10V14	0,00007797	4,148
F0V15	0,00010172	5,079	F5V15	0,00009022	4,896	F10V15	0,00006966	3,640
F0V16	0,00007888	4,408	F5V16	0,00010381	4,848	F10V16	0,00008231	4,524
F0V17	0,00009644	5,925	F5V17	0,00008750	4,329	F10V17	0,00009716	4,833
F0V18	0,00006056	3,679	F5V18	0,00009325	5,026	F10V18	0,00005984	2,870
F0V19	0,00009178	5,695	F5V19	0,00008906	4,364	F10V19	0,00008997	4,333
F0V20	0,00006122	3,347	F5V20	0,00009941	4,684	F10V20	0,00008419	4,230

Tabla 27. Propiedades del ensayo a tenacidad de fractura translaminar para las probetas con 15% y 20% de tratamiento con hidróxido de sodio

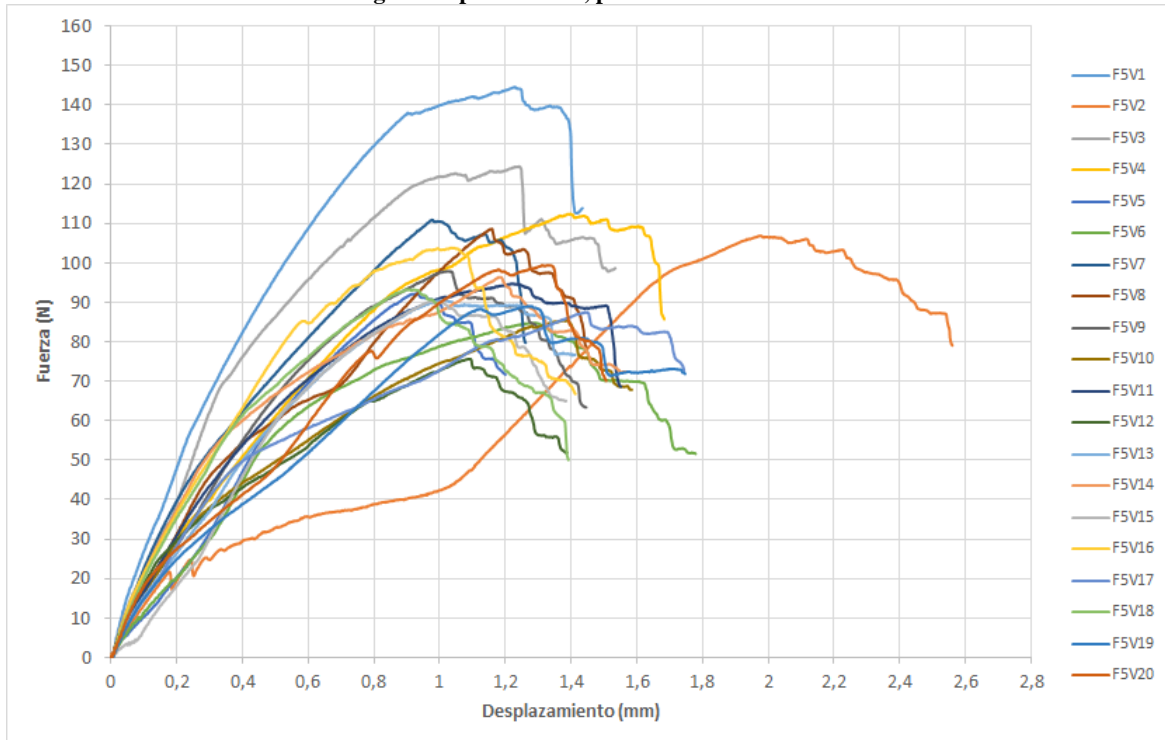
15%			20%		
PROBETA	P (MN)	K (MPa m(1/2))	PROBETA	P (MN)	K (MPa m(1/2))
F15V1	0,00020809	6,310	F20V1	0,00011859	5,459
F15V2	0,00023922	7,438	F20V2	0,00010125	5,006
F15V3	0,00020378	7,724	F20V3	0,00010669	5,201
F15V4	0,00022903	7,863	F20V4	0,00011700	5,177
F15V5	0,00017659	6,087	F20V5	0,15000000	5,742
F15V6	0,00017234	6,312	F20V6	0,00011647	5,075
F15V7	0,00016328	6,318	F20V7	0,00013288	6,126
F15V8	0,00017197	5,694	F20V8	0,00013259	5,839
F15V9	0,00017194	6,257	F20V9	0,00012741	5,537
F15V10	0,00015866	5,825	F20V10	0,00011697	5,011
F15V11	0,00016713	6,348	F20V11	0,00014084	5,981
F15V12	0,00018222	6,568	F20V12	0,00015931	6,826
F15V13	0,00015250	5,409	F20V13	0,00012484	5,594
F15V14	0,00017081	6,206	F20V14	0,00012222	5,026
F15V15	0,00014131	4,907	F20V15	0,00013169	6,262
F15V16	0,00016616	5,974	F20V16	0,00013656	6,155
F15V17	0,00011428	4,200	F20V17	0,00014525	6,164
F15V18	0,00016831	5,494	F20V18	0,00013178	5,978
F15V19	0,00017109	6,123	F20V19	0,00011803	4,817
F15V20	0,00015825	5,689	F20V20	0,00014828	6,401

De la Gráfica 7 a la Gráfica 11 se muestran gráficos de carga – desplazamiento del cabezal para los ensayos de tenacidad de fractura trans laminar de cada uno de los tratamientos.

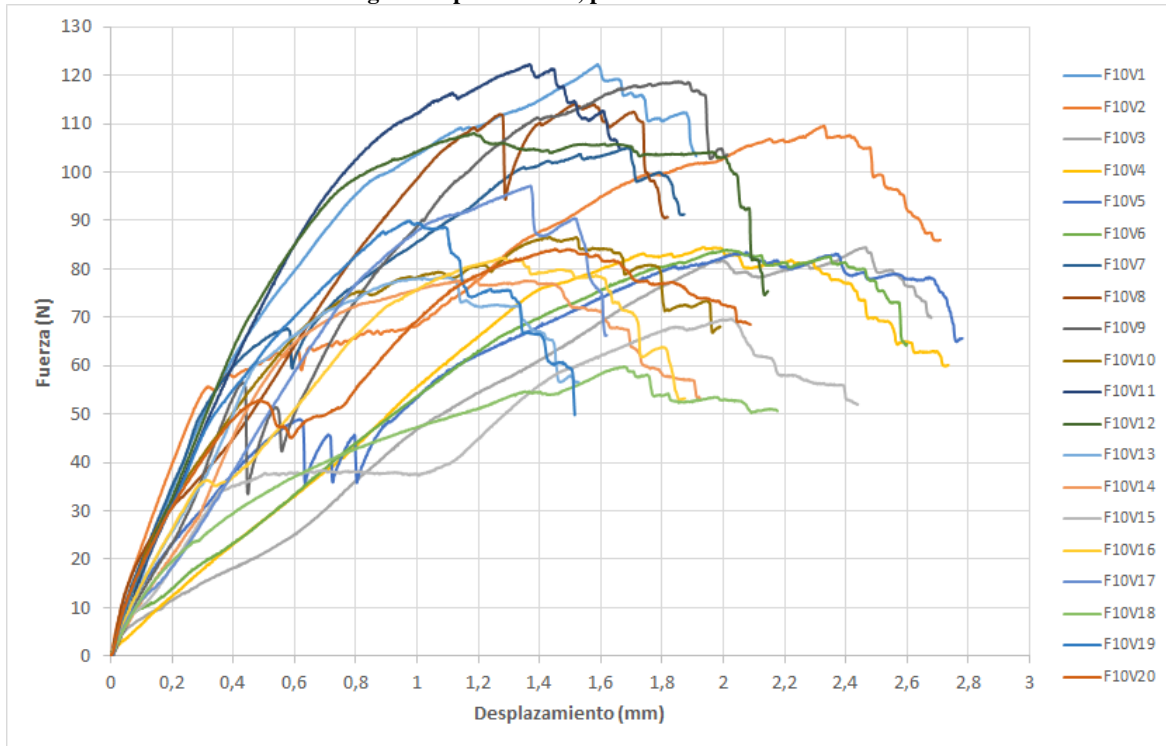
Gráfica 7. Gráfica Carga – Desplazamiento, probetas fabricadas con 0% de tratamiento



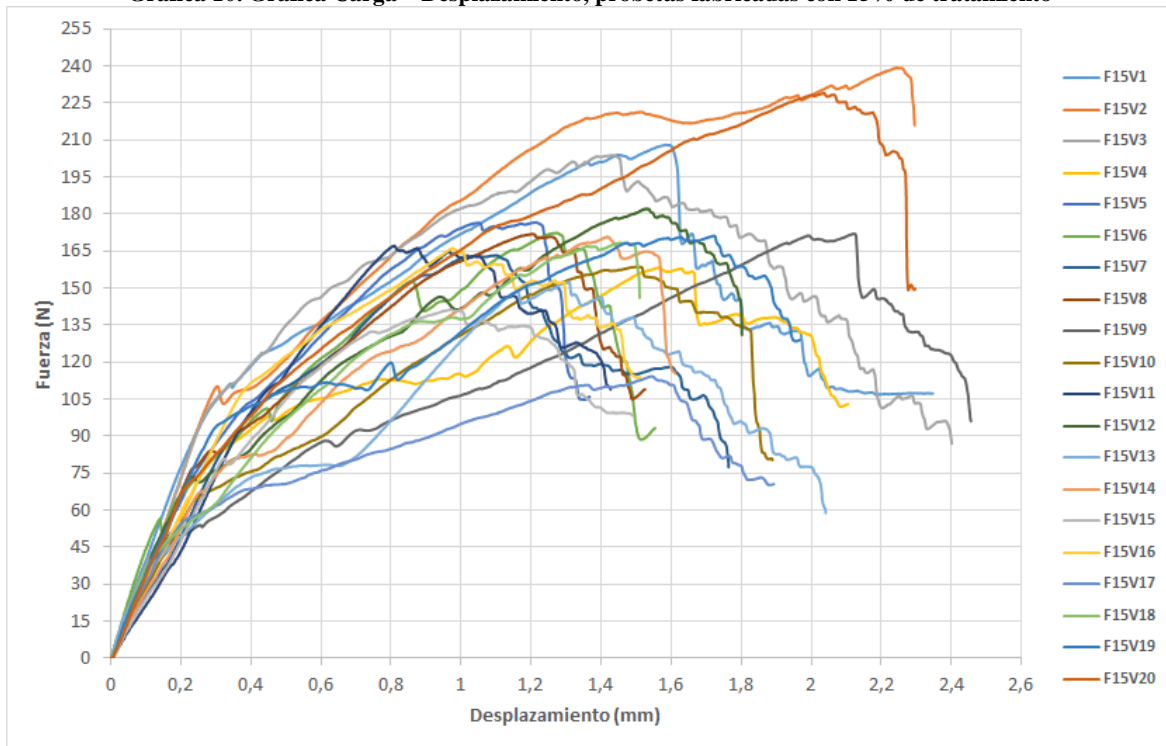
Gráfica 8. Gráfica Carga – Desplazamiento, probetas fabricadas con 5% de tratamiento



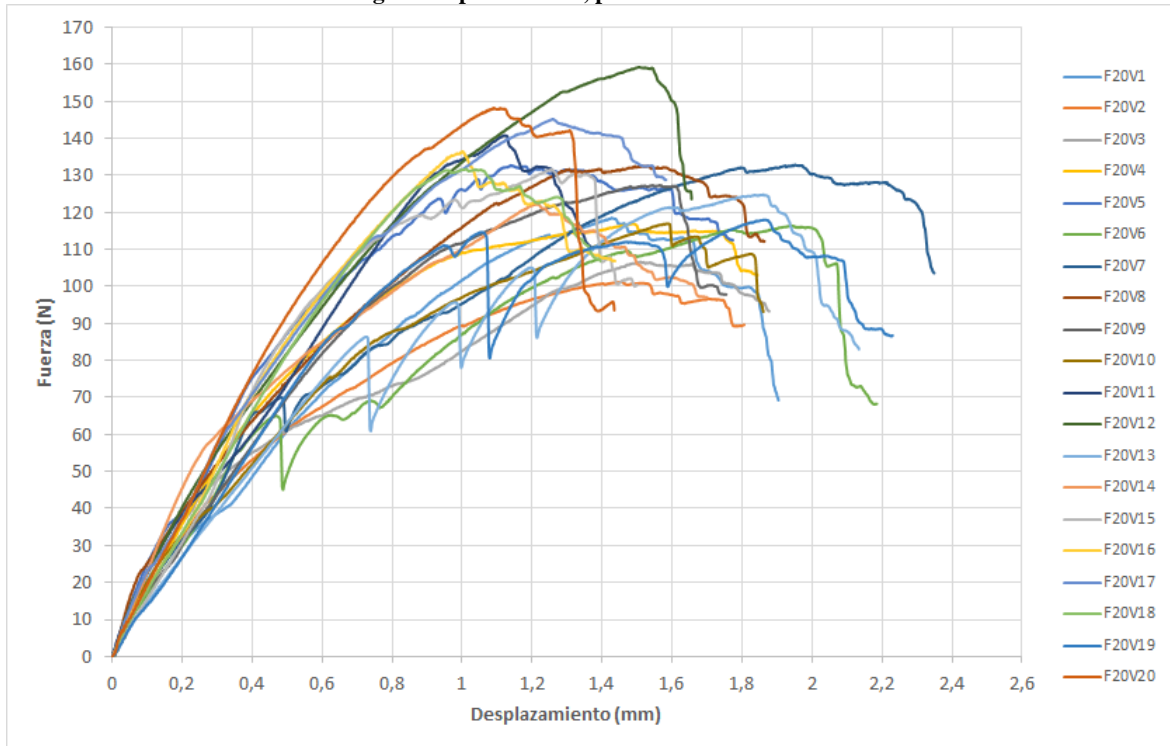
Gráfica 9. Gráfica Carga – Desplazamiento, probetas fabricadas con 10% de tratamiento



Gráfica 10. Gráfica Carga – Desplazamiento, probetas fabricadas con 15% de tratamiento



Gráfica 11. Gráfica Carga – Desplazamiento, probetas fabricadas con 20% de tratamiento



4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 Caracterización Química: Espectroscopia FTIR

La Gráfica 12 muestra la variación del porcentaje de transmisión para cada tratamiento químico con respecto a las longitudes de onda de celulosa ($3200\text{ m}^{-1} - 3600\text{ m}^{-1}$), celulosa y hemicelulosa (cerca a 2900 m^{-1}), hemicelulosa (cerca a 1730 m^{-1}) y lignina (cerca a 1400 m^{-1} y 1243 m^{-1}) como se mencionó en la sección 3.1., a mayor porcentaje de transmisión se indica una presencia más fuerte de los picos, por lo tanto una menor presencia de enlaces [100]. El aumento de celulosa proporciona un aumento en la resistencia última y el módulo de elasticidad, este aumento se puede observar por la disminución en el porcentaje de transmisión para la longitud de onda entre $3200\text{ m}^{-1} - 3600\text{ m}^{-1}$, de esta manera el material compuesto el cual presenta el mayor porcentaje de celulosa es el reforzado con la fibra tratada con 10% de concentración de hidróxido de sodio, por lo cual pronosticará los valores más altos de resistencia última y módulo de elasticidad. El aumento del porcentaje de transmisión para la longitud de onda asociada a la hemicelulosa cerca a 1730 m^{-1} , proporcionará una disminución del contenido de celulosa por lo tanto una reducción en la resistencia última y módulo de elasticidad, de esta manera se puede observar como para las fibras tratadas con 10% de hidróxido de sodio el porcentaje de hemicelulosa es menor, lo cual pronostica un material compuesto con mayor resistencia última y módulo de elasticidad. El aumento del porcentaje de transmisión para la longitud de onda asociada a la lignina cerca a 1400 m^{-1} y 1243 m^{-1} , proporciona un aumento en el porcentaje de deformación del material compuesto, así, el material compuesto tratado con un 20% de hidróxido de sodio obtendrá un porcentaje de deformación mayor pero una resistencia última y módulo de elasticidad menor [100] [101].

Con respecto a lo anterior, lo que se busca es que el tratamiento químico proporcione un aumento en la resistencia última, módulo de elasticidad y deformación. El tratamiento químico que mejor cumple

estas condiciones es aquel que presente los mayores aumentos de celulosa y lignina y la mayor disminución de hemicelulosa tomando como base la fibra sin tratamiento químico. De la Tabla 28 a la Tabla 31 se muestra de manera cualitativa y en orden descendente (de mayor a menor) tomando como referencia los porcentajes de transmisión, el efecto sobre cada una de las propiedades mecánicas en relación con cada una de las bandas características.

Gráfica 12. Comparación del porcentaje de transmisión de los picos característicos entre los tratamientos químicos aplicados a la fibra

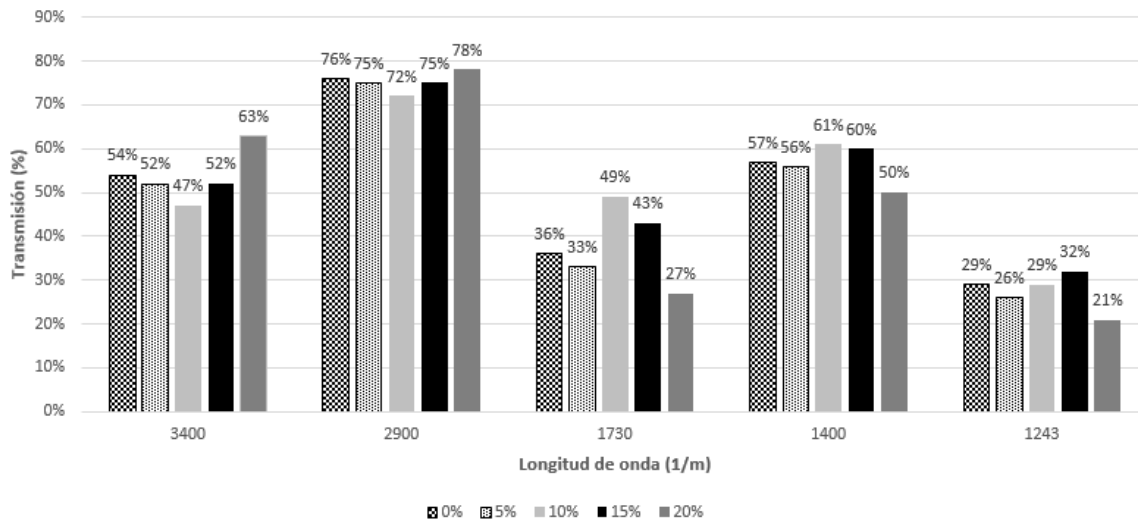


Tabla 28. Efecto del tratamiento químico sobre la resistencia última y el módulo de elasticidad – Celulosa (3200 - 3600 m⁻¹)

Resistencia última y módulo de elasticidad – Celulosa (3200 m⁻¹ – 3600 m⁻¹)		
Análisis cualitativo	Tratamiento químico	% Transmisión
↓	10%	47%
	5% - 15%	52%
	0%	54%
	20%	63%

Tabla 29. Efecto del tratamiento químico sobre la resistencia última y el módulo de elasticidad – Hemicelulosa (cercana a 1730 m⁻¹)

Resistencia última y módulo de elasticidad – Hemicelulosa (cercana a 1730 m⁻¹)		
Análisis cualitativo	Tratamiento químico	% Transmisión
↓	10%	49%
	15%	43%
	0%	36%
	5%	33%
	20%	27%

Tabla 30. Efecto del tratamiento químico sobre el porcentaje de deformación – Lignina (cercana a 1400 m⁻¹)

Porcentaje de deformación – Lignina (cercana a 1400 m ⁻¹)		
Análisis cualitativo	Tratamiento químico	% Transmisión
↓	20%	50%
	5%	56%
	0%	57%
	15%	60%
	10%	61%

Tabla 31. Efecto del tratamiento químico sobre el porcentaje de deformación – Lignina (cercano a 1243 m⁻¹)

Porcentaje de deformación – Lignina (cercano a 1243 m ⁻¹)		
Análisis cualitativo	Tratamiento químico	% Transmisión
↓	20%	21%
	5%	26%
	0% - 10%	29%
	15%	32%

4.2 Caracterización Mecánica

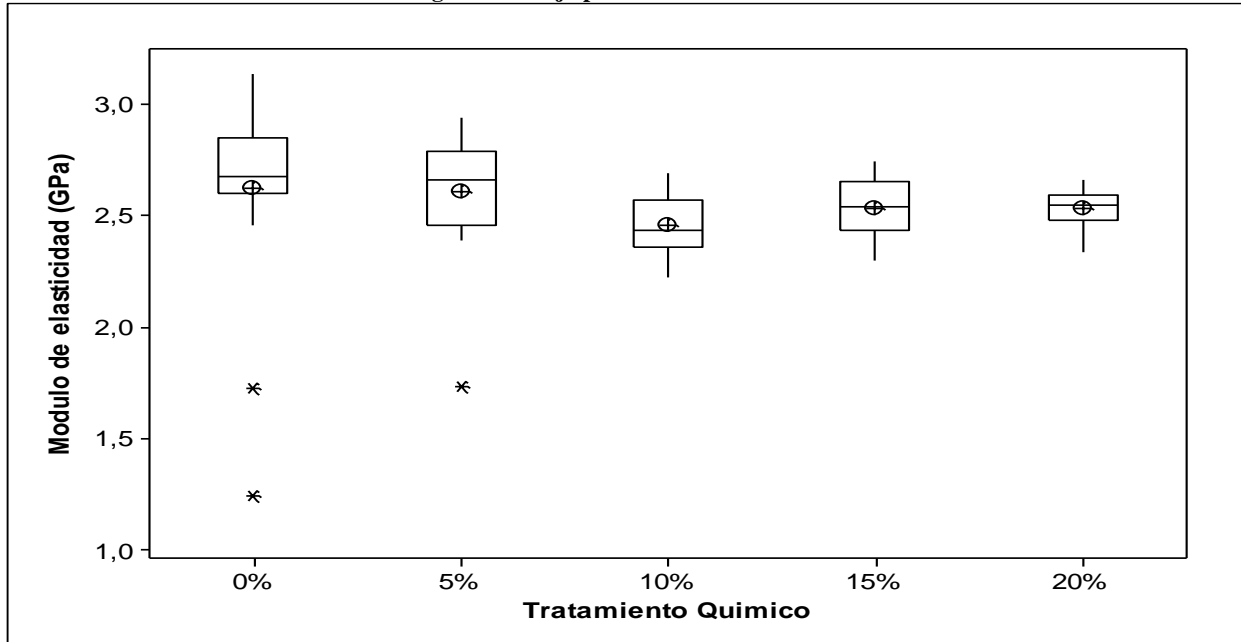
4.2.1 Ensayo de tensión

- Análisis de varianza (ANOVA) –Módulo de elasticidad

La Gráfica 13 representa el diagrama de caja realizado para la variable “Módulo de elasticidad” donde se observa su variación entre los diferentes grupos de tratamiento químico.

Se puede observar que los puntos que representan las medias de cada tratamiento químico aparecen dispersos a diferentes niveles; el intervalo de confianza para la media correspondiente al grupo definido por el tratamiento químico de 20% está contenido dentro del intervalo correspondiente a los grupos definidos por los tratamientos químicos de 15 y 20%, por lo tanto, el gráfico sugiere que no hay una única población, sino tres poblaciones con distintas medias. También se puede observar que existen datos atípicos para los tratamientos químicos de 0% y 5%, los cuales deben ser analizados si afectan la normalidad de la variable.

Gráfica 13. Diagrama de caja para la variable Módulo de elasticidad



La Tabla 32 contiene un análisis descriptivo de la variable módulo de elasticidad por cada uno de los grupos de tratamiento químico, así como, los límites superior e inferior para la media de cada tratamiento químico al 95% de confianza.

Tabla 32. Análisis descriptivo de la variable Módulo de elasticidad

Módulo de Elasticidad (GPa)					
Tratamiento	Muestras	Media	Desviación Estándar	Valor Mínimo	Valor Máximo
0%	18	2,752	0,184	2,458	3,135
5%	19	2,655	0,170	2,386	2,938
10%	20	2,460	0,130	2,221	2,688
15%	20	2,535	0,137	2,302	2,740
20%	20	2,532	0,090	2,337	2,664

La Tabla 33 presenta el estudio de normalidad de la variable módulo de elasticidad, uno de los requisitos para ser válido el ANOVA.

Tabla 33. Estudio de normalidad de la variable Módulo de elasticidad

Shapiro Wilk	P - valor
0,99048	0,7224

Debido a que el P – valor es mayor a α ($\alpha = 0,05$ dado por una confianza de 95%) no se rechaza la hipótesis nula, por lo tanto la variable módulo de elasticidad sigue una distribución normal y se cumple la primera condición para poder validar el ANOVA.

La Tabla 34 presenta el estudio de homocedasticidad de la variable módulo de elasticidad.

Tabla 34. Estudio de homocedasticidad para la variable Módulo de elasticidad

Bartlett K^2	Grados de libertad	P – valor
10,062	4	0,0394

Como el P – valor obtenido es menor al nivel de significancia α ($\alpha = 0,05$), por lo tanto se rechaza la hipótesis nula, lo cual indica que las varianzas del módulo de elasticidad según los tratamientos químicos no son iguales en todos los casos. Por lo tanto no se cumple la segunda condición para que sea válido el ANOVA.

➤ Sobrevida Weibull – Módulo de elasticidad

La Tabla 35 y la Tabla 36 muestran la regresión del modelo de sobrevida de Weibull y la distribución de Weibull para la variable Módulo de elasticidad.

Tabla 35. Regresión del modelo de sobrevida de Weibull para la variable Módulo de elasticidad

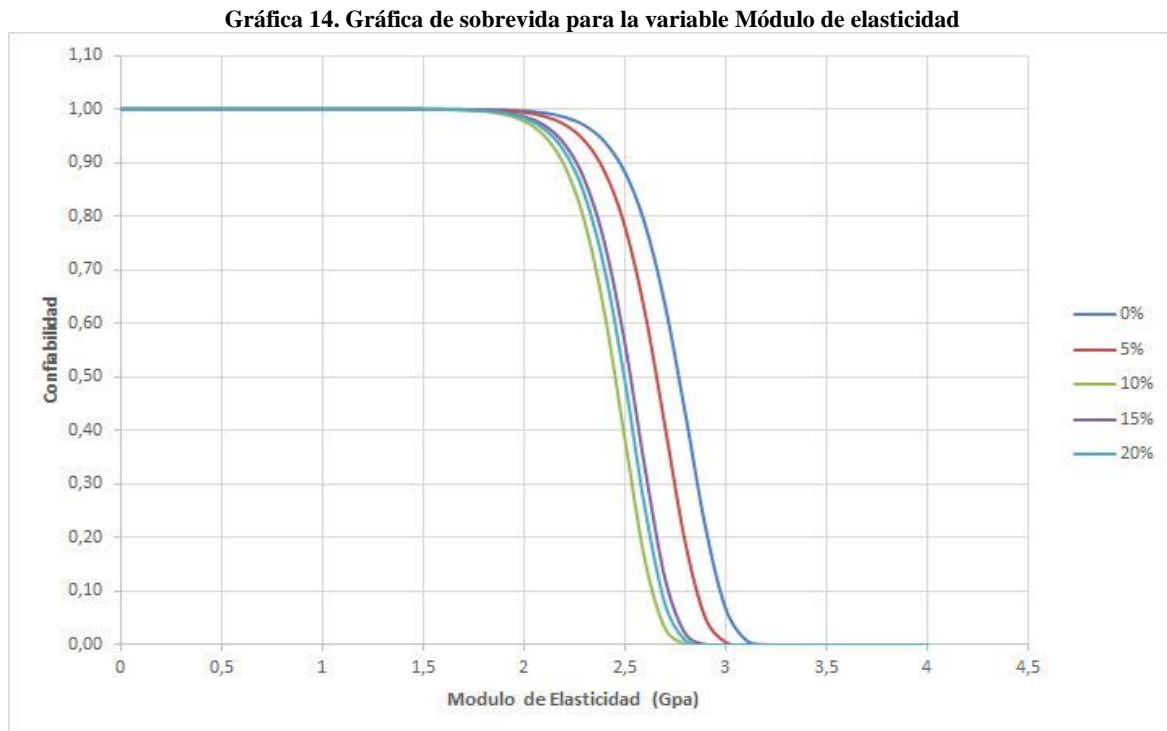
	Valor estándar	Error	z	p
Intercepción	1,0402	0,0137	76,01	0
5%	-0,0404	0,0188	-2,14	3,20e-02
10%	-0,1209	0,0189	-6,40	1,54e-10
15%	-0,0906	0,0189	-4,79	1,63e-06
20%	-0,1030	0,0190	-5,42	5,80e-08
Log (escala)	-2,8227	0,807	-34,99	2,97e-268
Escala	0,0594			

Tabla 36. Distribución de Weibull para la variable Módulo de elasticidad

Distribución de Weibull	
Loglik (modelo)	25,5
Loglik (solo intercepción)	5,5
Chi – cuadrado	40,11
Grados de libertad	4
P - valor	4,1e-08

Debido a que el P – valor ($4,1e-08$) es menor que el valor de significancia ($\alpha = 0,05$) se rechaza la hipótesis nula, lo cual indica que existe una diferencia significativa entre los tratamientos químicos para la variable módulo de elasticidad, por lo tanto se puede decir que el tratamiento químico tiene influencia en el módulo de elasticidad del material compuesto.

La Gráfica 14 representa la comparación de sobrevida entre los tratamientos químicos con respecto al módulo de elasticidad. Se puede observar que la gráfica coincide con la diferencia estadística mostrada por la distribución de Weibull, se encuentra una diferencia notable para el material compuesto sin tratamiento químico con respecto a los tratamientos químicos de 10%, 15% y 20%.



La Tabla 37 muestra el resultado de la comparación múltiple de Bonferroni.

Tabla 37. Comparación múltiple de Bonferroni para la variable Módulo de elasticidad

Grupo	Tratamiento	Valor medio (GPa)
a	0%	2,769
b	5%	2,659
c	15%	2,529
c	20%	2,498
c	10%	2,454

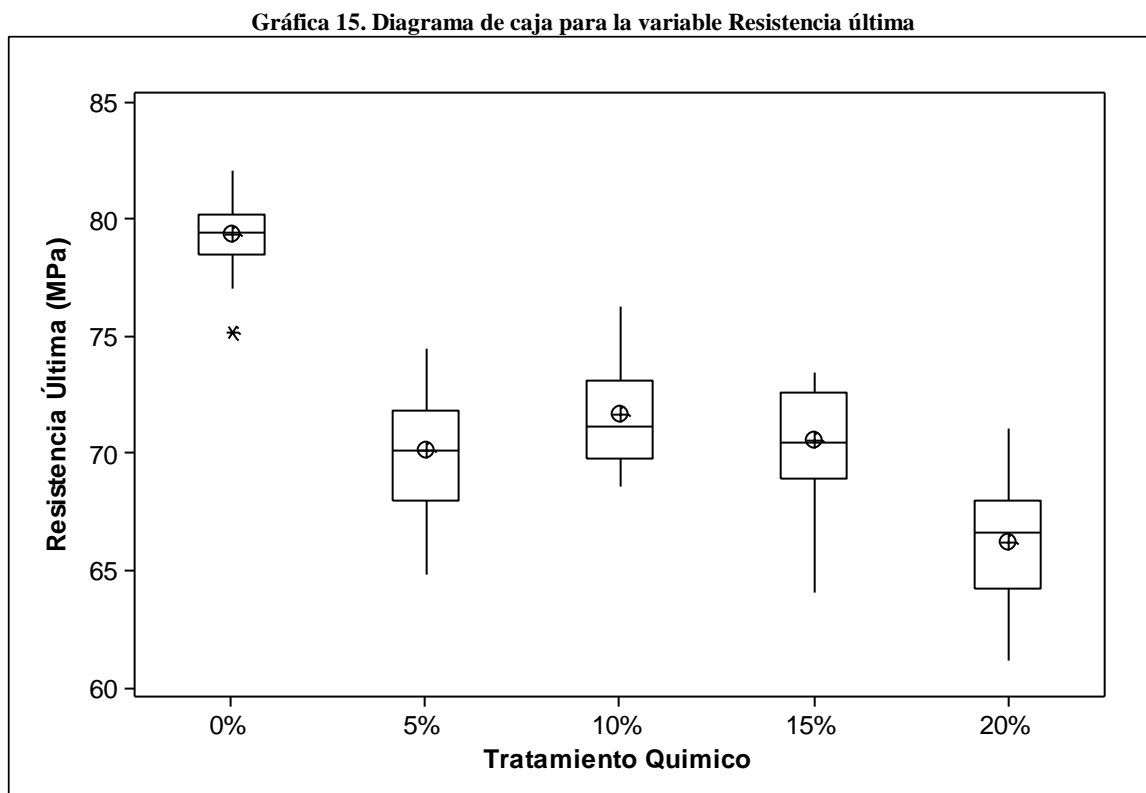
Existen tres grupos significativamente diferentes (a, b y c), el grupo *a* conformado por el material compuesto sin tratamiento químico, el grupo *b* conformado por el material compuesto con 5% de tratamiento químico y el grupo *c* conformado por el material compuesto con 15%, 20% y 10% de tratamiento químico. Adicionalmente se puede concluir que:

$$a > b > c$$

Esta conclusión demuestra que el material compuesto sin tratamiento químico tiene un módulo de elasticidad mayor a los materiales compuestos con los diferentes porcentajes de tratamiento químico.

➤ Análisis de varianza (ANOVA) – Resistencia última

La Gráfica 15 representa el diagrama de caja realizado para la variable “Resistencia última” donde se observa su variación entre los diferentes grupos de tratamiento químico.



Como puede observarse, los puntos que representan a las medias de cada uno de los tratamientos químicos aparecen dispersos a diferentes niveles; sobre todo la media del grupo definido por el tratamiento químico de 0%. Los intervalos de confianza para los tratamientos químicos de 5%, 10% y 15% coinciden entre sí, por lo tanto, el gráfico podría sugerir que existen tres poblaciones con distintas medias. Adicionalmente se puede observar que existe un dato atípico para el tratamiento químico de 0%, el cual se debe analizar con el fin de determinar si afecta la normalidad de la variable Resistencia última.

La Tabla 38 contiene un análisis descriptivo de la variable resistencia última por cada uno de los grupos de tratamiento químico, así como, los límites superior e inferior para la media de cada tratamiento químico al 95% de confianza.

Tabla 38. Análisis descriptivo de la variable Resistencia última

Resistencia ÚLTIMA (MPa)					
Tratamiento	Muestras	Media	Desviación Estándar	Valor Mínimo	Valor Máximo
0%	20	79,347	1,557	75,122	82,070
5%	20	70,089	2,526	64,768	74,468
10%	20	71,620	2,240	68,578	76,271
15%	20	70,508	2,309	64,049	73,448
20%	20	66,209	2,786	61,084	71,048

La Tabla 39 representa el estudio de normalidad de la variable resistencia última, uno de los requisitos para ser válido el ANOVA.

Tabla 39. Estudio de normalidad de la variable Resistencia última

Shapiro Wilk	P - valor
0,99048	0,7032

Debido a que el P – valor es mayor a α ($\alpha = 0,05$ dado por una confianza de 95%) no se rechaza la hipótesis nula, por lo tanto la variable resistencia última sigue una distribución normal y se cumple la primera condición para poder validar el ANOVA.

La Tabla 40 presenta el estudio de homocedasticidad de la variable resistencia última.

Tabla 40. Estudio de homocedasticidad para la variable Resistencia última

Bartlett K²	Grados de libertad	P – valor
6,3608	4	0,1738

Como el P – valor obtenido es mayor al nivel de significancia α ($\alpha = 0,05$), por lo tanto no se rechaza la hipótesis nula, lo cual indica que las varianzas de la resistencia última según los tratamientos químicos son iguales en todos los casos. Por lo tanto se cumple la segunda condición para que sea válido el ANOVA.

Una vez comprobados los requisitos se procede a realizar el análisis de varianza el cual se presenta en la Tabla 41.

Tabla 41. Tabla ANOVA para la variable Resistencia última

Causas de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Promedio de los cuadrados	Valor F	P - valor	Nivel de significancia
Tratamientos	4	1851,04	462,76	85,957	2,2e-16	***
Error	95	511,45	5,38			
Total	99					

En el cuadro de resultados de la tabla ANOVA el P – valor obtenido (2,2e-16) es menor que el valor de significancia α ($\alpha = 0,05$); por lo tanto se rechaza la hipótesis nula, lo que indica que no todas las medias son iguales y por lo tanto si existen diferencias significativas en los valores de resistencia última para cada uno de los tratamientos químicos, o en lo que es lo mismo, el tratamiento químico si tiene una influencia en la resistencia última del material compuesto.

La Tabla 42 muestra el resultado de la comparación múltiple de medias dado por la prueba HSD (diferencia honestamente significativa) de Tukey.

Tabla 42. Comparación múltiple de medias para la variable Resistencia última (Tukey)

Grupo	Tratamiento	Media (GPa)
a	0%	79,347
b	10%	71,620
b	15%	70,508
b	5%	70,089
c	20%	66,209

Se puede observar que se tienen tres grupos significativamente diferentes (a, b y c), el grupo *a* conformado por el tratamiento químico de 0%, el grupo *b* conformado por los tratamientos químicos de 5%, 10% y 15% y el grupo *c* conformado por el tratamiento químico de 20%. Adicionalmente se puede concluir que:

$$a > b > c$$

A lo que es lo mismo decir que las fibras sin tratamiento químico tienen una resistencia última mayor a las fibras tratadas con los distintos porcentajes de hidróxido de sodio.

➤ Sobrevida Weibull – Resistencia última

La Tabla 43 y la Tabla 44 muestran la regresión del modelo de sobrevida de Weibull y la distribución de Weibull para la variable Resistencia última.

Tabla 43. Regresión del modelo de sobrevida de Weibull para la variable Resistencia última

	Valor estándar	Error	z	p
Intercepción	4,379	0,006	686,000	0,00E+00
5%	-0,111	0,009	-12,300	7,17E-35
10%	-0,091	0,009	-10,000	1,00E-23
15%	-0,111	0,009	-12,300	1,17E-34
20%	-0,163	0,009	-18,000	2,34E-72
Log (escala)	-3,558	0,077	-46,300	0,00E+00
Escala	0,0285			

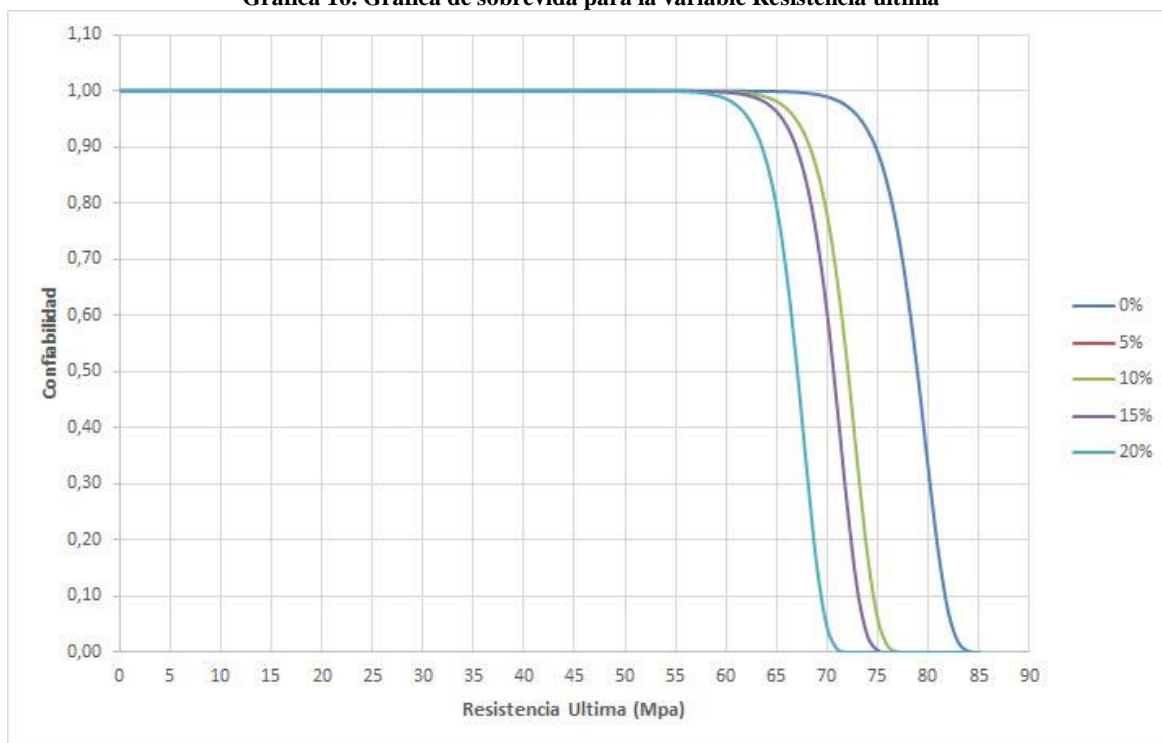
Tabla 44. Distribución de Weibull para la variable Resistencia última

Distribución de Weibull	
Loglik (modelo)	226,2
Loglik (solo intercepción)	-307,5
Chi – cuadrado	162,66
Grados de libertad	4
P - valor	0

Debido a que el P – valor (0) es menor que el valor de significancia ($\alpha = 0,05$) se rechaza la hipótesis nula, lo cual indica que existe una diferencia significativa entre los tratamientos químicos para la variable Resistencia última, coincidiendo con el resultado obtenido en la tabla ANOVA, por lo tanto se puede decir que el tratamiento químico tiene influencia en resistencia última del material compuesto.

La Gráfica 16 representa la comparación de sobrevida entre los tratamientos químicos con respecto a la resistencia última. Se puede observar que la gráfica coincide con la diferencia estadística mostrada por la distribución de Weibull, se encuentra una diferencia notable para el material compuesto sin tratamiento químico con respecto a los materiales compuestos tratados con los distintos porcentajes de tratamiento químico.

Gráfica 16. Gráfica de sobrevida para la variable Resistencia última



La Tabla 45 muestra el resultado de la comparación múltiple de Bonferroni.

Tabla 45. Comparación múltiple de Bonferroni para la variable Resistencia última

Grupo	Tratamiento	Valor medio (MPa)
a	0%	78,932
b	10%	72,062
c	15%	70,635
c	5%	70,636
d	20%	67,056

Existen cuatro grupos significativamente diferentes (a, b, c y d), el grupo *a* conformado por el material compuesto sin tratamiento químico, el grupo *b* conformado por el material compuesto con 10% de tratamiento químico, el grupo *c* conformado por el material compuesto con 15% y 5% de tratamiento

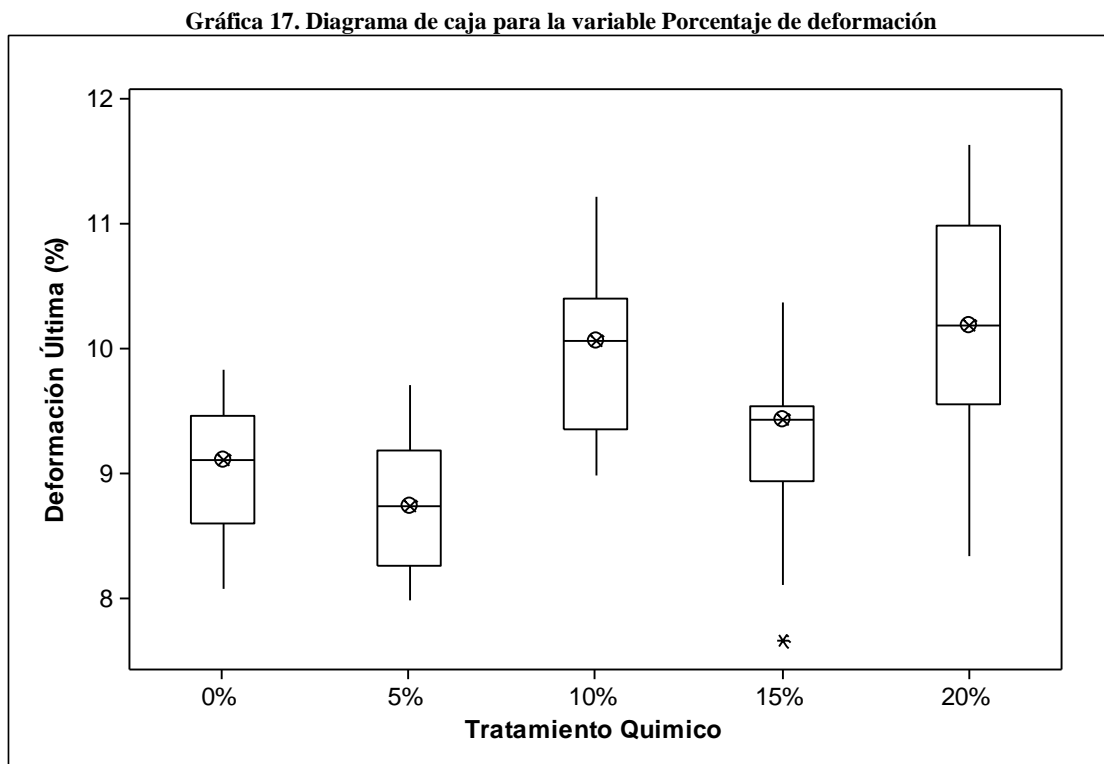
químico y el grupo d conformado por el material compuesto con 20% de tratamiento químico. Adicionalmente se puede concluir que:

$$a > b > c > d$$

Esta conclusión demuestra que el material compuesto sin tratamiento químico tiene una resistencia última mayor a los materiales compuestos con los diferentes porcentajes de tratamiento químico.

➤ Análisis de varianza (ANOVA) – Porcentaje de deformación

La Gráfica 17 representa el diagrama de caja realizado para la variable “Porcentaje de deformación” donde se observa su variación entre los diferentes grupos de tratamiento químico.



Como puede observarse, los puntos que representan a las medias de cada uno de los tratamientos químicos aparecen dispersos a diferentes niveles; sobre todo las medias correspondientes a los grupos de tratamiento químico de 10% y 20%. Los intervalos de confianza para los tratamientos químicos de 0%, 5% y 15% coinciden entre sí, por lo tanto, el gráfico podría sugerir que existen dos poblaciones

con distintas medias. Adicionalmente se puede observar que existe un dato atípico para el tratamiento químico de 15%, el cual debe ser analizado se afecta la normalidad de la variable.

La Tabla 46 contiene un análisis descriptivo de la variable porcentaje de deformación por cada uno de los grupos de tratamiento químico, así como, los límites superior e inferior para la media de cada tratamiento químico al 95% de confianza.

Tabla 46. Análisis descriptivo de la variable Porcentaje de deformación

Deformación Última (%)					
Tratamiento	Muestras	Media	Desviación Estándar	Valor Mínimo	Valor Máximo
0%	20	9,037	0,518	8,077	9,825
5%	20	8,766	0,522	7,985	9,707
10%	20	9,975	0,648	8,985	11,218
15%	20	9,241	0,632	7,665	10,374
20%	20	10,187	0,899	8,336	11,636

La Tabla 47 representa el estudio de normalidad de la variable porcentaje de deformación, uno de los requisitos para ser válido el ANOVA.

Tabla 47. Estudio de normalidad de la variable Porcentaje de deformación

Shapiro Wilk	P - valor
0,98651	0,4053

Debido a que el P – valor es mayor a α ($\alpha = 0,05$ dado por una confianza de 95%) no se rechaza la hipótesis nula, por lo tanto la variable resistencia ÚLTIMA sigue una distribución normal y se cumple la primera condición para poder validar el ANOVA.

La Tabla 48 presenta el estudio de homocedasticidad de la variable porcentaje de deformación.

Tabla 48. Estudio de homocedasticidad para la variable Porcentaje de deformación

Bartlett K²	Grados de libertad	P – valor
8,1218	4	0,08722

Como el P – valor obtenido es mayor al nivel de significancia α ($\alpha = 0,05$), por lo tanto no se rechaza la hipótesis nula, lo cual indica que las varianzas del porcentaje de deformación según los tratamientos químicos son iguales en todos los casos. Por lo tanto se cumple la segunda condición para que sea válido el ANOVA.

Una vez comprobados los requisitos se procede a realizar el análisis de varianza el cual se presenta en la Tabla 49.

Tabla 49. Tabla ANOVA para la variable Porcentaje de deformación

Causas de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Promedio de los cuadrados	Valor F	Probabilidad	Nivel de significancia
Tratamientos	4	30,014	7,5035	17,305	1,075e-10	***
Error	95	41,191	0,4336			
Total	99					

En el cuadro de resultados de la tabla ANOVA el P – valor obtenido (1,075e-10) es menor que el valor de significancia α ($\alpha = 0,05$); por lo tanto se rechaza la hipótesis nula, lo que indica que no todas las medias son iguales y por lo tanto si existen diferencias significativas en los valores del porcentaje de deformación para cada uno de los tratamientos químicos, o en lo que es lo mismo, el tratamiento químico si tiene una influencia en el porcentaje de deformación del material compuesto.

La Tabla 50 muestra el resultado de la comparación múltiple de medias dado por la prueba HSD (diferencia honestamente significativa) de Tukey.

Tabla 50. Comparación múltiple de medias para la variable Porcentaje de deformación (Tukey)

Grupo	Tratamiento	Media (%)
a	20	10,187
a	10	9,975
b	15	9,241
b	0	9,037
b	5	8,766

Se puede observar que se tienen dos grupos significativamente diferentes (a y b), el grupo *a* conformado por los tratamientos químicos de 10% y 20% y el grupo *b* conformado por los tratamientos químicos de 0%, 5% y 15%. Adicionalmente se puede concluir que:

$$a > b$$

A lo que es lo mismo decir que se obtiene un mayor porcentaje de deformación con los tratamientos químicos de 10% y 20% en comparación a los tratamientos químicos de 0%, 5% y 15%.

➤ Sobrevida Weibull – Porcentaje de deformación

La Tabla 51 y la Tabla 52 muestran la regresión del modelo de sobrevida de Weibull y la distribución de Weibull para la variable porcentaje de deformación.

Debido a que el P – valor ($1,1e-15$) es menor que el valor de significancia ($\alpha = 0,05$) se rechaza la hipótesis nula, lo cual indica que existe una diferencia significativa entre los tratamientos químicos para la variable Porcentaje de deformación, coincidiendo con el resultado obtenido en la tabla ANOVA, por lo tanto se puede decir que el tratamiento químico tiene influencia en el porcentaje de deformación del material compuesto.

Tabla 51. Regresión del modelo de sobrevida de Weibull para la variable Porcentaje de deformación

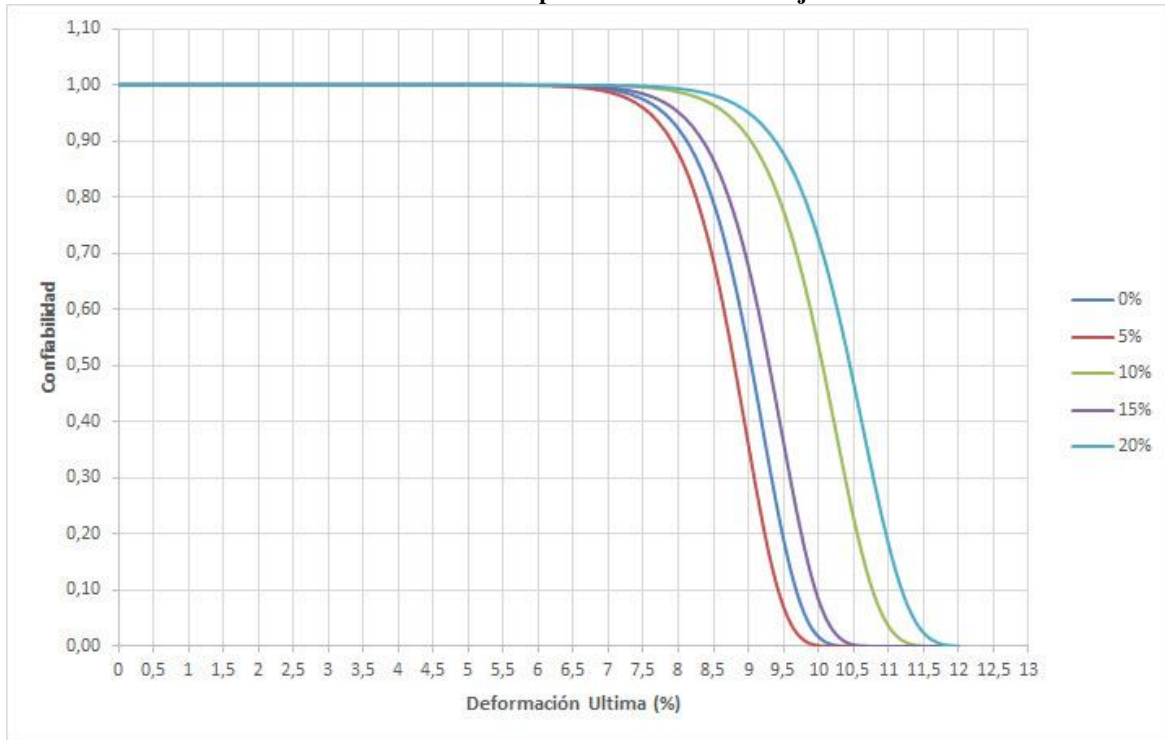
	Valor estándar	Error	z	p
Intercepción	2,2227	0,0128	173,3100	0,00E+00
5%	-0,0269	0,0180	-1,4900	1,35E-01
10%	0,1069	0,0180	5,9200	3,17E-09
15%	0,0281	0,0180	1,5600	1,19E-01
20%	0,1450	0,0181	8,0200	1,04E-15
Log (escala)	-2,8644	0,0778	-36,8300	6,25E-297
Escala	0,057			

Tabla 52. Distribución de Weibull para la variable Porcentaje de deformación

Distribución de Weibull	
Loglik (modelo)	-94,2
Loglik (solo intercepción)	-132,3
Chi – cuadrado	76,17
Grados de libertad	4
P - valor	1,1e-15

La Gráfica 18 representa la comparación de sobrevida entre los tratamientos químicos con respecto al porcentaje de deformación. Se puede observar que la gráfica coincide con la diferencia estadística mostrada por la distribución de Weibull, se encuentra una diferencia notable en los materiales compuestos con 20% y 10% de tratamiento químico con respecto a los materiales compuestos con 0%, 5% y 15% de tratamiento químico.

Gráfica 18. Gráfica de sobrevida para la variable Porcentaje de deformación



La Tabla 53 muestra el resultado de la comparación múltiple de Bonferroni.

Tabla 53. Comparación múltiple de Bonferroni para la variable Porcentaje de deformación

Grupo	Tratamiento	Valor medio (%)
a	20%	10,452
b	10%	10,061
c	15%	9,299
cd	0%	9,041
d	5%	8,801

Existen cuatro grupos significativamente diferentes (a, b, c y d), el grupo *a* conformado por el material compuesto con 20% de tratamiento químico, el grupo *b* conformado por el material compuesto con 10% de tratamiento químico, el grupo *c* conformado por el material compuesto con 15% y 0% de tratamiento químico y el grupo *d* conformado por el material compuesto con 0% y 20% de tratamiento químico. Adicionalmente se puede concluir que:

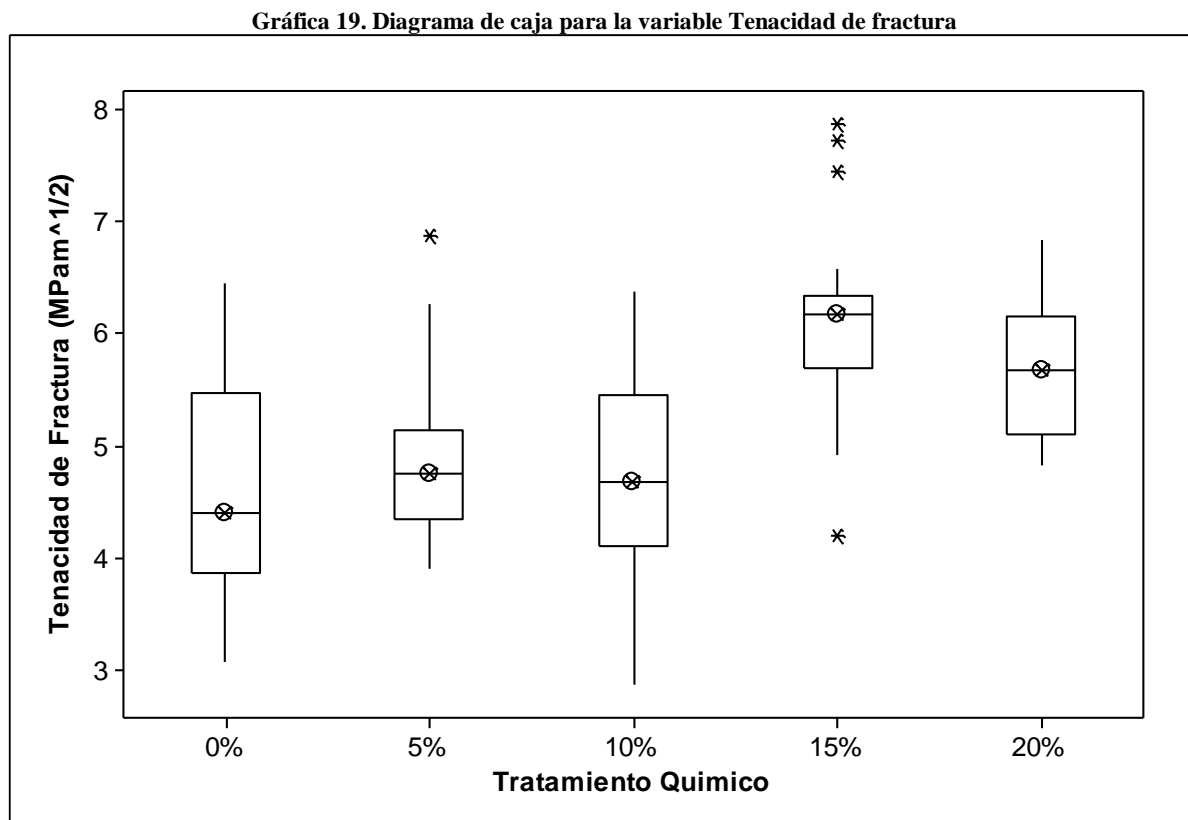
$$a > b > c > d$$

Esta conclusión demuestra que el material compuesto con 20% de tratamiento químico tiene un porcentaje de deformación mayor a los materiales compuestos sin tratamiento y con 5%, 10% y 15% de tratamiento químico.

4.2.2 Ensayo de tenacidad de fractura translaminar

- Análisis de varianza (ANOVA) – Tenacidad de fractura

La Gráfica 19 representa el diagrama de caja realizado para la variable “Tenacidad de fractura” donde se observa su variación entre los diferentes grupos de tratamiento químico.



Como puede observarse, los puntos que representan a las medias de cada uno de los tratamientos químicos aparecen dispersos a diferentes niveles; sobre todo la media del grupo definido por el tratamiento químico de 15%. Los intervalos de confianza para los tratamientos químicos de 0%, 5% y 10% coinciden entre sí, y los intervalos de confianza para los tratamientos químicos de 15% y 20% también, por lo tanto, el gráfico podría sugerir que existen dos poblaciones con distintas medias. Adicionalmente se puede observar que existen datos atípicos para los tratamientos químicos de 5% y 15%, los cuales deben ser analizados si afectan la normalidad de la variable.

La Tabla 54 representa el estudio de normalidad de la variable tenacidad de fractura, uno de los requisitos para ser válido el ANOVA.

Tabla 54. Estudio de normalidad de la variable Tenacidad de fractura

Shapiro Wilk	P - valor
0.932	0.016

Debido a que el P – valor es menor a α ($\alpha = 0,05$ dado por una confianza de 95%) se rechaza la hipótesis nula, por lo tanto la variable tenacidad de fractura no sigue una distribución normal y no se cumple la primera condición para poder validar el ANOVA.

Debido a que los datos no siguen una distribución normal se realiza una transformación de potencia a la 0,5 o de raíz cuadrada la cual permite recuperar los valores de las medias y de los intervalos de confianza, la función aplicada para la transformación de cada uno de los datos se presenta en la (Eq. 14) [85].

$$x_{ij}^* = \sqrt{x_{ij}} \quad (\text{Eq. 14})$$

Donde:

x_{ij} = Representa cada uno de los datos de la variable tenacidad de fractura

x_{ij}^* = Representa la transformación de la variable

La Tabla 55 contiene un análisis descriptivo de la variable tenacidad de fractura una vez aplicada la transformación por cada uno de los grupos de tratamiento químico, así como, los límites superior e inferior para la media de cada tratamiento químico al 95% de confianza.

Para comprobar la normalidad de la transformación se realiza de nuevo el estudio de normalidad el cual se presenta en la Tabla 56.

Tabla 55. Análisis descriptivo de la variable Tenacidad de fractura (transformada)

Tenacidad de fractura ($\text{MPa}\sqrt{m}$)					
Tratamiento	Muestras	Media	Desviación Estándar	Valor Mínimo	Valor Máximo

0%	20	2,140	0,224	1,750	2,540
5%	20	2,200	0,156	1,976	2,620
10%	20	2,171	0,205	1,694	2,523
15%	20	2,471	0,176	2,049	2,804
20%	20	2,378	0,118	2,195	2,613

Tabla 56. Estudio de normalidad de la variable Tenacidad de fractura (transformada)

Shapiro Wilk	P - valor
0.98064	0.1491

Debido a que el P – valor es mayor a α ($\alpha = 0,05$ dado por una confianza de 95%) no se rechaza la hipótesis nula, por lo tanto la variable tenacidad de fractura sigue una distribución normal y se cumple la primera condición para poder validar el ANOVA.

La Tabla 57 presenta el estudio de homocedasticidad de la variable tenacidad de fractura (transformada).

Tabla 57. Estudio de homocedasticidad para la variable tenacidad de fractura (transformada)

Bartlett K^2	Grados de libertad	P – valor
8,5516	4	0,07334

Como el P – valor obtenido es mayor al nivel de significancia α ($\alpha = 0,05$), por lo tanto no se rechaza la hipótesis nula, lo cual indica que las varianzas de la tenacidad de fractura (transformada) según los tratamientos químicos son iguales en todos los casos. Por lo tanto se cumple la segunda condición para que sea válido el ANOVA. Una vez comprobados los requisitos se procede a realizar el análisis de varianza el cual se presenta en la Tabla 58.

Tabla 58. Tabla ANOVA para la variable tenacidad de fractura (transformada)

Causas de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Promedio de los cuadrados	Valor F	P - valor	Nivel de significancia
Tratamientos	4	1,6809	0,42021	13,033	1,687e-08	***
Error	95	3,0631	0,03224			
Total	99					

En el cuadro de resultados de la tabla ANOVA el P – valor obtenido ($1,687e-16$) es menor que el valor de significancia α ($\alpha = 0,05$); por lo tanto se rechaza la hipótesis nula, lo que indica que no todas las medias son iguales y por lo tanto si existen diferencias significativas en los valores de tenacidad de fractura (transformada); para cada uno de los tratamientos químicos, o en lo que es lo mismo, el

tratamiento químico si tiene una influencia en la tenacidad de fractura (transformada) del material compuesto.

La Tabla 59 muestra el resultado de la comparación múltiple de medias dado por la prueba HSD (diferencia honestamente significativa) de Tukey.

Tabla 59. Comparación múltiple (Tukey) de medias para la variable Tenacidad de fractura (transformada)

Grupo	Tratamiento	Media ($\sqrt{\text{MPa}\sqrt{m}}$)	Media ($\text{MPa}\sqrt{m}$)
a	15	2,471	6,108
a	20	2,378	5,656
b	5	2,200	4,839
b	10	2,171	4,712
b	0	2,140	4,578

Se puede observar que se tienen dos grupos significativamente diferentes (a y b), el grupo *a* conformado por los tratamientos químicos de 15% y 20%, el grupo *b* conformado por los tratamientos químicos de 5%, 10% y 0%. Adicionalmente se puede concluir que:

$$a > b$$

A lo que es lo mismo decir que las fibras tratadas con 15% y 20% de hidróxido de sodio induce un efecto en la tenacidad de fractura del material compuesto siendo esta mayor a los valores obtenidos con los tratamientos químicos de 0%, 5% y 10%.

➤ Sobrevida Weibull – Tenacidad de fractura

La Tabla 60 y la Tabla 61 muestran la regresión del modelo de sobrevivencia de Weibull y la distribución de Weibull para la variable tenacidad de fractura.

Tabla 60. Regresión del modelo de sobrevivencia de Weibull para la variable Tenacidad de fractura

	Valor estándar	Error	z	p
Intercepción	1,6375	0,0341	48,0000	0,00E+00
5%	0,0119	0,0471	0,2530	8,00E-01

10%	0,0000	0,0471	0,0007	9,99E-01
15%	0,2278	0,0472	4,8300	1,39E-06
20%	0,1235	0,0474	2,6100	9,17E-03
Log (escala)	-1,9048	0,0744	-25,6000	2,19E-144
Escala	0,149			

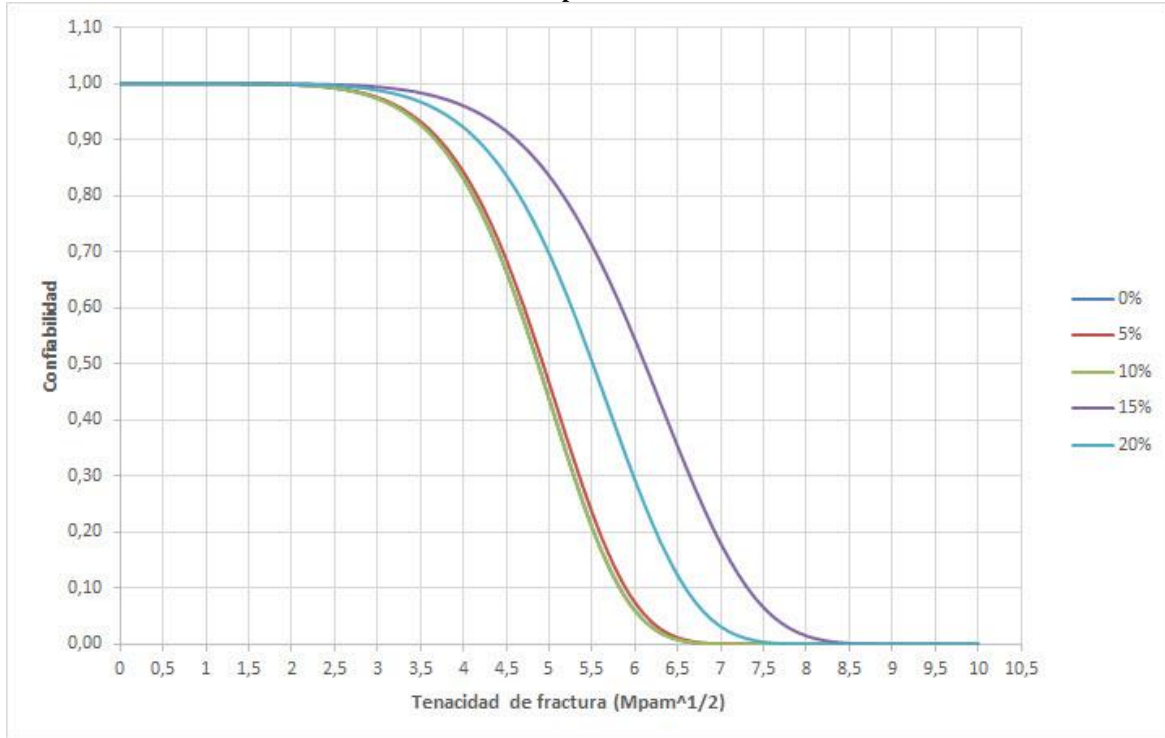
Tabla 61. Distribución de Weibull para la variable Tenacidad de fractura

Distribución de Weibull	
Loglik (modelo)	-125,3
Loglik (solo intercepción)	-143
Chi – cuadrado	35,37
Grados de libertad	4
P - valor	3,9e-07

Debido a que el P – valor (3,9e-07) es menor que el valor de significancia ($\alpha = 0,05$) se rechaza la hipótesis nula, lo cual indica que existe una diferencia significativa entre los tratamientos químicos para la variable Tenacidad de fractura, coincidiendo con el resultado obtenido en la tabla ANOVA, por lo tanto se puede decir que el tratamiento químico tiene influencia en la tenacidad de fractura del material compuesto.

La Gráfica 20 representa la comparación de sobrevivencia entre los tratamientos químicos con respecto a la tenacidad de fractura. Se puede observar que la gráfica coincide con la diferencia estadística mostrada por la distribución de Weibull, se encuentra una diferencia notable en el material compuesto con 15% de tratamiento químico con respecto a los materiales compuestos con 0%, 5% 10% y 20% de tratamiento químico.

Gráfica 20. Gráfica de sobrevida para la variable Tenacidad de fractura



La Tabla 62 muestra el resultado de la comparación múltiple de Bonferroni.

Tabla 62. Comparación múltiple de Bonferroni para la variable Tenacidad de fractura

Grupo	Tratamiento	Valor medio (MPa \sqrt{m})
a	15%	6,114
b	20%	5,510
c	5%	4,927
c	10%	4,869
c	0%	4,869

Existen tres grupos significativamente diferentes (a, b y c), el grupo *a* conformado por el material compuesto con 15% de tratamiento químico, el grupo *b* conformado por el material compuesto con 20% de tratamiento químico, el grupo *c* conformado por los materiales compuestos con 5%, 10% y 0% de tratamiento químico. Adicionalmente se puede concluir que:

$$a > b > c$$

Esta conclusión demuestra que el material compuesto con 15% de tratamiento químico tiene una tenacidad de fractura significativamente mayor a los materiales compuestos sin tratamiento y con 5%, 10% y 20% de tratamiento químico.

4.3 Caracterización de fallas

4.3.1 Probetas ensayadas a tensión

Probetas sin tratamiento químico (0%)

La Figura 25 muestra una buena interrelación entre matriz y material de refuerzo y una buena adherencia e impregnación, adicionalmente muestra una superficie llena de fibras, lo cual indica que el mecanismo de fractura es el llamado “fiber bridging” el cual consiste en un estiramiento de las fibras y un agrietamiento de la matriz. La Figura 26 muestra la buena adherencia entre la matriz y el material de refuerzo adicionalmente, muestra que la superficie es rica en fibras, lo que dificulta la visión de la superficie, pero de igual manera se ve el bajo desgarramiento sufrido y la estabilidad superficial del material. La Figura 27 muestra el área de fractura donde se ve que fue una falla frágil, con poco desgarramiento, lo que indica una buena adherencia entre el material de refuerzo y la matriz.

Probetas tratadas con 5% de hidróxido de sodio

En la Figura 28 se puede observar una delaminación translaminar, probablemente causada por defectos en el material como poros o burbujas. La Figura 29 muestra un defecto de fabricación subsuperficial, inducido probablemente por humedad dentro del molde. La Figura 30 evidencia un desgarramiento en la superficie de fractura, también se aprecia delaminación translaminar causada por defectos de fabricación y grietas sobre la superficie de fractura.

Probetas tratadas con 10% de hidróxido de sodio

En la Figura 31 y la Figura 32 se puede apreciar una delaminación translaminar y el mecanismo de fractura predominante (fiber bridging), causado por defectos de fabricación como poros o burbujas. La Figura 33 muestra una característica común de estas probetas, es una irregularidad superficial causada por la malla de distribución, dejando unas marcas en la superficie del material.

Probetas tratadas con 15% de hidróxido de sodio

Para estas probetas se presentó una delaminación translaminar y dos mecanismos de fractura muy recurrentes “fiber bridging” y “fiber pull out”, mostradas en la Figura 34, Figura 35 y Figura 36 lo cual refleja una mala interfaz entre las fibras y la matriz.

Probetas tratadas con 20% de hidróxido de sodio

En la Figura 37, Figura 38 y Figura 39 se puede observar defectos de fabricación, causados por humedad dentro del molde, como delaminación, poros y defectos subsuperficiales. La Figura 40 evidencia un desgarramiento transversal con poca presencia de matriz en la superficie de fractura, una superficie con muchas fibras, y evidencia de mala adherencia entre la matriz y el material de refuerzo.

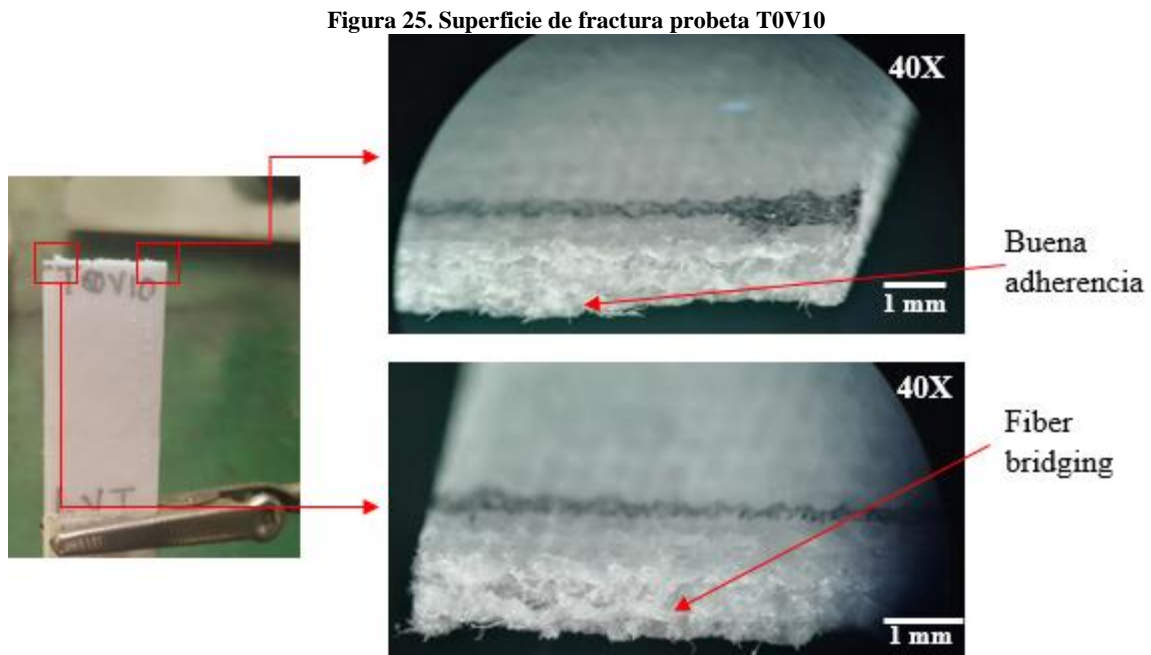


Figura 26. Superficie de fractura probeta T0V15

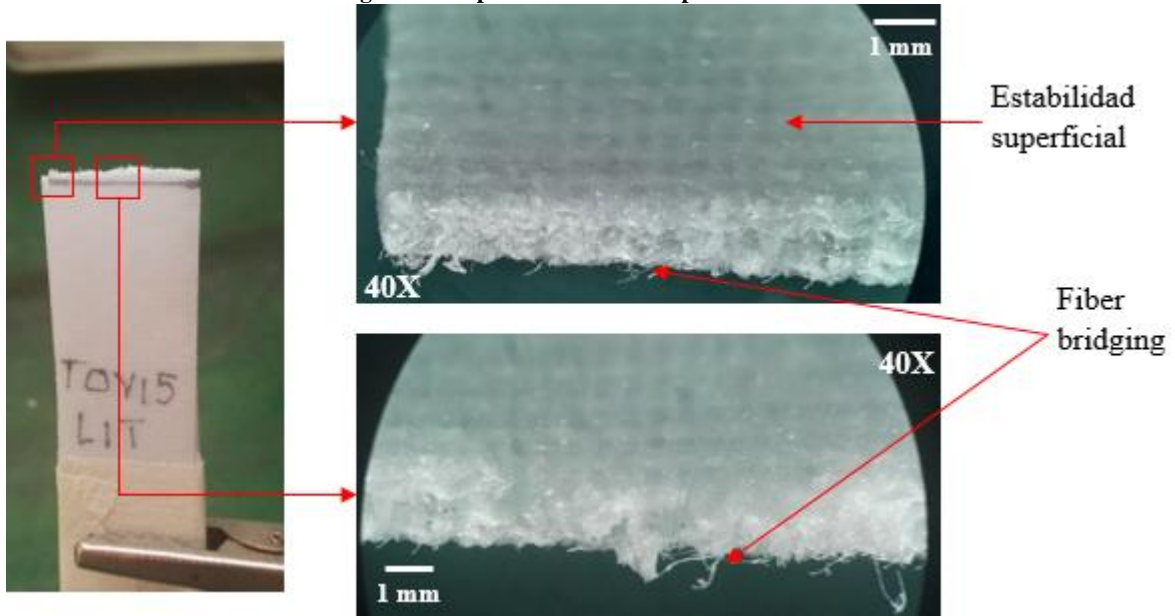


Figura 27. Superficie de fractura probeta T0V19

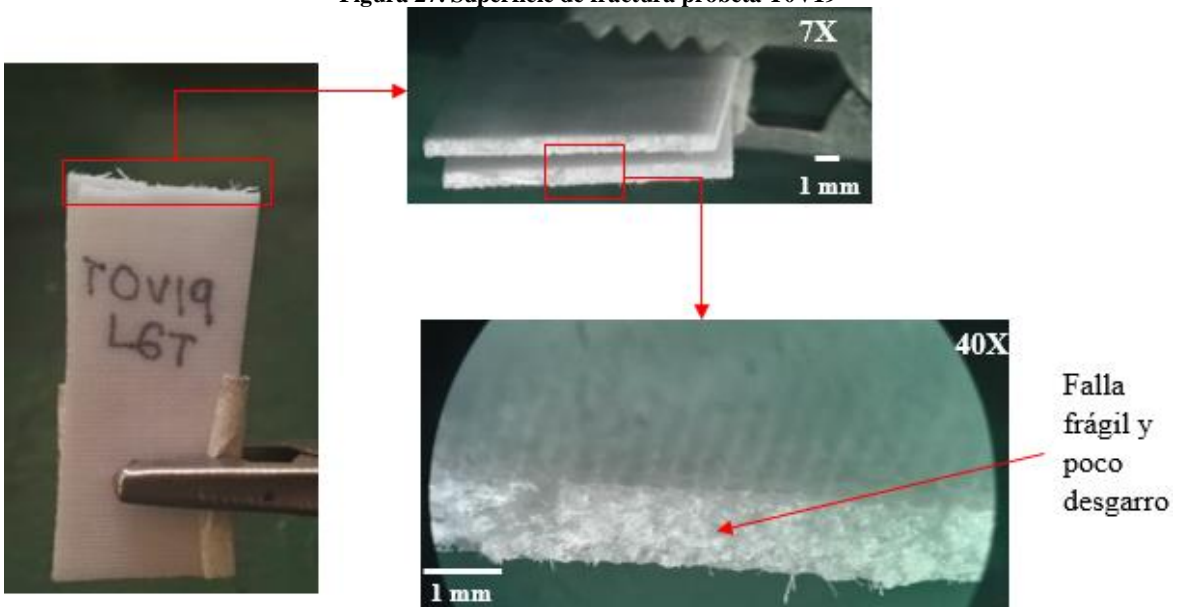


Figura 28. Superficie de fractura probeta T5V1

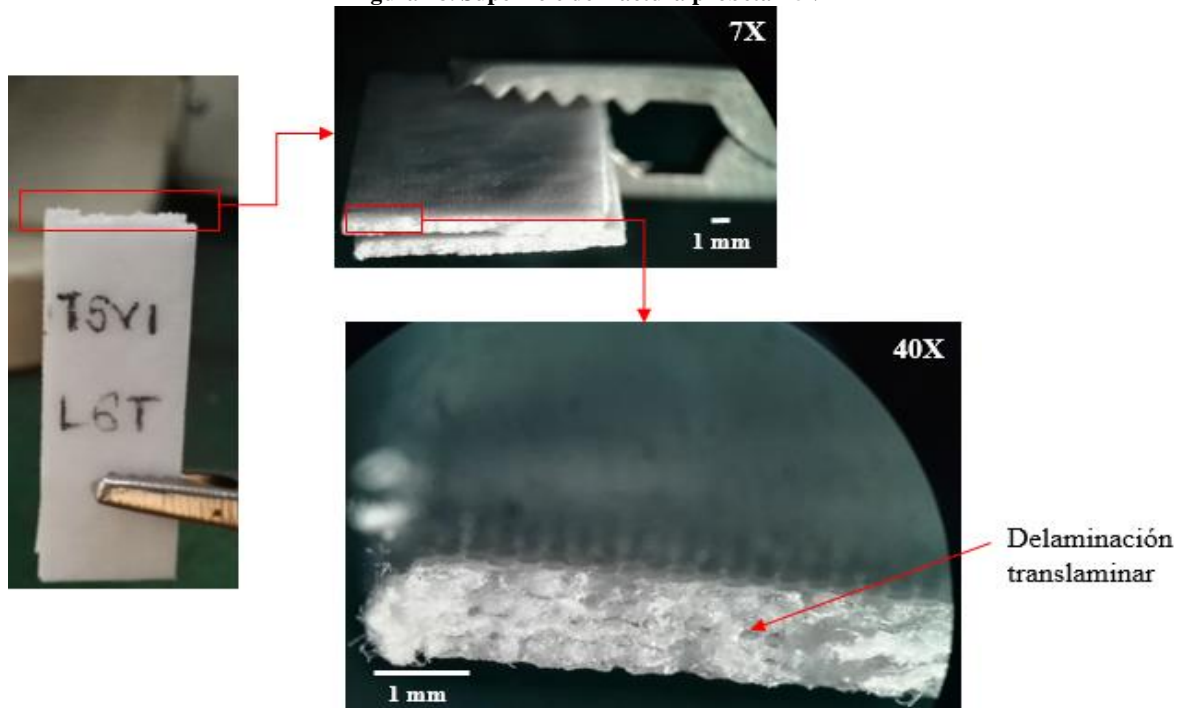
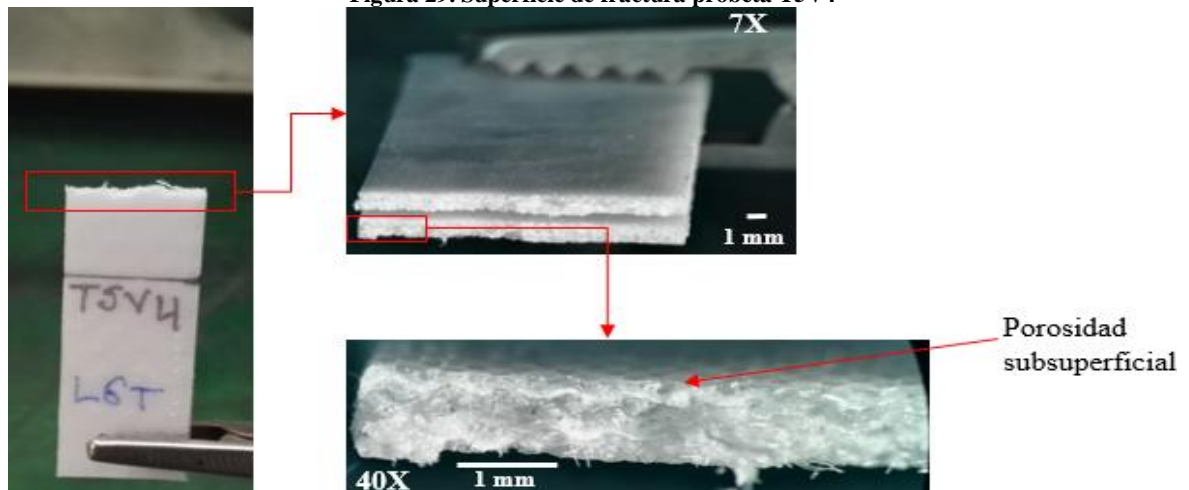


Figura 29. Superficie de fractura probeta T5V4



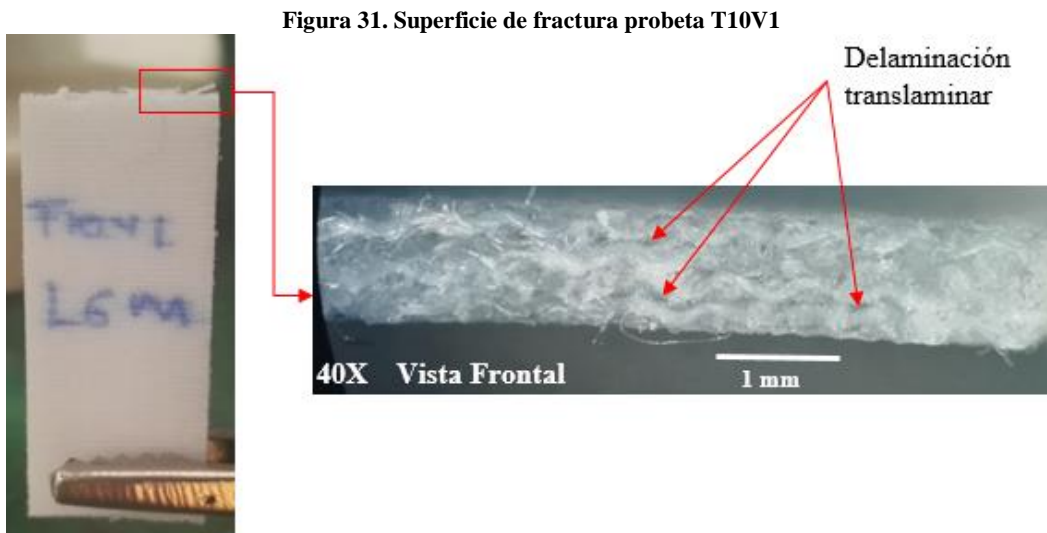
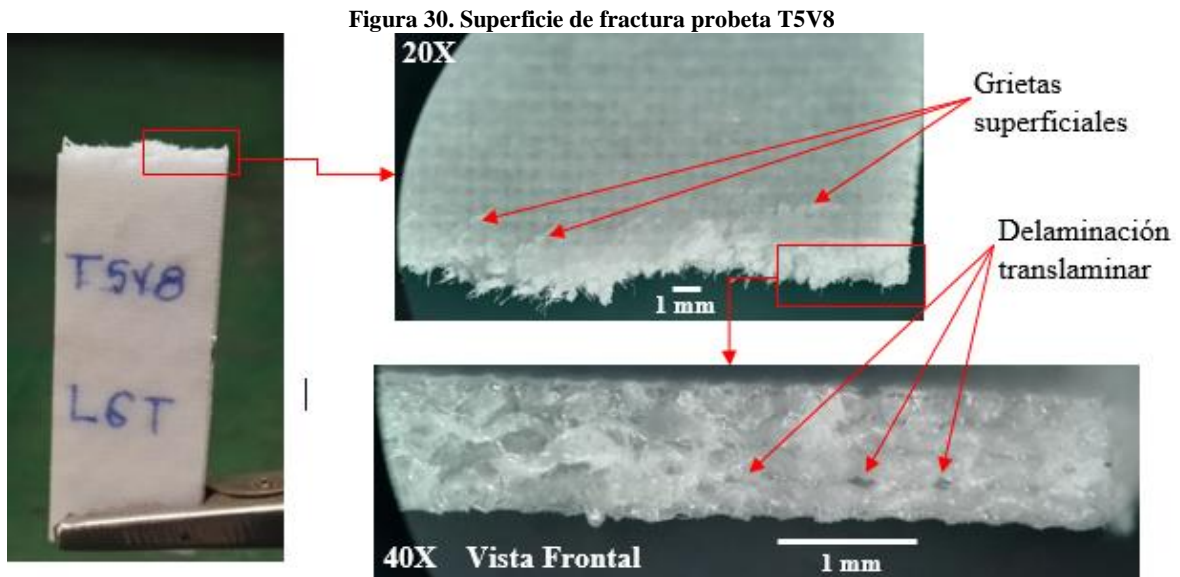


Figura 32. Superficie de fractura probeta T10V13

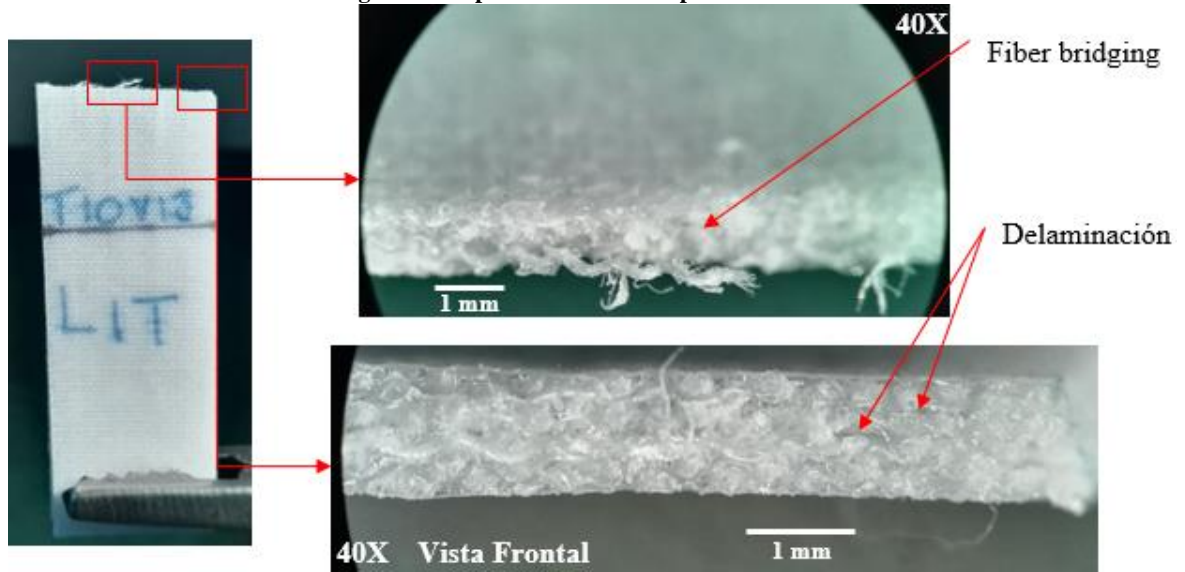


Figura 33. Superficie de fractura probeta T10V12

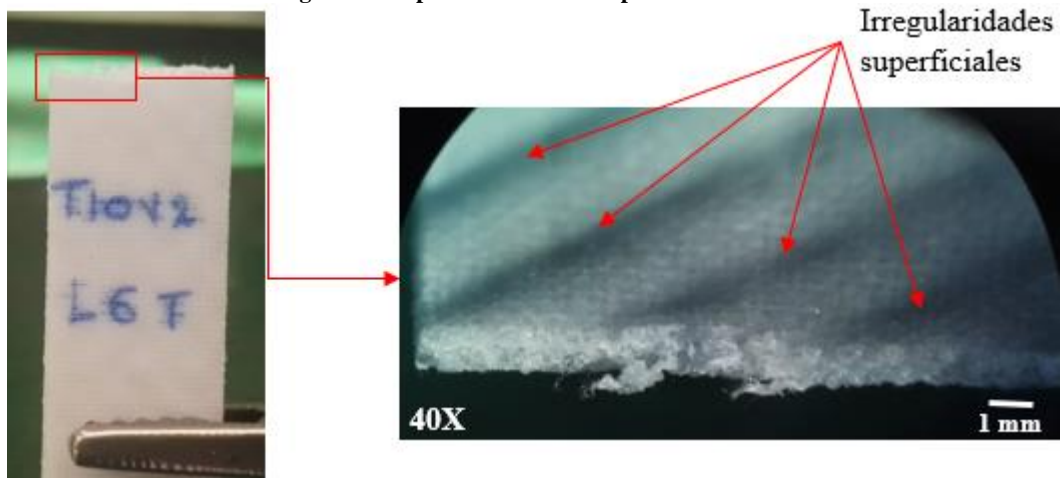


Figura 34. Superficie de fractura probeta T15V3

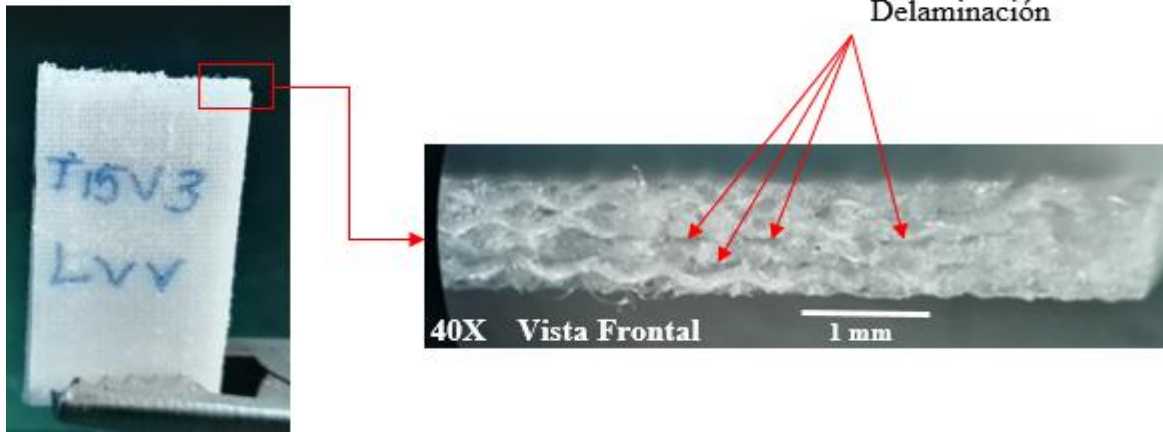


Figura 35. Superficie de fractura probeta T15V9

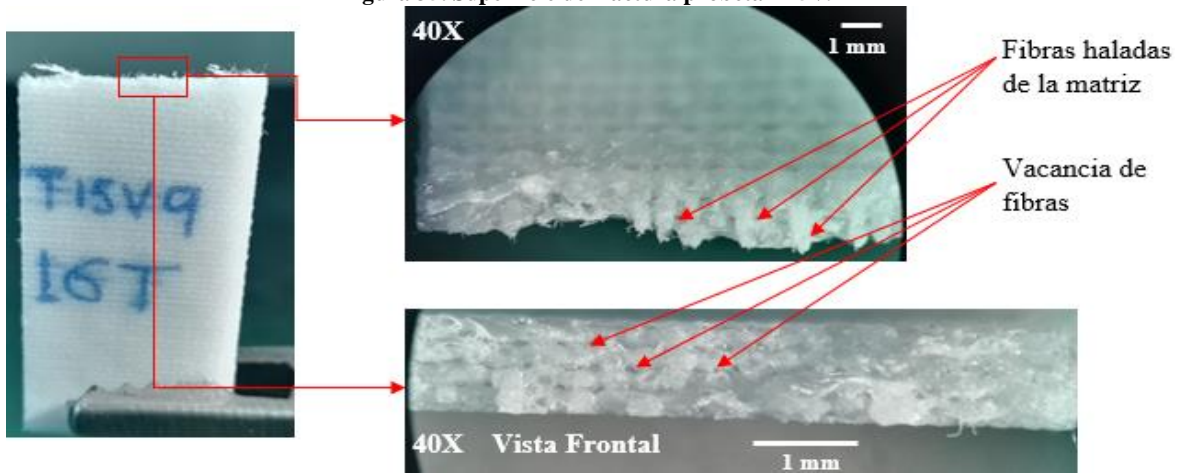
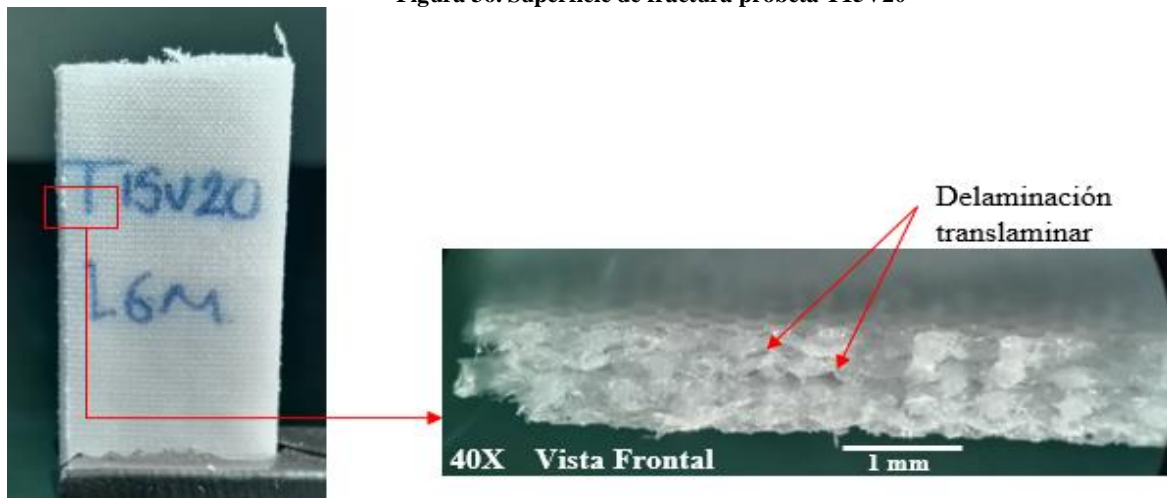


Figura 36. Superficie de fractura probeta T15V20



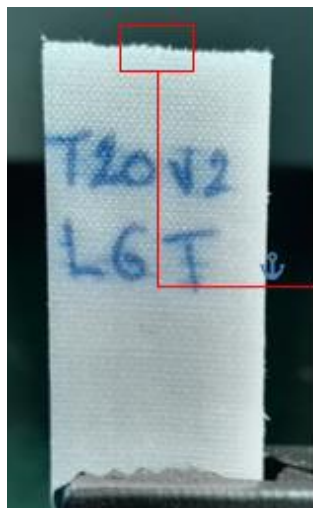


Figura 37. Superficie de fractura probeta T20V2

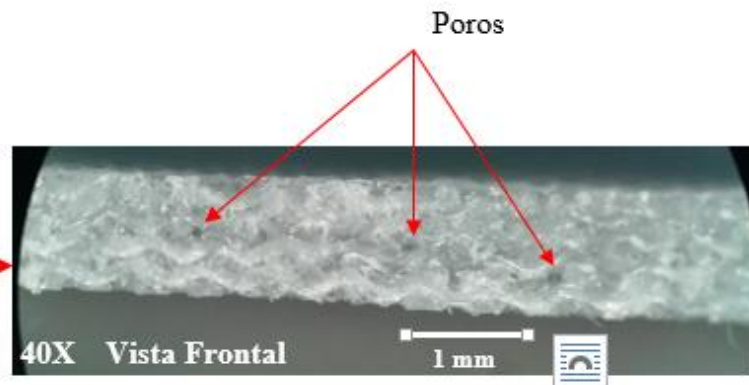


Figura 38. Superficie de fractura probeta T20V13

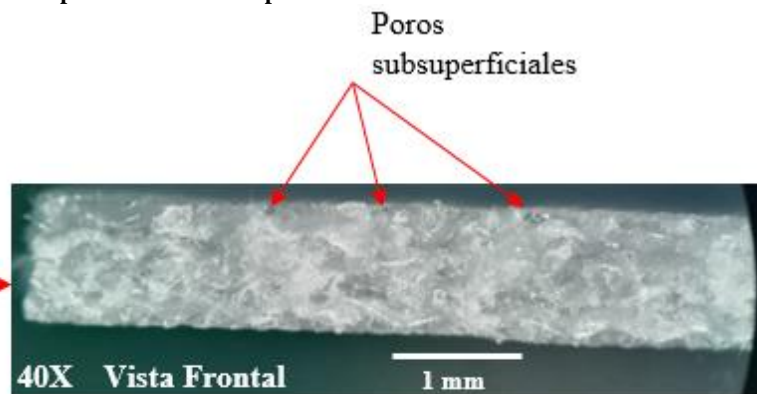
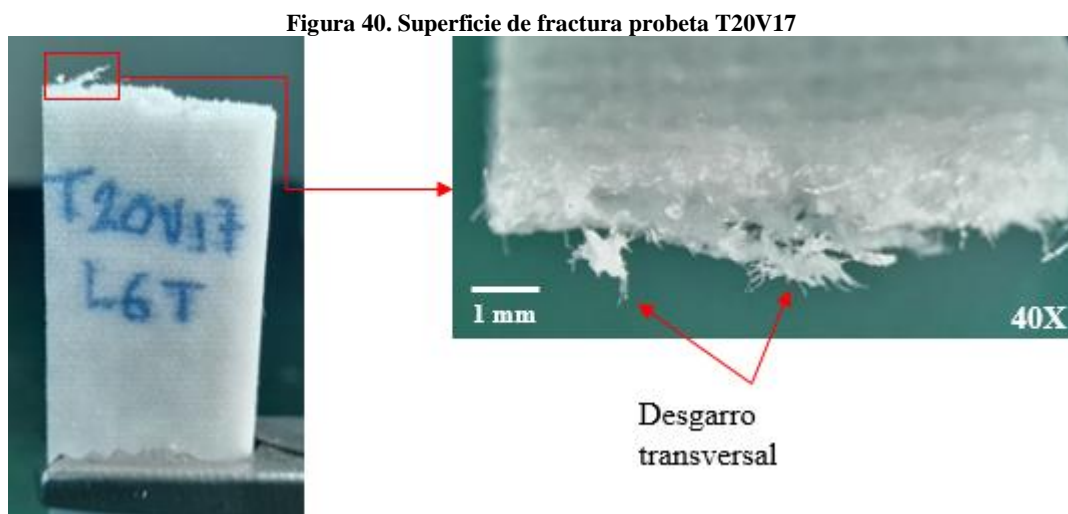


Figura 39. Superficie de fractura probeta T20V3





4.3.2 Análisis mediante SEM

La Figura 41 muestra la superficie de fractura de las probetas a tensión, se puede apreciar un comportamiento similar en todas las superficies de fractura, donde el mecanismo predominante es el estiramiento y la rotura de la fibra, este comportamiento da un indicio de buena interfaz entre la fibra y la matriz, y una buena humectación en gran porcentaje de la fibra. También se puede observar una clara deslaminación translaminar ocasionado por el avance de grieta y posibles defectos de fabricación en probetas con tratamiento químico.

Probetas sin tratamiento químico

En la Figura 42 se observa rastros de una fractura frágil “marcas de chevron” lo cual indica la acción de múltiples frentes de grieta, estas marcas se presentan a lo largo de la probeta, adicionalmente, se observan algunos defectos de fabricación (poros), en la magnificación a 800x se observa una buena humectación entre manojos de fibras, por esta razón no se observa una deslaminación entre fibra y matriz, con lo que se puede concluir que existe una buena interfaz fibra/matriz.

Probetas tratadas con 5% de hidróxido de sodio

La Figura 43 muestra una mala humectación entre los manojos de fibras, donde se hace evidente la falta de matriz y una delaminación translaminar, también se observan poros y marcas de chevron las cuales indican diferentes frentes de grieta.

Probetas tratadas con 10% de hidróxido de sodio

En la Figura 44 se observa marcas chevron con múltiples frentes de grieta, como en las anteriores superficie de fractura, también se puede observar poros, posiblemente causados por humedad en el molde, y una evidente mala impregnación de las fibras, con la ausencia de matriz, en la magnificación a 800x se observa una delaminación translaminar y fibras sueltas sin residuos evidentes de matriz, lo cual indica una mala adherencia fibra/matriz.

Probetas tratadas con 15% de hidróxido de sodio

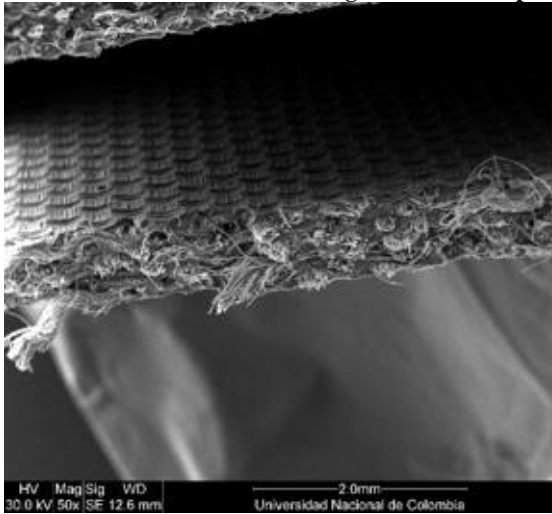
En la Figura 45 se observa como principal defecto la falta de humectación entre los manojos de fibras, lo cual causa un debilitamiento del material al no tener la capacidad de transmitir cargas ocasionando una fractura frágil de la matriz, también se observa porosidad producida en la fabricación y marcas de chevron, las cuales dan indicio de una falla frágil.

Probetas tratadas con 20% de hidróxido de sodio

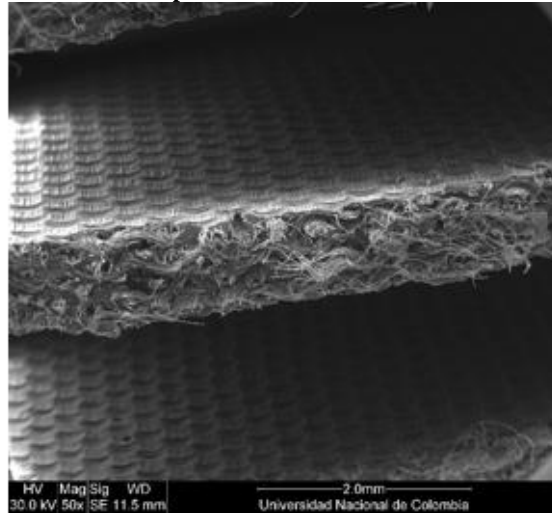
Es evidente la mala interfaz fibra/matriz de la Figura 46 debido a que se observa como principal mecanismo de fractura una deslaminación translaminar.

Figura 47 muestra la superficie de fractura de las fibras para las probetas ensayadas a tensión, puede observar que el mecanismo de fractura de las fibras es similar en todos los grupos de tratamiento químico, se observa que el patrón predominante es una fractura radial para las fibras, también hay rastros de ser una falla frágil, debido a que la superficie de las fibras es lisa [102].

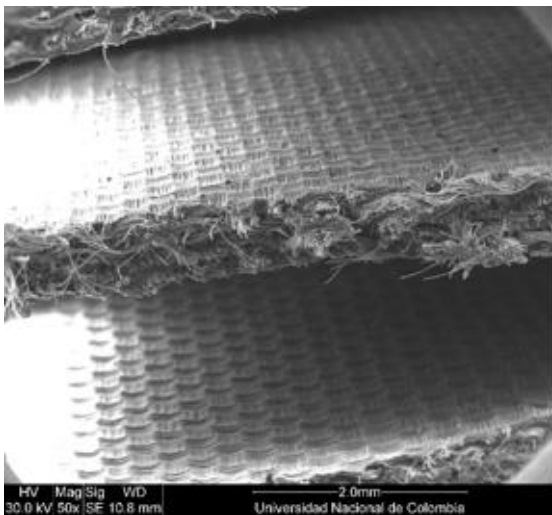
Figura 41. SEM superficie de fractura de las probetas a tensión



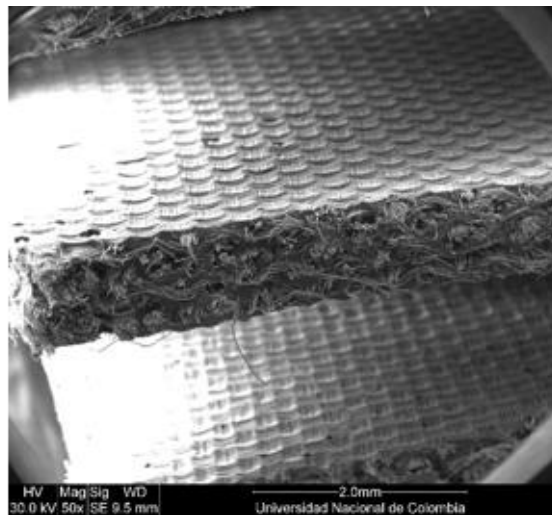
(0%)



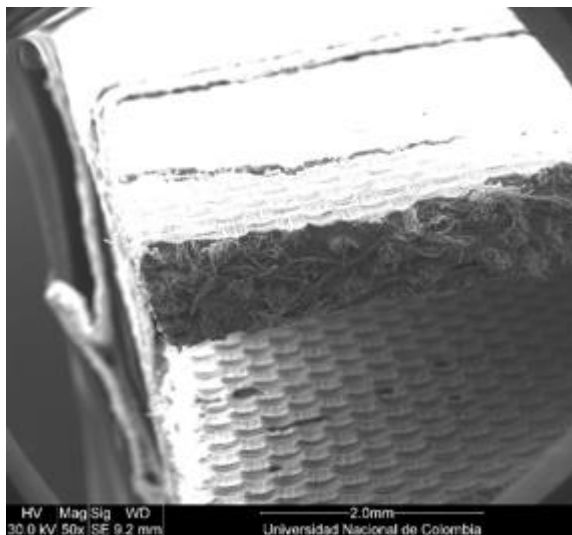
(5%)



(10%)



(15%)



(20%)

Figura 42. Superficie de fractura de la probeta T0V11

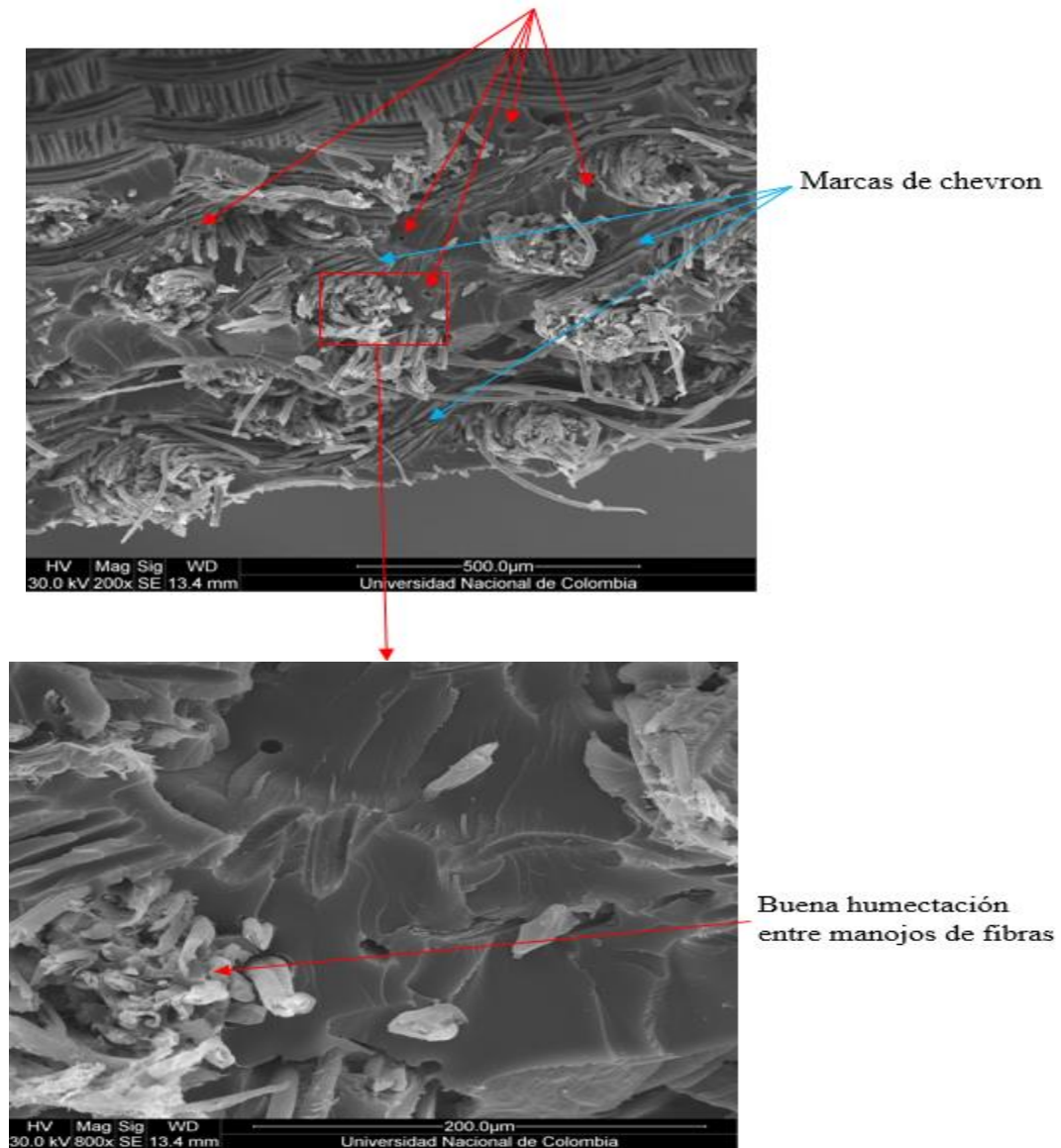


Figura 43. Superficie de fractura de la probeta T5V18

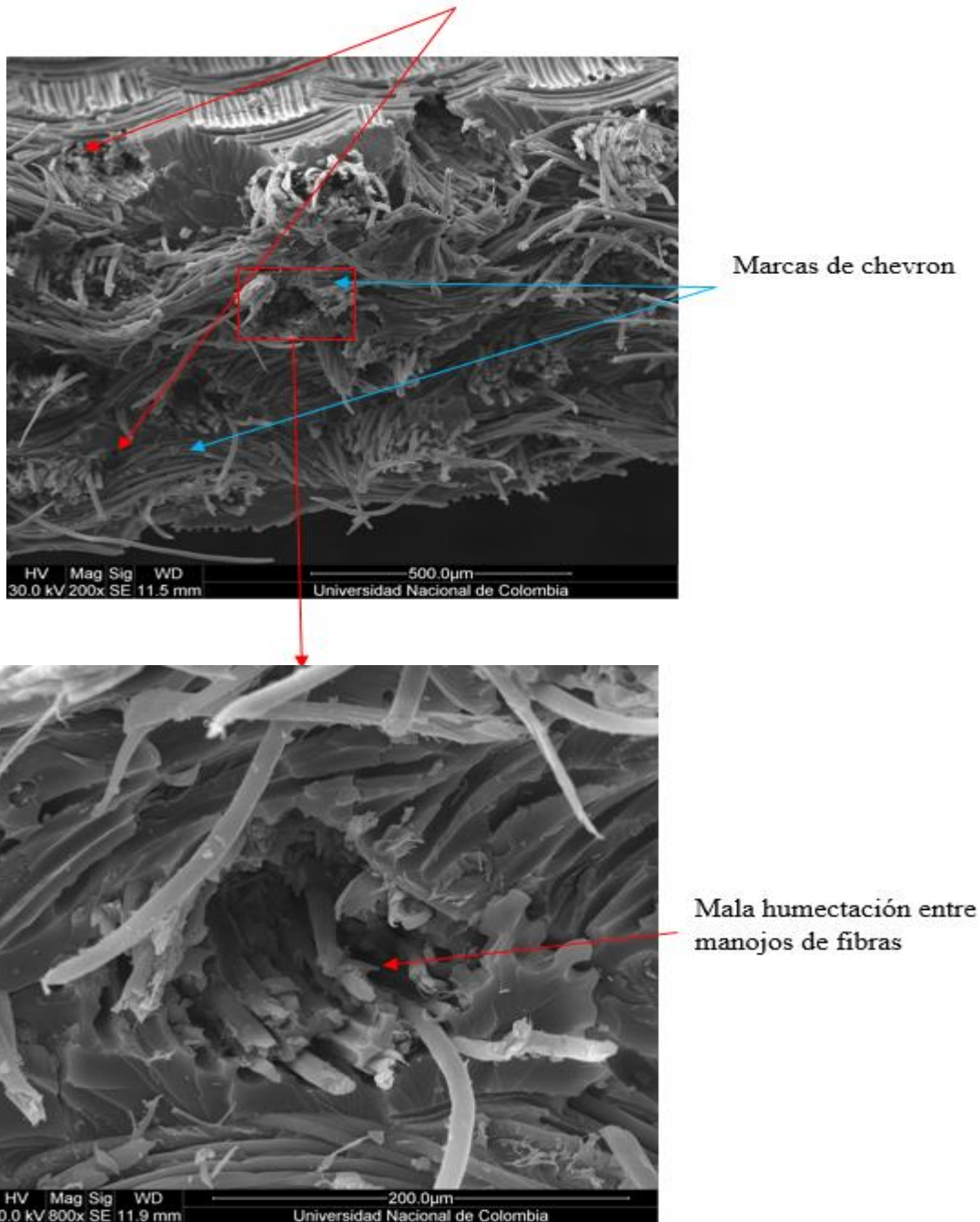


Figura 44. Superficie de fractura probeta T10V16
Poros

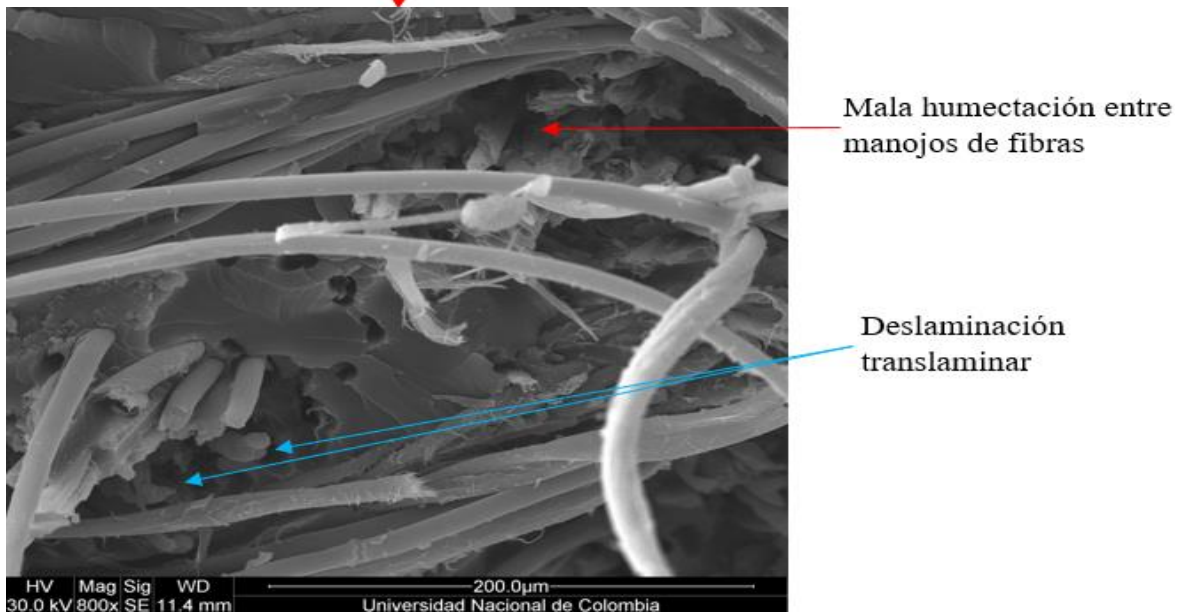
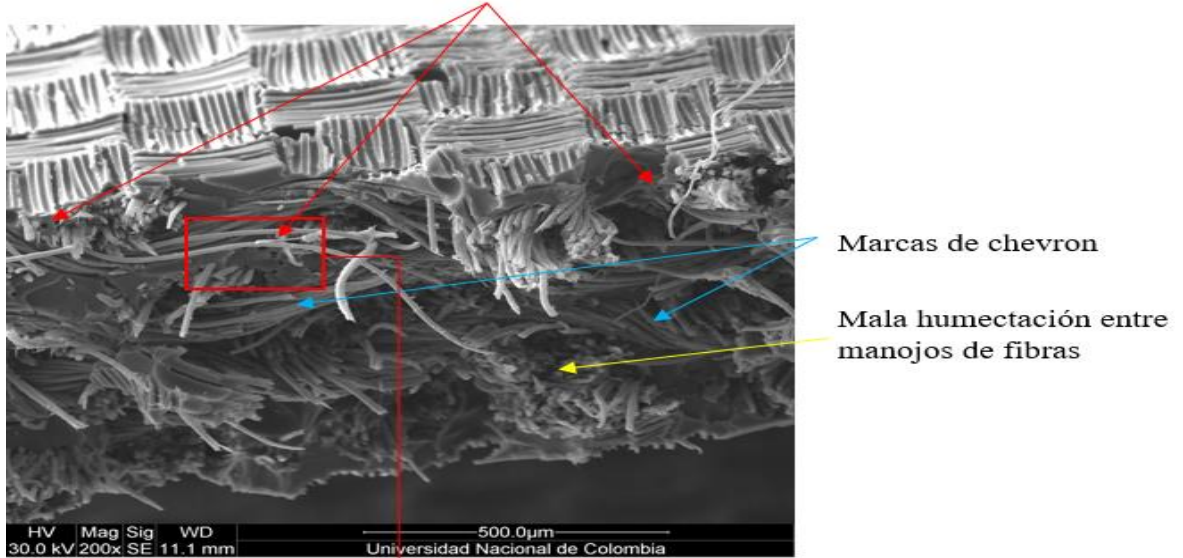


Figura 45. Superficie de fractura de la probeta T15V6
Poros

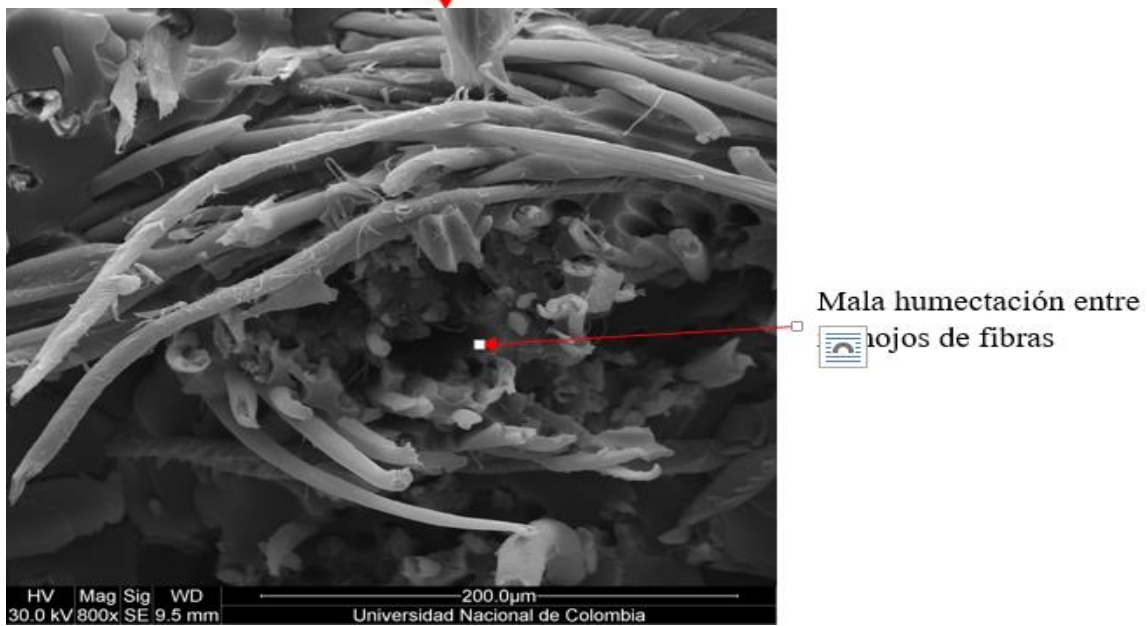
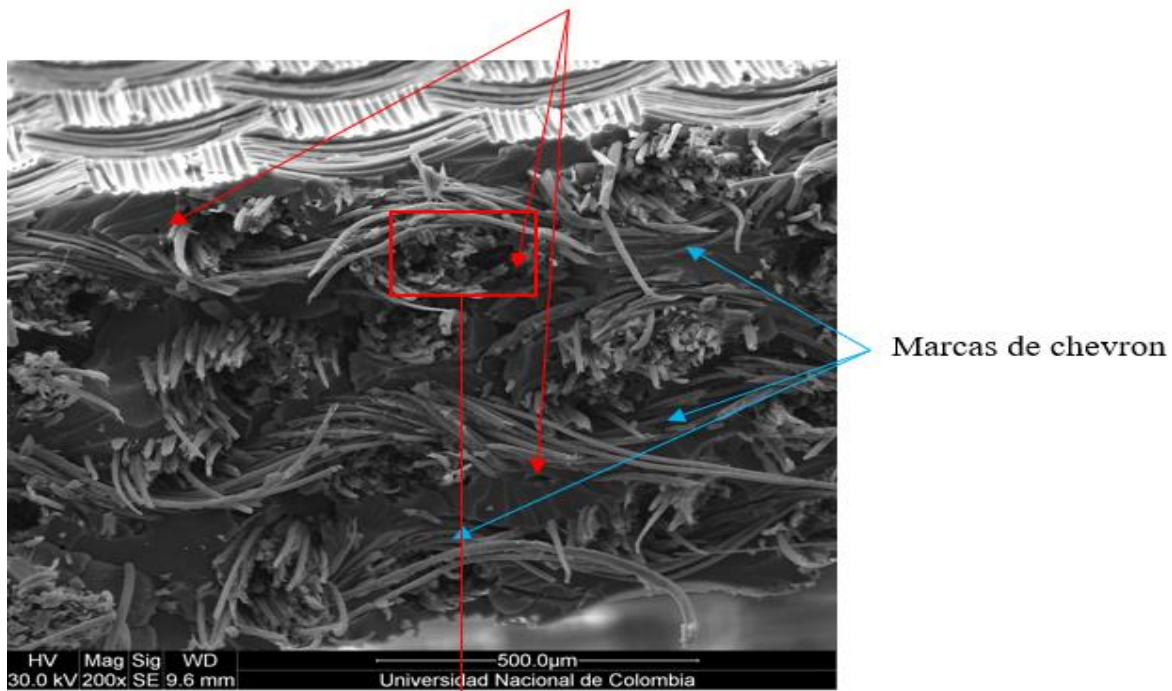


Figura 46. Superficie de fractura de la probeta T20V12

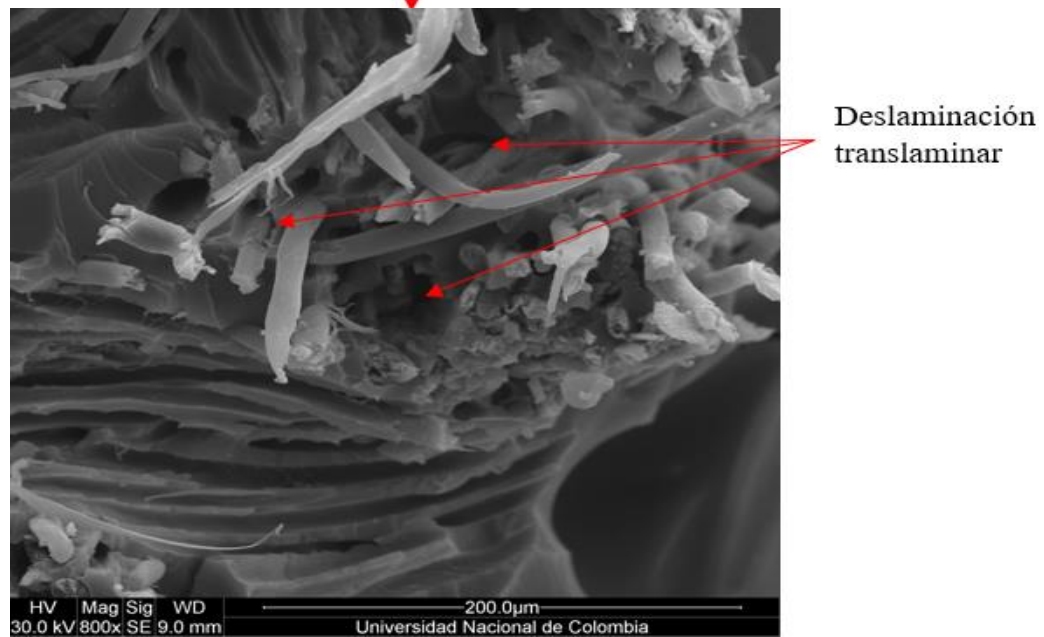
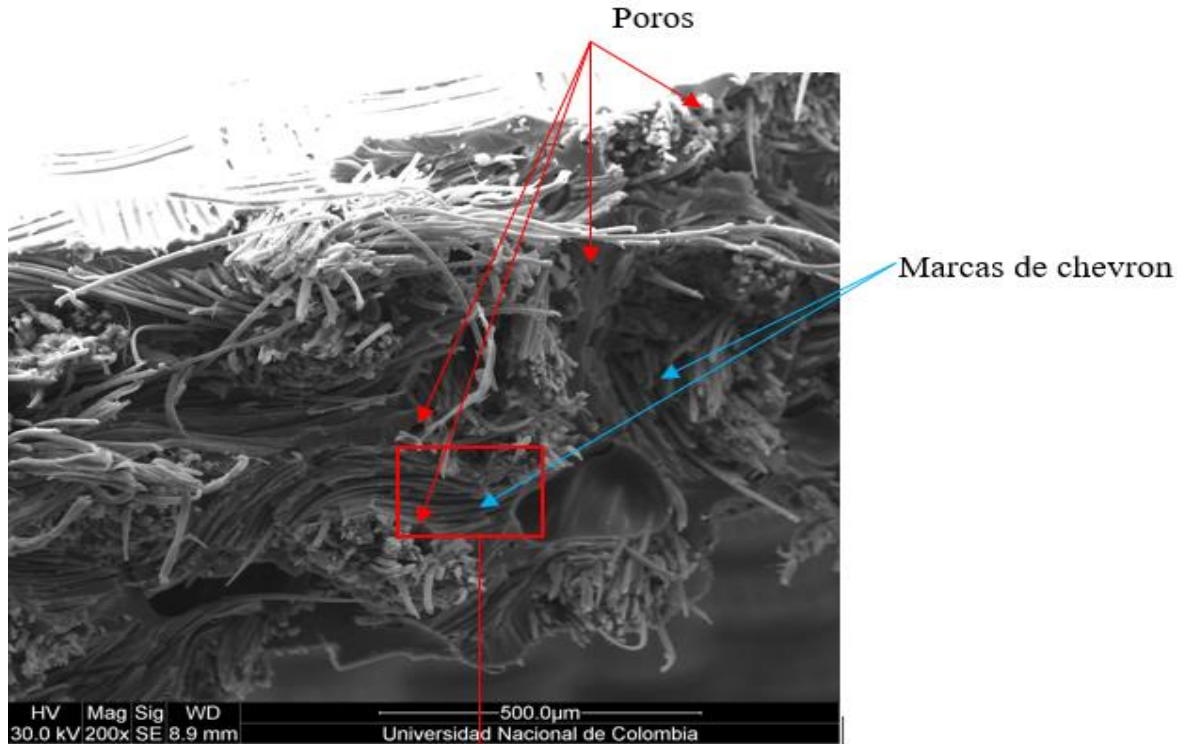
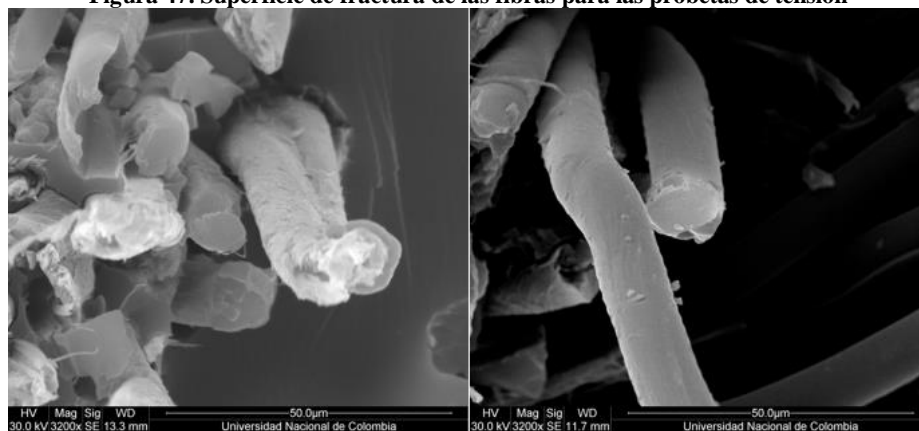
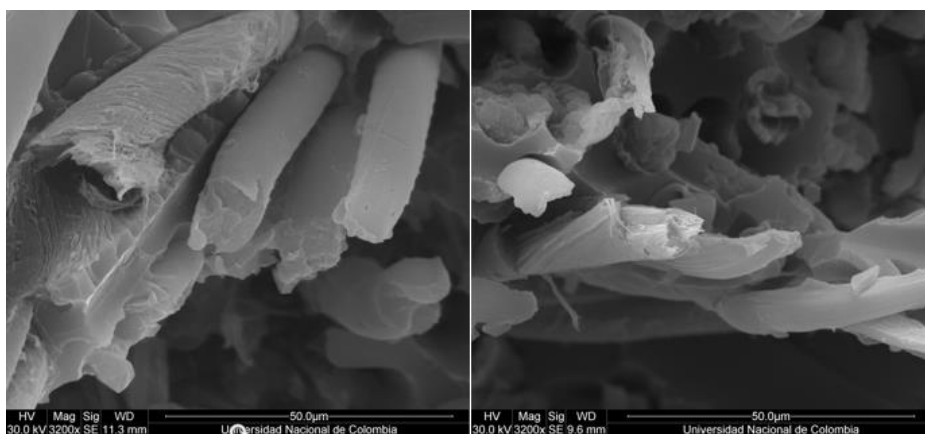


Figura 47. Superficie de fractura de las fibras para las probetas de tensión



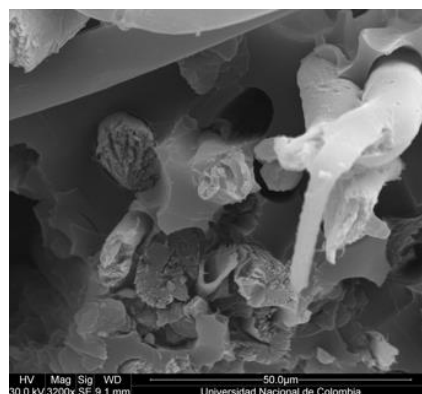
(0%)

(5%)



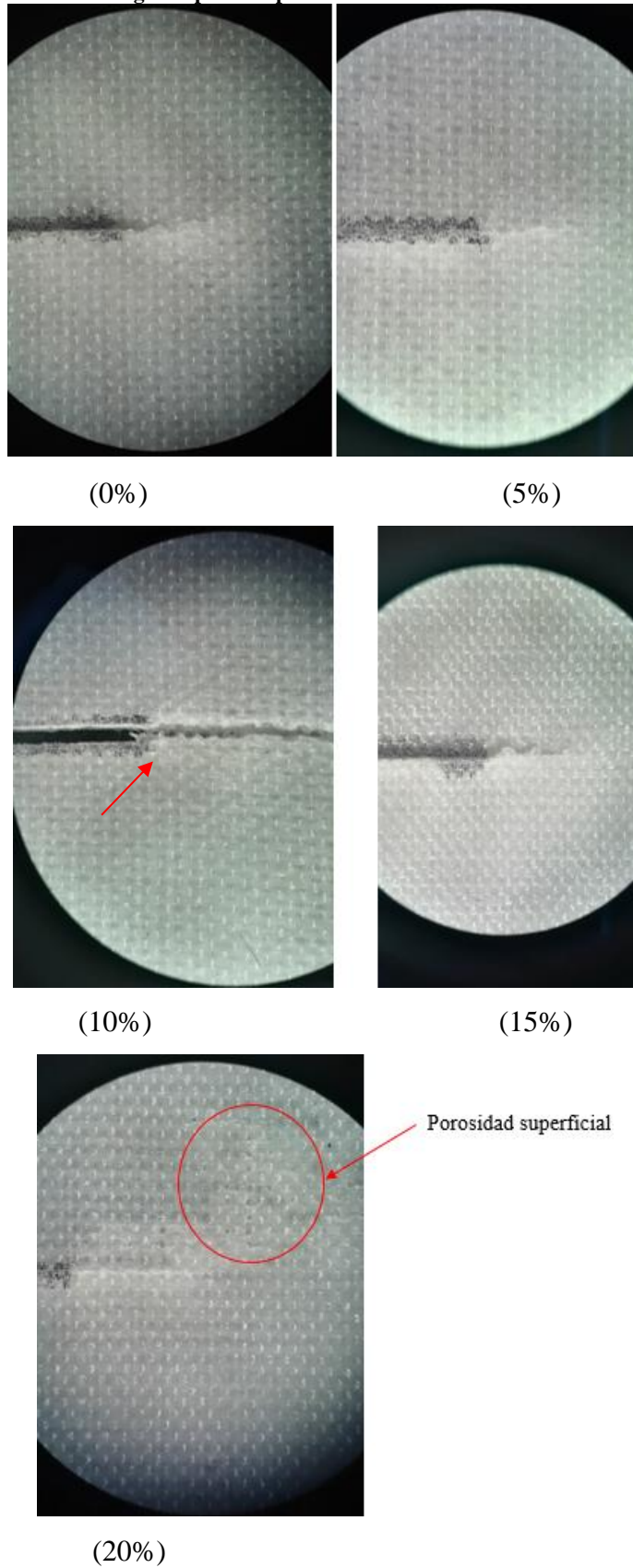
(10%)

(15%)



(20%)

Figura 48. Vista de la grieta para las probetas de tenacidad de fractura translaminar



4.3.3 Probetas ensayadas a tenacidad de fractura translaminar

La Figura 48 muestra una vista superior de la grieta para las probetas de tenacidad de fractura translaminar, donde se observa que la grieta presenta el mismo comportamiento, adicionalmente para la probeta con (10%) de tratamiento químico, se observa un alargamiento y rompimiento de la fibra, mostrado con una flecha de color rojo, comportamiento similar a las probetas ensayadas a tensión. Para la probeta con (20%) de tratamiento químico, se presenta defectos superficiales ocasionados durante la fabricación o desmolde, estos defectos se presentan en la mayoría de las probetas de este lote.

Probetas sin tratamiento químico

En la Figura 49 se puede observar una característica común de las probetas sin tratamiento químico, se aprecia una delaminación translaminar a lo largo de las probetas.

Probetas tratadas con 5% de hidróxido de sodio

La Figura 50 muestra una delaminación transversal de las probetas con 5% de tratamiento químico, pero debido al gran número de fibras sobre la superficie de fractura no se puede observar la presencia de más defectos.

Probetas tratadas con 10% de hidróxido de sodio

La Figura 51 y Figura 52 muestran un desgarramiento transversal y delaminación translaminar, respectivamente. El desgarramiento transversal muestra una mejora en la interfaz fibra/matriz.

Probetas tratadas con 15% de hidróxido de sodio

La Figura 53 muestra una superficie de fractura común de este lote de probetas, donde se observa que la fractura presentada es una falla frágil, y no se observa una presencia de defectos. La Figura 54 muestra algunos poros sobre la superficie, pero no representa una característica de los materiales con 15% de tratamiento químico.

Probetas tratadas con 20% de hidróxido de sodio

La Figura 55 y la Figura 56 son superficies de fractura similares, donde son evidentes los defectos de fabricación como son los poros los cuales pueden llegar a ocasionar deslaminaciones translaminares.

Figura 49. Superficie de fractura probeta F0V12

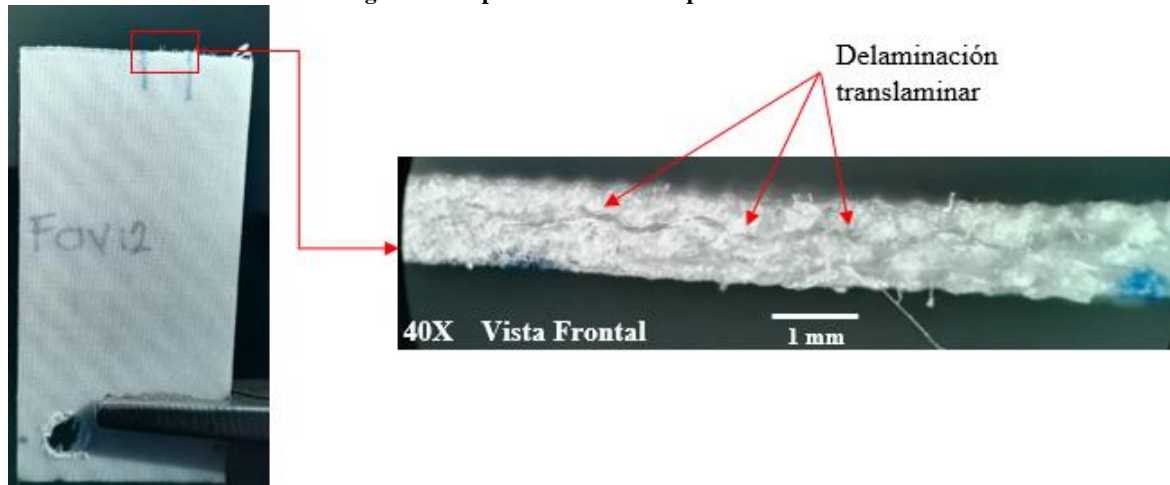


Figura 50. Superficie de fractura probeta F5V3



Figura 51. Superficie de fractura probeta F10V2

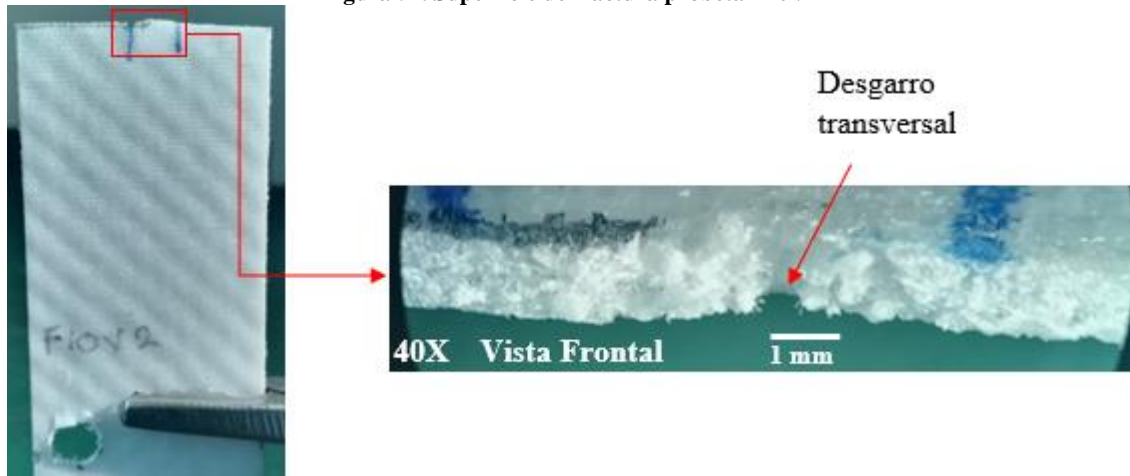


Figura 52. Superficie de fractura probeta F10V5

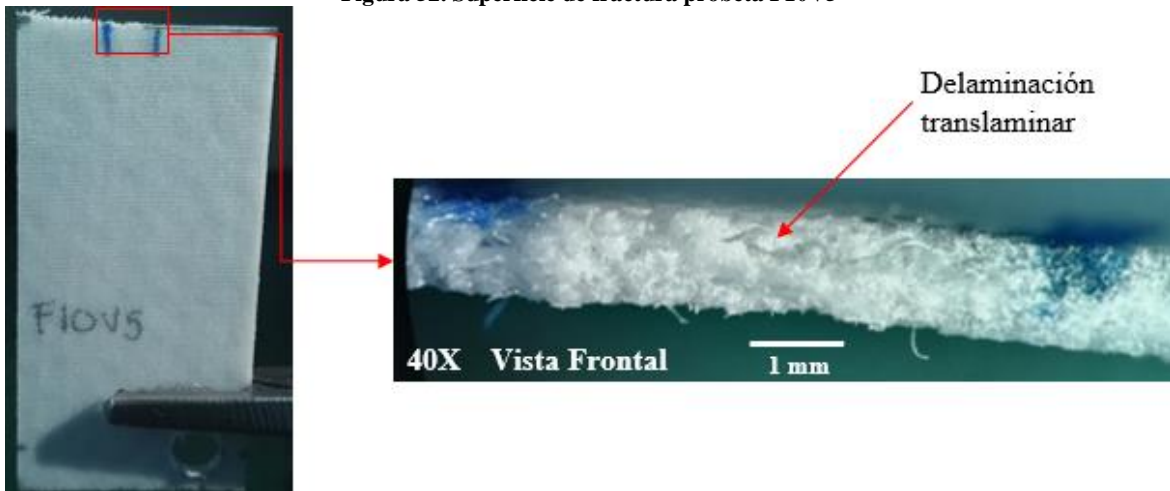


Figura 53. Superficie de fractura probeta F15V1

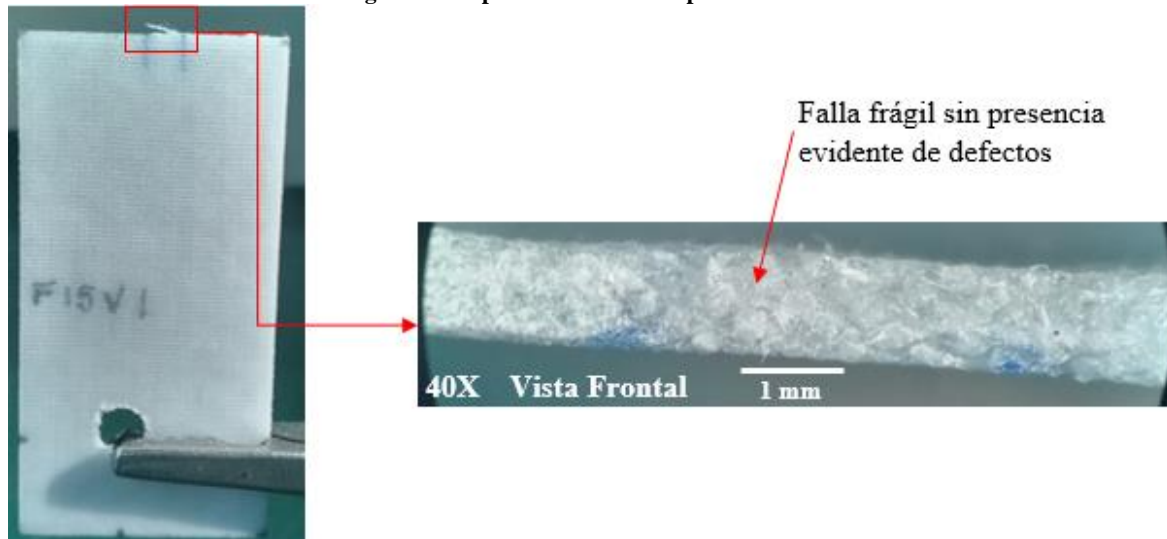
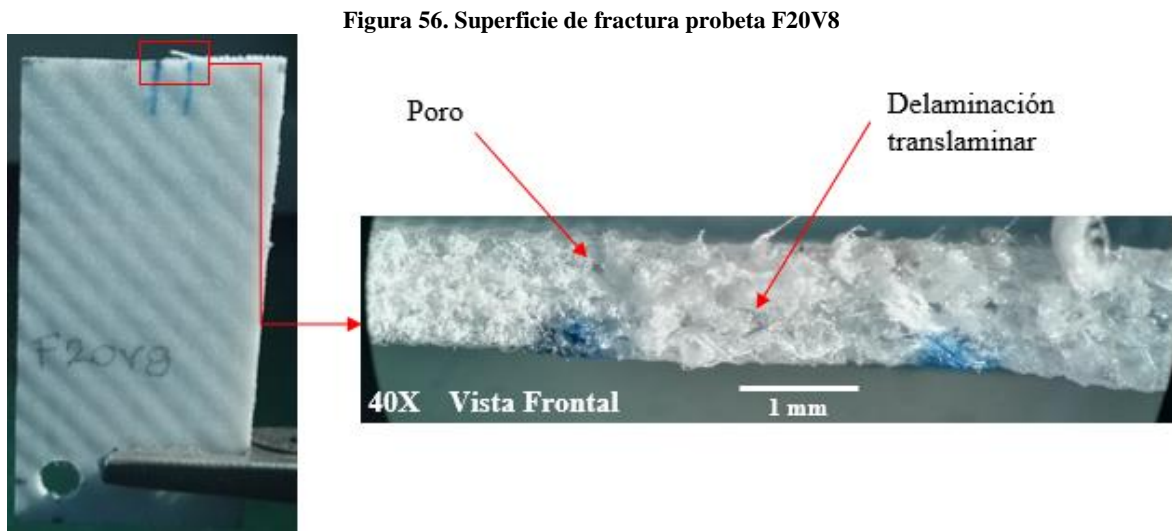
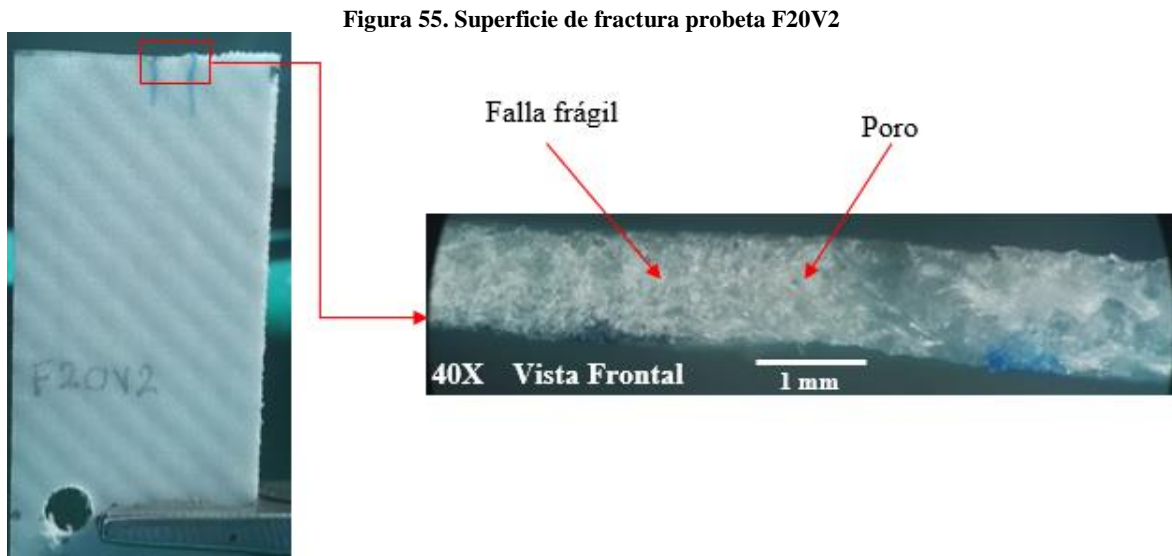


Figura 54. Superficie de fractura probeta F15V8





4.3.4 Análisis mediante SEM

Probetas sin tratamiento químico

La Figura 57 muestra un defecto a lo largo de la probeta, se presenta una delaminación translaminar muy pronunciada, provocada por defectos de fabricación o esfuerzos residuales, dentro de la delaminación se nota la ausencia de fibras, lo que provoca una falla frágil del material compuesto.

Probetas tratadas con 5% de hidróxido de sodio

En la Figura 58 se tiene una mala humectación entre fibras, donde no se observa residuos de resina sobre la superficie de la fibra, también se encuentra deslaminación translaminar producida por el avance de los múltiples frentes de grieta y se tiene porosidad producida como defecto de fabricación.

Probetas tratadas con 10% de hidróxido de sodio

Es evidente en la Figura 59, la mala interfaz fibra/matriz, se observa un pull out de las fibras y una deslaminación translaminar, también se presentan defectos de fabricación como poros y como evidencia de falla frágil y múltiples frentes de grieta se tienen marcas de chevron.

Probetas tratadas con 15% de hidróxido de sodio

En la Figura 60 se presentan defectos de fabricación como son poros, y alrededor de los poros se observan deslaminaciones translaminares, también se presentan marcas de chevron con origen en los defectos, señalando múltiples orígenes y frentes de grieta. En la magnificación se puede observar residuos de matriz sobre la superficie de las fibras como muestra de una buena interfaz fibra matriz.

Probetas tratadas con 20% de hidróxido de sodio

En la Figura 61 se presenta un gran número de deslaminaciones translaminares con poca presencia de fibras sobre la superficie de fractura.

Figura 57. Superficie de fractura de la probeta F0V16

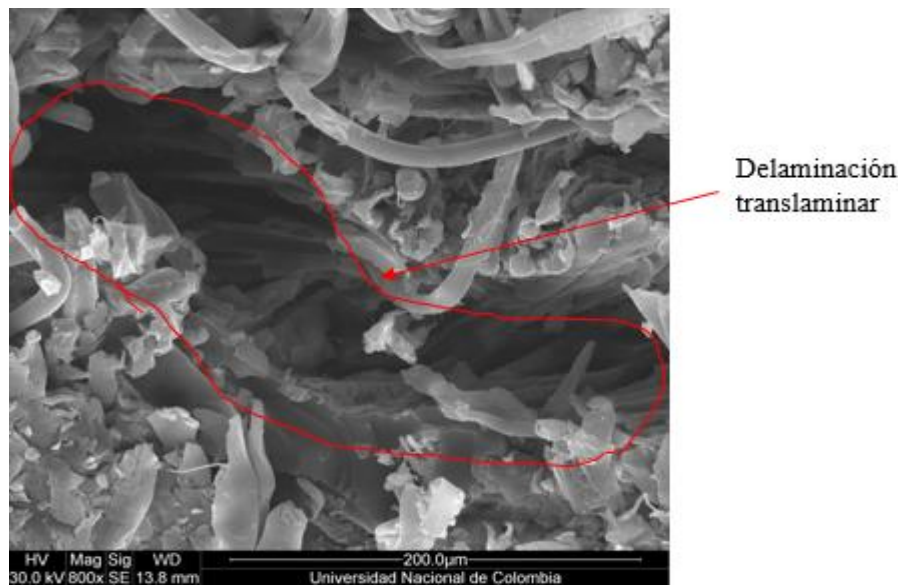
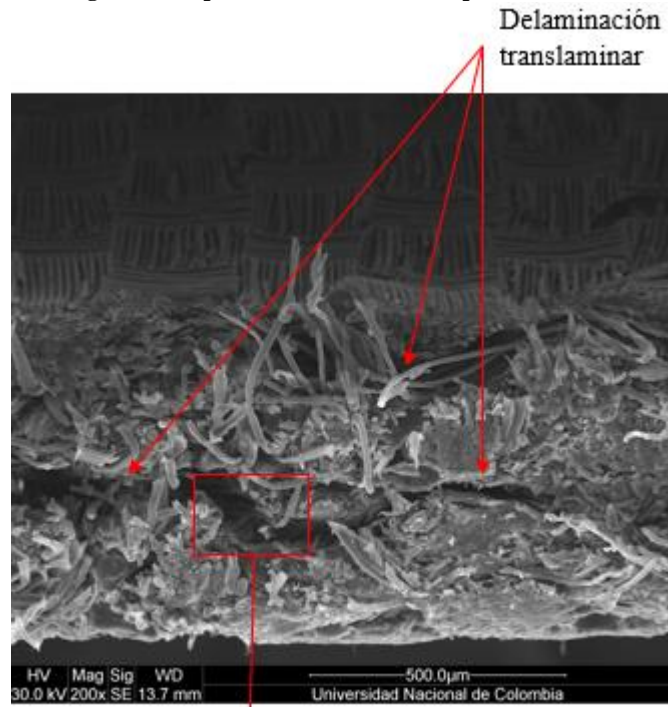


Figura 58. Superficie de fractura de la probeta F5V16

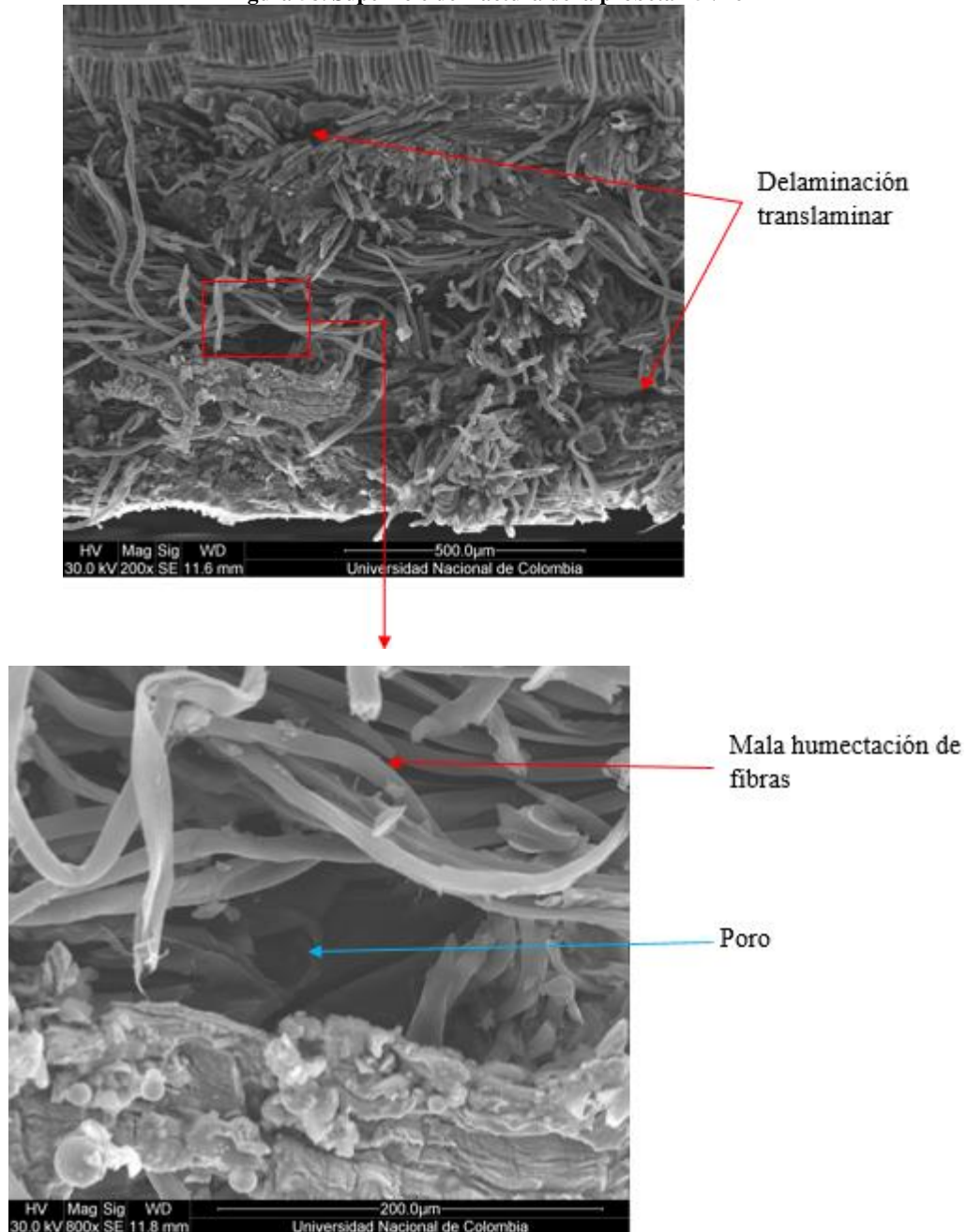


Figura 59. Superficie de fractura de la probeta F10V17

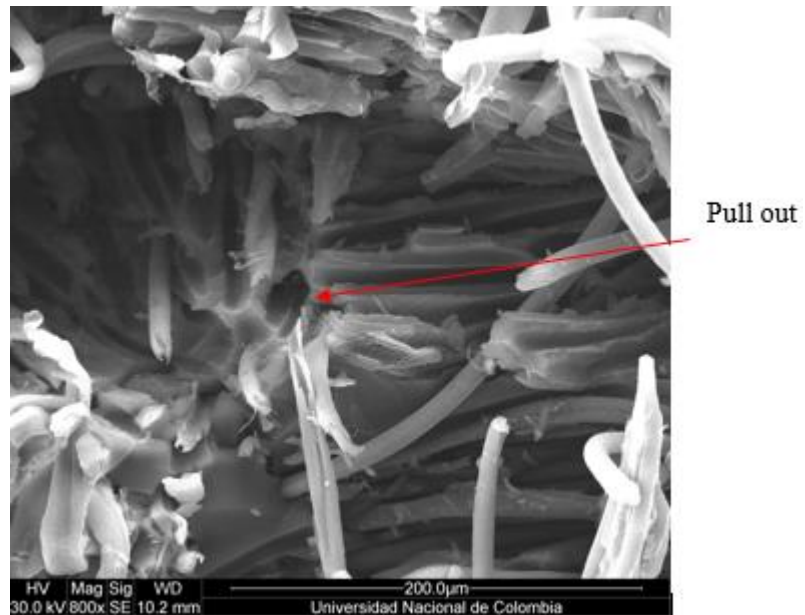
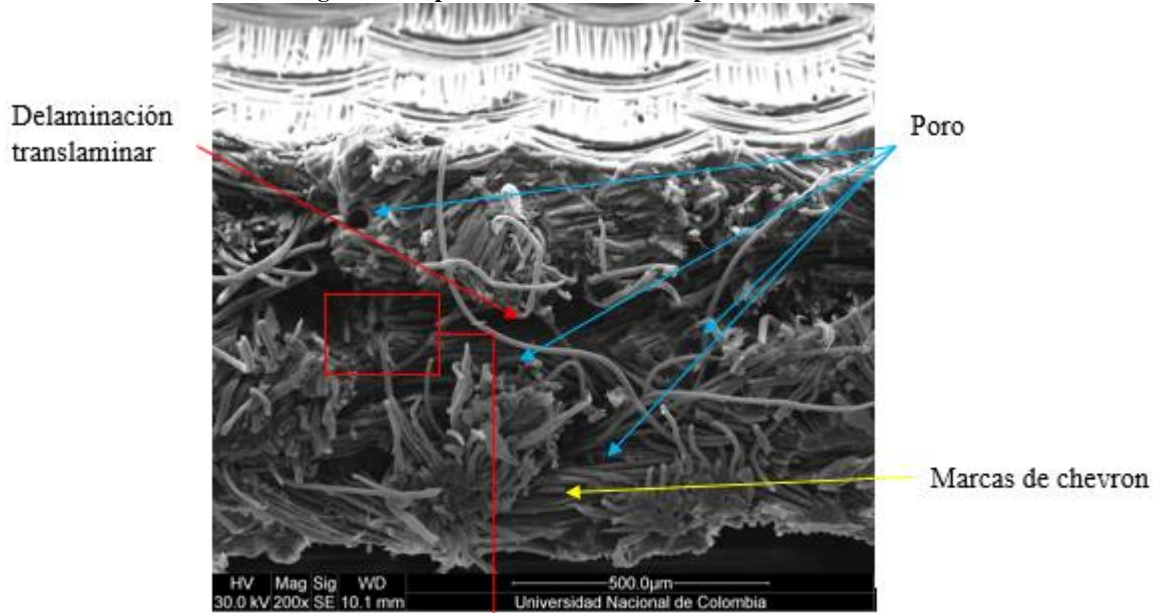


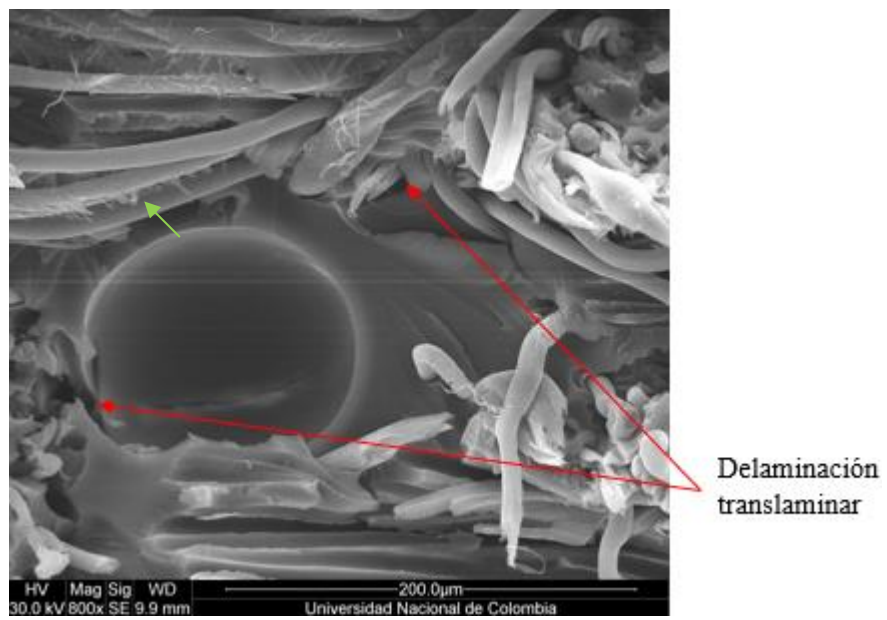
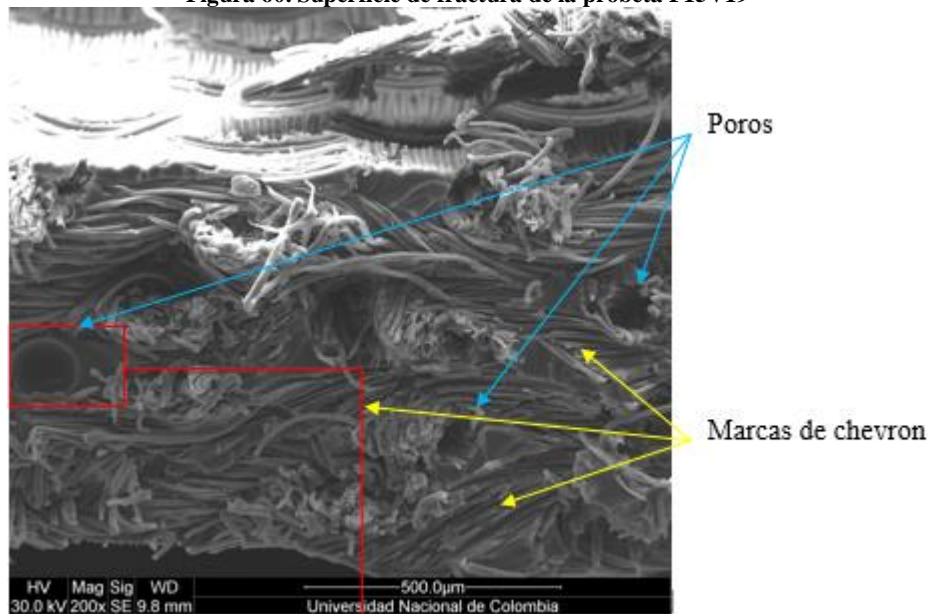
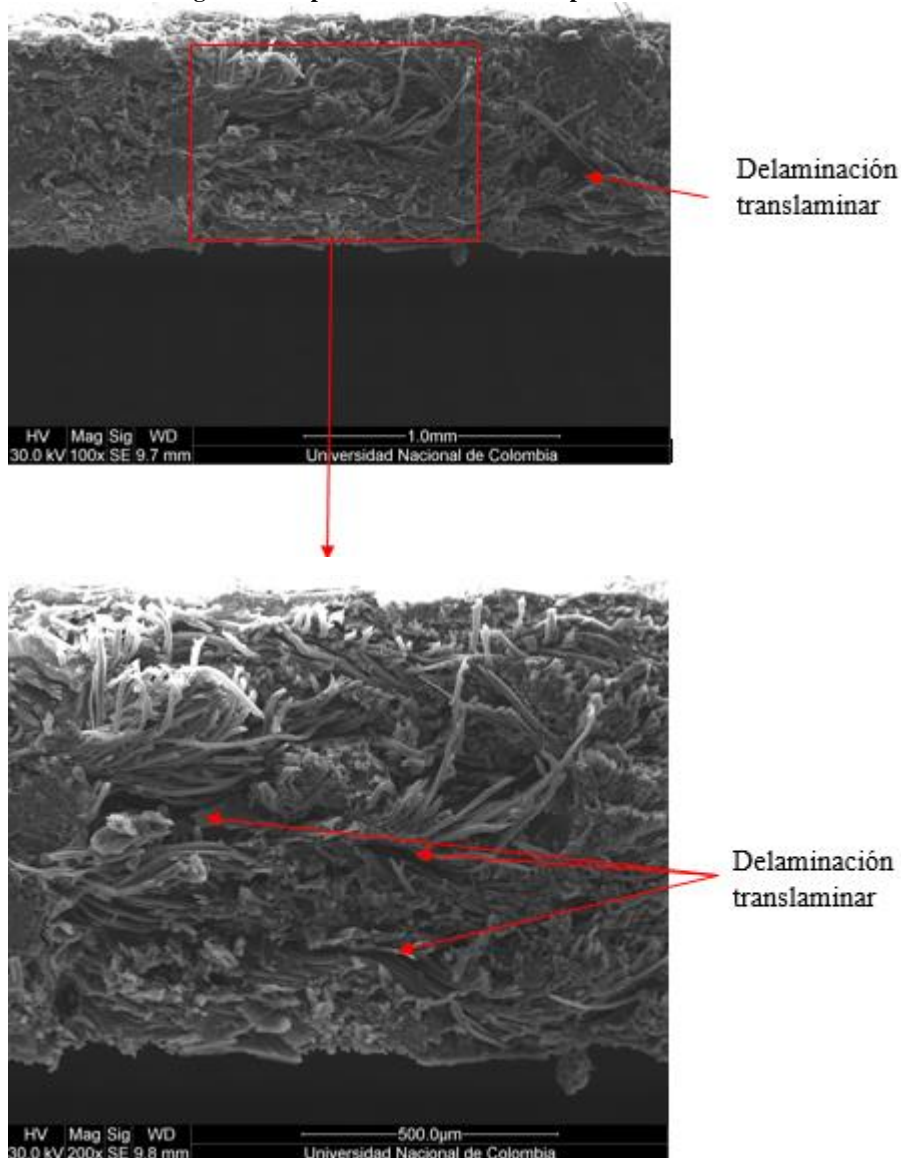
Figura 60. Superficie de fractura de la probeta F15V19

Figura 61. Superficie de fractura de la probeta F20V13



4.4 Relación entre los tratamientos químicos aplicados a las fibras y sus efectos sobre las propiedades mecánicas del material compuesto

El material compuesto sin tratamiento químico presentó los mejores resultados mecánicos (Resistencia última y Modulo de elasticidad) debido a que no se presentó ningún tipo de degradación. Debido a que existe una relación inversa entre la resistencia última y la tenacidad de fractura, el material compuesto sin tratamiento químico obtuvo el menor valor de tenacidad de fractura [103]. La superficie de fractura para el material ensayado a tensión

reveló una homogeneidad superficial en el material y como reflejo de alta resistencia última se presentó como principal mecanismo de falla “fiber bridging” el cual es estiramiento y rompimiento de las fibras sin dejar vacancias en la superficie. También se observa baja deformación del material compuesto, esto debido a la reducción en el porcentaje de lignina y se refleja en la longitud corta de las fibras sobre la superficie de fractura, lo que finalmente lleva a un material con baja tenacidad de fractura.

El tratamiento con 5% de hidróxido de sodio no proporcionó un efecto significativo sobre las propiedades mecánicas del material compuesto, aunque se presentó una reducción en el contenido de celulosa provocado por la reducción de hemicelulosa, lo cual provocó una reducción en la resistencia a última y módulo de elasticidad. La superficie del material ensayado mostró delaminación translaminar provocado por posibles defectos de fabricación como porosidad o presencia de humedad. Esto se debe al aumento de lignina lo cual hace que el material sea más hidrofílico. La tenacidad de fractura aumenta debido a que aumenta la deformación de las fibras, en comparación con el material compuesto sin tratamiento químico.

El material compuesto con 10% de tratamiento químico obtuvo una buena resistencia última por debajo del material sin tratamiento químico, debido al aumento de celulosa, a su vez, se evidenció una reducción significativa en el módulo de elasticidad generada por el aumento de hemicelulosa. La superficie de fractura revela delaminación translaminar, pero como principal mecanismo de falla “fiber bridging” con una baja deformación de las fibras debido a su bajo contenido de lignina. Su tenacidad de fractura se comportó inversamente proporcional a su comportamiento frente a la resistencia última, por lo tanto se presentó como uno de los valores más bajos frente a otros tratamientos.

El tratamiento de 15% provocó una disminución significativa en la resistencia última y el módulo de elasticidad del material compuesto debido a su alto contenido de hemicelulosa. El material compuesto presentó el mayor valor de tenacidad de fractura lo cual es coherente debido a la relación inversa con la resistencia última, esto se debe a una baja presencia de defectos en la fabricación del material compuesto como lo muestra la superficie de fractura.

El tratamiento químico de 20% generó una degradación del material presentando un alto contenido de hemicelulosa y bajo contenido de celulosa, lo cual se evidencia en su baja resistencia última y módulo de elasticidad, por el contrario su porcentaje de lignina incrementó, provocando un porcentaje de deformación mayor. La tenacidad de fractura aumentó, evidenciando una deformación más prolongada de las fibras pero con múltiples poros a lo largo de la superficie de fractura.

4.5 Propiedades mecánicas finales del material compuesto

Para determinar las propiedades mecánicas finales del material compuesto se establece como criterio la resistencia última del material, debido a que es una de las propiedades mecánicas más importantes para la elección de un material en la industria aeronáutica. Con base en los valores obtenidos en la comparación múltiple de Tukey y Bonferroni para la resistencia ÚLTIMA del material compuesto, lo cual indica que el material sin tratamiento químico (0%) tiene una resistencia ÚLTIMA mayor, escogiendo el material compuesto sin tratamiento químico las propiedades finales se muestran en la Tabla 63.

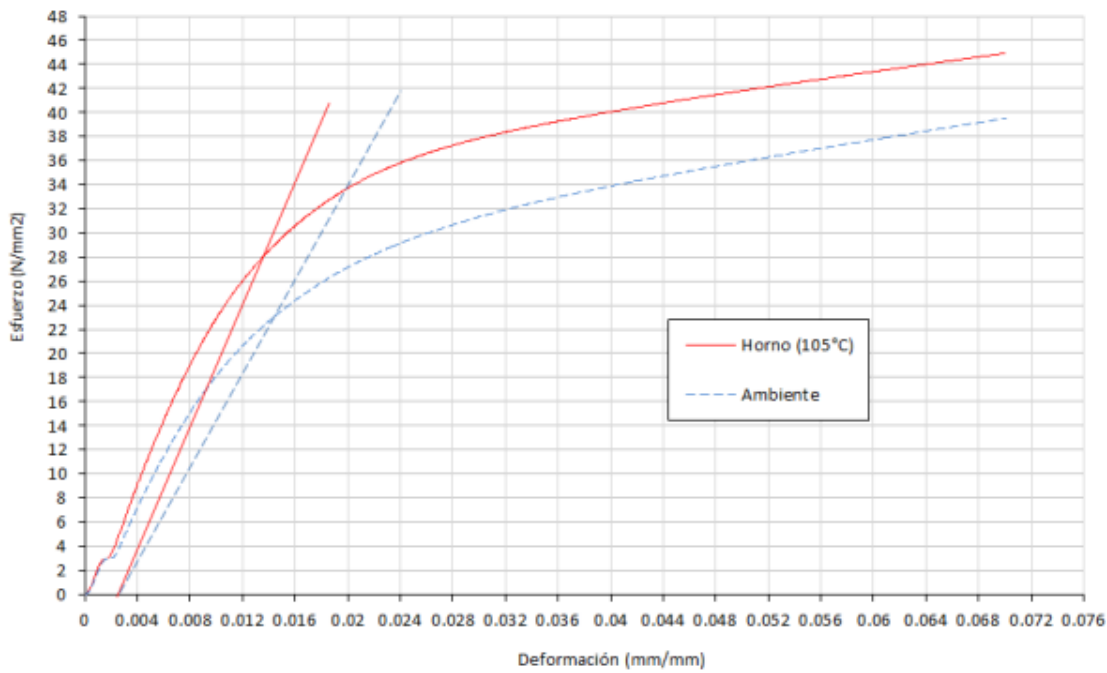
Tabla 63. Propiedades mecánicas finales del material compuesto (compuesto sin tratamiento)

	Resistencia ÚLTIMA (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)	Porcentaje de deformación (%)	Tenacidad de fractura (MPa\sqrt{m})
ANOVA	79,347	-	9,037	4,578
Weibull	78,932	2,769	9,041	4,869

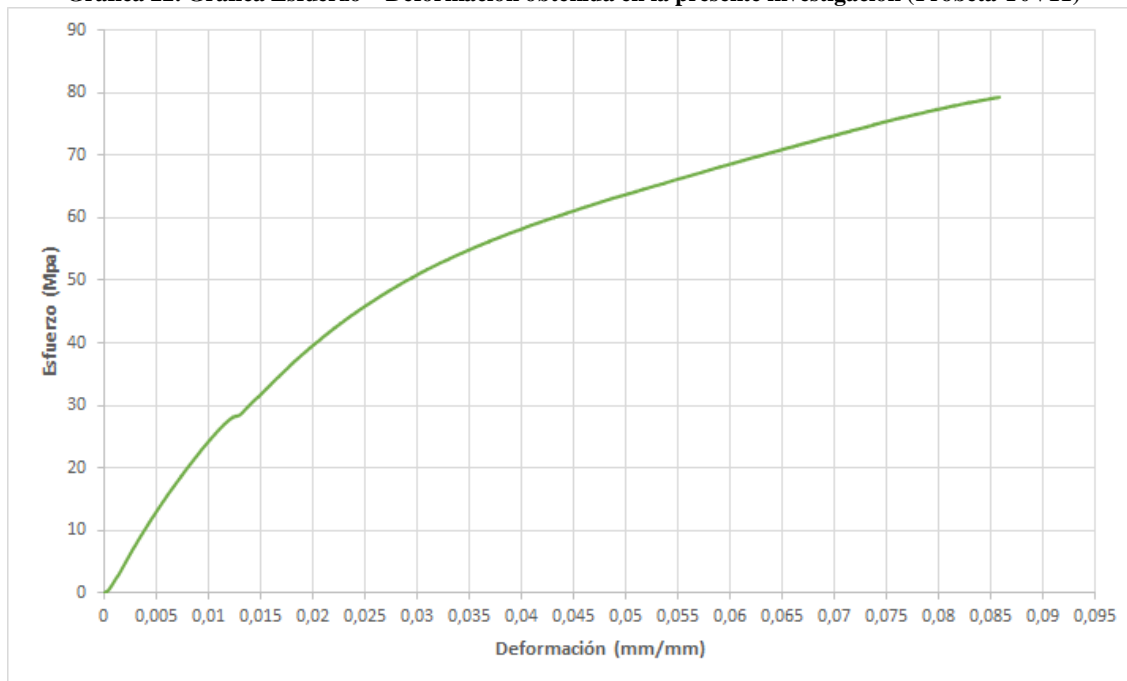
4.6 Comparación con otros estudios realizados

En la Universidad Nacional de Colombia para el año 2013, se realizó una caracterización mecánica mediante ensayos de tensión y tenacidad de fractura translaminar del mismo material de la presente investigación. El material compuesto se fabricó mediante el protocolo hand lay – up, la Gráfica 21 muestra los resultados obtenidos del ensayo a tensión, en contraste a los resultados mostrados en la Gráfica 22 los cuales corresponden a la presente investigación.

Gráfica 21. Gráfica Esfuerzo – Deformación del material compuesto analizado en 2013 [90]



Gráfica 22. Gráfica Esfuerzo – Deformación obtenida en la presente investigación (Probeta T0V11)

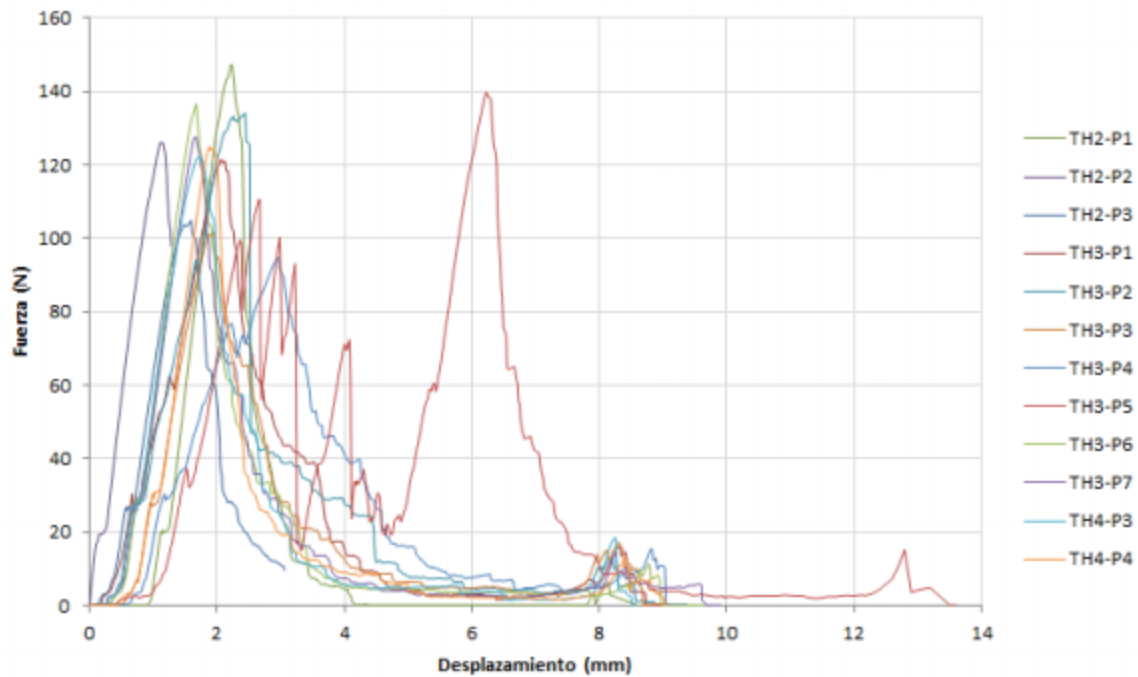


Se puede observar un claro aumento de la resistencia última del material compuesto sin tratamiento químico en un 176% aproximadamente, también se evidencia un aumento en la deformación del material haciéndolo más dúctil y un aumento en el módulo de elasticidad del

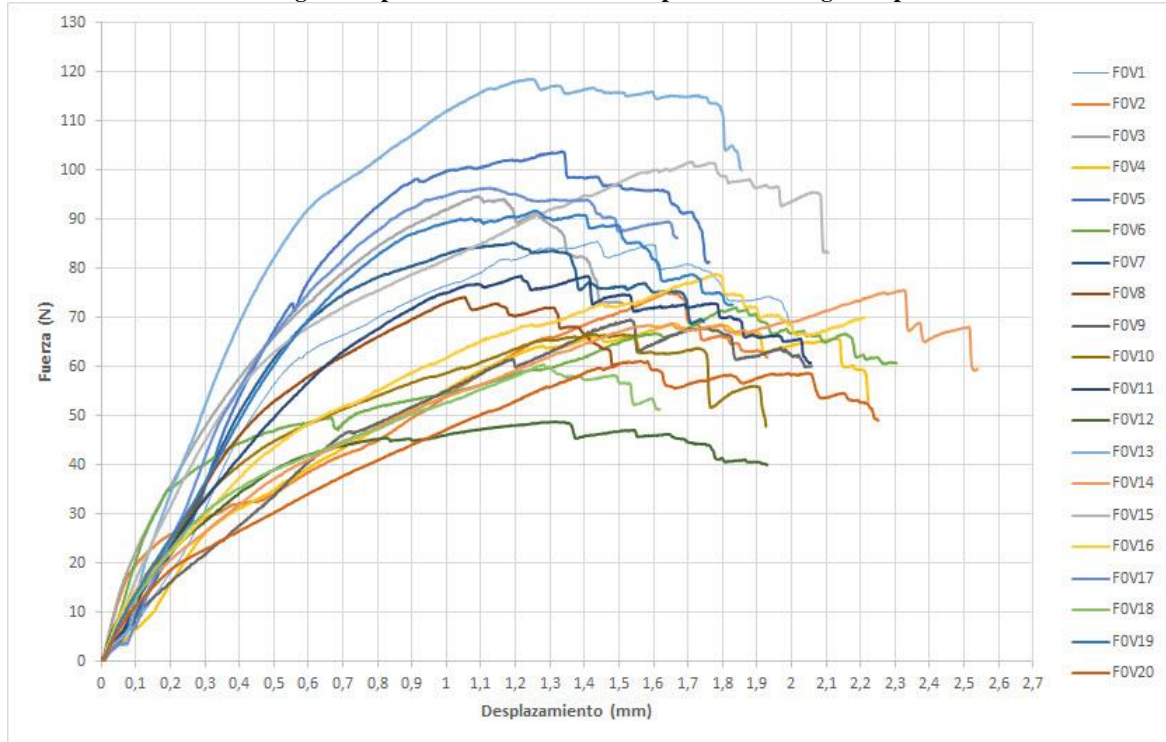
material, lo cual indica que el protocolo de fabricación VARTM proporciona mejores propiedades mecánicas en el material compuesto, con respecto al protocolo de fabricación hand lay – up.

Si se comparan los ensayos de tenacidad de fractura trans laminar de la investigación en 2013 y la presente investigación, Gráfica 23 y Gráfica 24 respectivamente, se puede observar que con el protocolo de fabricación VARTM se obtiene un material con propiedades más homogéneas, en cuanto a la tenacidad de fractura trans laminar no se evidencia un aumento de esta propiedad.

Gráfica 23. Gráfica Carga – Desplazamiento para los ensayos a tenacidad de fractura del material compuesto analizado en 2013 [90]



Gráfica 24. Gráfica Carga – Desplazamiento obtenida en la presente investigación probetas sin tratamiento



La Tabla 64 muestra los valores de las propiedades obtenidas con el material compuesto sin tratamiento químico de la presente investigación y el material compuesto con las mejores propiedades investigado en 2013.

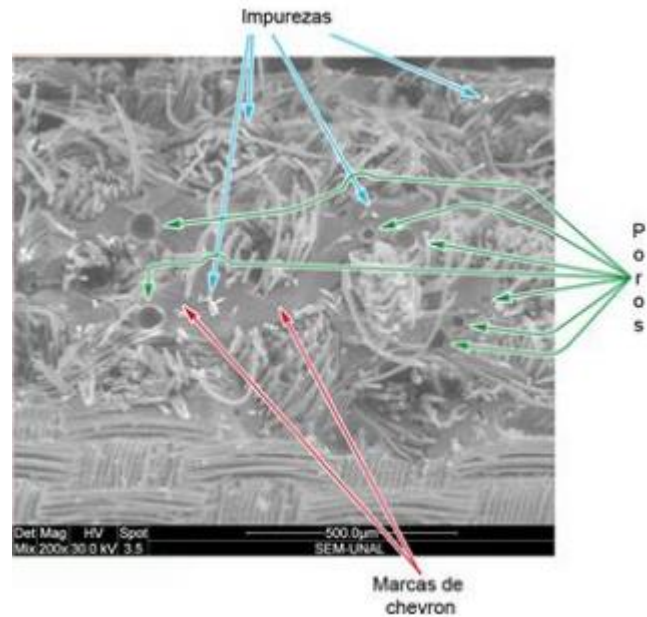
Tabla 64. Comparación de propiedades mecánicas entre la investigación del 2013 y la presente investigación [90]

	Tenacidad de fractura ($\text{MPa}\sqrt{m}$)	Resistencia ÚLTIMA (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)	Deformación última (%)
Investigación del 2013	5,5	44,90	2,22	7
Presente investigación	4,9	79,35	2,77	9

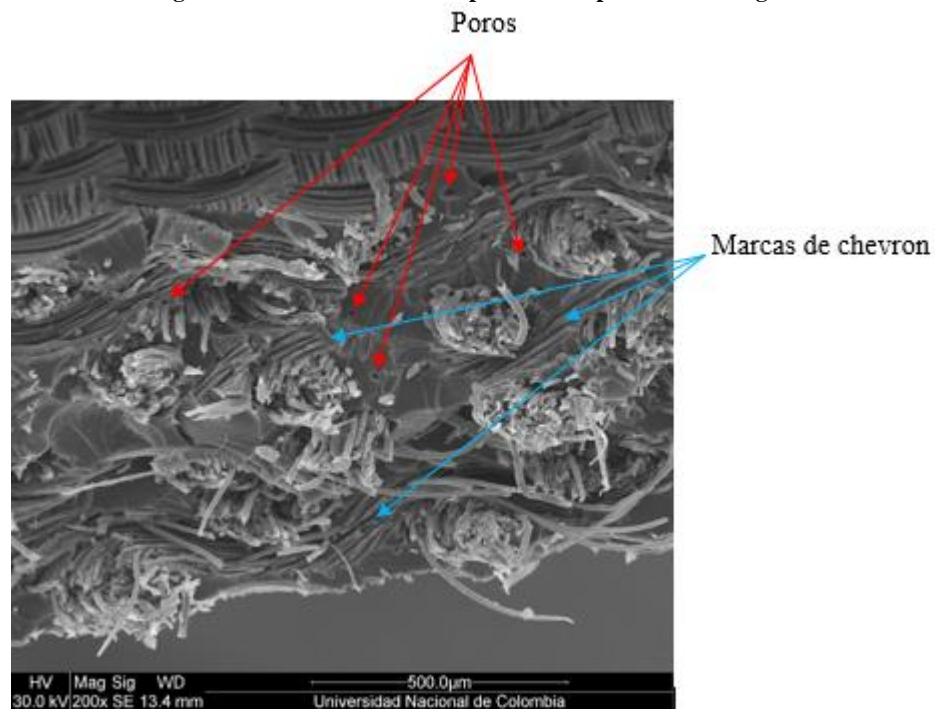
La Fotografía 21 y Fotografía 22 muestran la superficie de fractura obtenidas mediante SEM del material compuesto estudiado en 2013 y el material sin tratamiento químico de la presente investigación, se puede observar que el protocolo de fabricación VARTM proporciona una mejor humectación entre los manojos de fibras, una menor presencia de poros, una

homogeneidad en la matriz, disminución de impurezas y humedad dentro del material, lo cual proporciona el aumento de las propiedades mecánicas y una baja de la tenacidad.

Fotografía 21. SEM superficie de fractura del material compuesto investigado en 2013 [90]

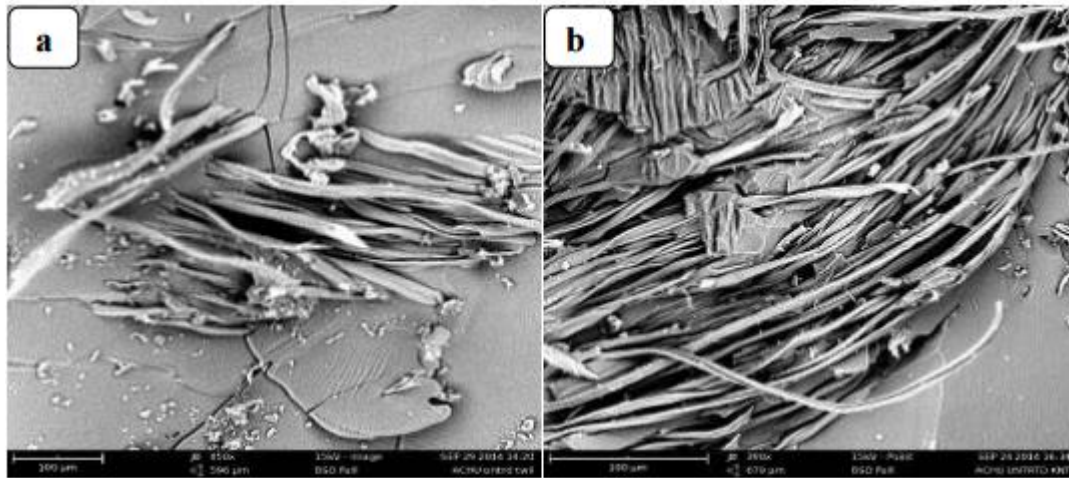


Fotografía 22. SEM material compuesto de la presente investigación



La Figura 62 muestra la fractografía de una resina poliéster reforzada con tela de algodón en dos configuraciones distintas (alargada y plana), se puede observar un patrón característico de fractura similar a las superficies de fractura obtenidas en la presente investigación (Fotografía 22), no es visible un pull out de las fibras sobre la matriz, se observan múltiples frentes de grieta y una evidente fractura frágil de la matriz mostrada por las marcas chevron [104].

Figura 62. Fractografía de la superficie de fractura para un compuesto de resina poliéster reforzada con (a) Tela de algodón cruzada (b) tela de algodón plana [104]



La Figura 63 muestra una comparación gráfica de las propiedades obtenidas bajo tensión del material compuesto descrito en la presente investigación, comparando los métodos de fabricación hand lay – up [90] y VARTM. Se puede observar un aumento en las propiedades mecánicas como se ha descrito anteriormente, además, concuerda con investigaciones realizadas comparando estos dos mismos protocolos de fabricación, el cual se muestra en la Figura 64.

Figura 63. Comparación de propiedades mecánicas entre procesos de fabricación (Hand lay – up / VARTM) de la presente investigación [90]

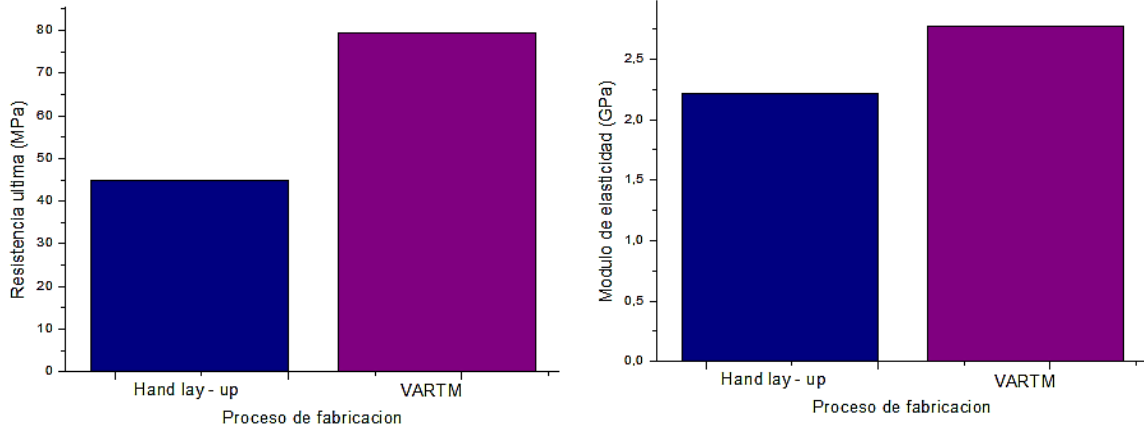
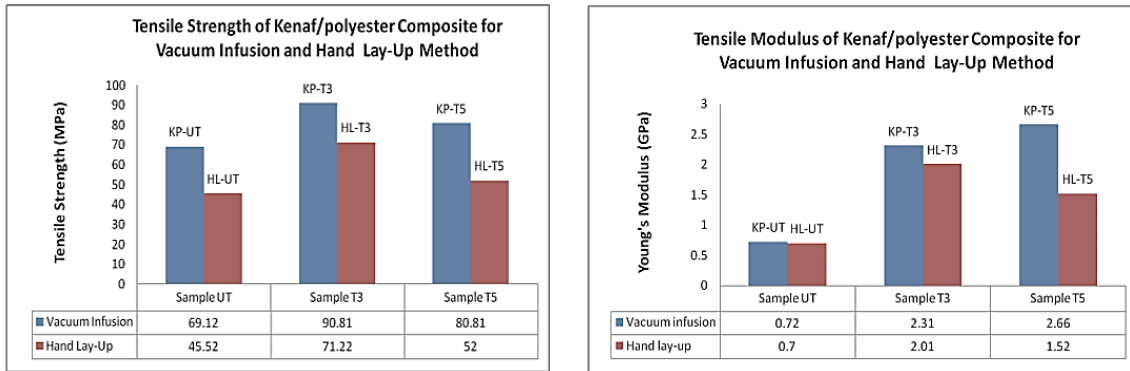


Figura 64. Comparación de propiedades mecánicas entre procesos de fabricación (Hand lay – up / VARTM) para un material compuesto de matriz poliéster reforzado con kenaf [6]



5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

Se realizó la fabricación, y caracterización mecánica, morfológica, estructural y química de una resina epóxica reforzada con fibras de algodón. La fabricación del material fue innovador con respecto a los trabajos previos realizados los cuales utilizan matrices termoestables.

La caracterización por medio de espectroscopia infrarroja de las fibras naturales, antes y después del tratamiento químico, proporcionó una indicación previa del comportamiento mecánico del material, estudiando las bandas características de celulosa, hemicelulosa y lignina. Se observó que el tratamiento con hidróxido de sodio proporciona una degradación en el material ya que genera una disminución en el contenido de celulosa y un aumento en el contenido de hemicelulosa, lo cual provoca una disminución en la resistencia última y el módulo de elasticidad del material compuesto. El tratamiento químico a su vez genera cambios inversos en la tenacidad de fractura del material compuesto, provocando un aumento de la deformación del material y por ende un aumento en la tenacidad de fractura, siendo el tratamiento con 15% de hidróxido de sodio el cual genero el mejor efecto.

El protocolo de fabricación (VARTM) se evaluó por medio de los ensayos de tensión y tenacidad de fractura del material compuesto. Se encontró comparado con otras investigaciones del mismo material, que si tiene influencia en las propiedades mecánicas del material.

Se observó un aumento de la resistencia ÚLTIMA de aproximadamente 170%, el módulo de elasticidad y la deformación ÚLTIMA, pero una tenacidad de fractura muy similar a los materiales compuestos elaborados mediante el protocolo hand lay – up.

Con el protocolo de fabricación también se logró una disminución de la variabilidad de los resultados entre las muestras, haciendo un material con propiedades más homogéneas en toda su extensión.

Otra característica mejorada con el protocolo de fabricación (VARTM) es la disminución de defectos como poros, irregularidades en la matriz, impurezas en comparación al protocolo hand lay – up, esto se debe a que se mejora la humectación de las fibras por medio de una distribución homogénea de las fibras y una presión constante sobre el material.

5.2 Recomendaciones

Con el desarrollo de este trabajo se ha mostrado que para futuras investigaciones es importante abordar los siguientes temas:

- Realizar tratamientos de compatibilidad a la fibra con el fin de mejorar la interfaz fibra/matriz.
- Testear la capacidad de humectación de las fibras por medio de un ensayo de mojabilidad.
- Evaluar el material compuesto por medio de pruebas de biodegradabilidad, con el fin de conocer las ventajas de las fibras de algodón como refuerzo de matrices poliméricas.
- Realizar pruebas con matrices biodegradables.
- Realizar la fabricación del material utilizando autoclaves con el fin de mejorar sus propiedades y garantizar la homogeneidad de sus propiedades.
- Realizar pruebas de flexión y dureza del material compuesto
- Determinar según los modos I, II y III la tenacidad de fractura interlaminar siguiendo las normas ASTM D 5528, MIL-HDBK17-1F sección 6.8.6.4.
- Realizar ensayos como “pull out”, “fragmentation”, “micro – droplet”, “micro – bundle”, con el fin de medir la adhesión para la interfaz fibra/matriz del material compuesto.

A. Anexo: Datos técnicos sistema epóxico

**SISTEMA EPOXICO
RESINA COLREPOX 6090A
ENDURECEDOR COLREPOX 1956 B**

Generalidades

Es un sistema epóxico formulado de baja viscosidad, alta resistencia mecánica, excelente compatibilidad con la fibra de vidrio y otros tipos de carga, baja contracción y alta estabilidad dimensional,

Aplicaciones

Relleno de moldes de embutición, cerámica, metalmecánica, fundición, fabricación de placas modelo, moldes, prototipos y herramientas

Características de la mezcla inicial

Tiempo de uso para 500 gr. de mezcla a 25 oC (minutos)	40 - 45 sin carga 70 - 90 con cuarzo (200) 1 a 1
Proporción de la mezcla:	100 ppp de Resina 6090 A 20 ppp de Endurecedor 1956 B
Desmoldear después de :	24 Horas
Resistencia a la compresión después de curado (p.s.i)	8.740 sin carga 8.508 con cuarzo (200) 1 a 1 7.925 con cuarzo (200) 1 a 2

Características de los componentes

	Resina 6090 A	Endurec. 1956 B
Apariencia (líquido)	Color claro pálido	Transparente
Color Gardner	Max. 2	
Viscosidad a 25 oC (mPas)	1250-1600 mPaS	200 - 500
Densidad a 20 oC (g/cm³)	1.1	0.94

**SISTEMA EPOXICO
RESINA COLREPOX 6090A
ENDURECEDOR COLREPOX 1956 B**

Propiedades

Por su viscosidad es fácil de aplicar con brocha, espátula o por colada. Cubre muy bien los bordes agudos.

Ofrece excelentes propiedades mecánicas como resistencia a la abrasión, dureza y bordes muy fuertes é igualmente un pot life largo.

Las mejores propiedades se logran a los siete (7) días después de curada la mezcla a temperatura ambiente

Proceso de la mezcla

Cuando aplique varias capas, se debe esperar que esté al tacto una capa para aplicar la siguiente.

Debe esperarse un tiempo mínimo de 24 horas a temperatura ambiente para desmoldear la pieza. Cuando no se cumple lo anterior, se pueden presentar modificaciones dimensionales en la pieza.

Indicaciones generales

Almacenamiento:

Tanto la resina como el Endurecedor deben ser almacenado en lugares secos a temperatura entre 18 °C y 25 °C en sus envases originales y bien sellados. Los envases parcialmente llenos deben ser usados lo antes posible ya que la humedad puede alterar el producto. La vida de almacenamiento en sus envases originales es de un año.

Precauciones de Manejo:

Las resinas epóxicas y sus endurecedores son productos químicos y por lo tanto deben seguirse las precauciones de manejo indicadas por el fabricante.

Precauciones de Seguridad:

Es corrosivo. Puede causar irritaciones severas en la piel y en los ojos. No haga contacto con los ojos, piel y la ropa. No inhale vapores Mantenga el recipiente bien cerrado cuando no lo esté usando o durante el transporte. Después de manejar el producto lávese muy bien.

**SISTEMA EPOXICO
RESINA COLREPOX 6090A
ENDURECEDOR COLREPOX 1956 B**

Primeros auxilios.

Si presenta contacto con:

Ojos: Lávese inmediatamente con agua por un tiempo no menor a 15 minutos. Acuda inmediatamente al médico.

Piel: Lávese inmediatamente y en forma abundante con agua y jabón.

Inhalación: Salga inmediatamente a un sitio donde haya aire fresco. Suministre oxígeno si hay dificultad para respirar.

Ingestión: Si la persona está conciente, suministre abundante agua. Acuda inmediatamente al médico.

Referencias

- [1] U. Riedel and J. Nickel, “Applications of Natural Fiber Composites for Constructive Parts in Aerospace, Automobiles, and Other Areas,” *Biopolym. Online*, vol. 272, no. 1, pp. 34–40, 2005.
- [2] N. M. Barkoula, B. Alcock, N. O. Cabrera, and T. Peijs, “Fatigue properties of highly oriented polypropylene tapes and all-polypropylene composites,” *Polym. Polym. Compos.*, vol. 16, no. 2, pp. 101–113, 2008.
- [3] M. Salvador, A. Nuez, O. Sahuquillo, R. Llorens, and F. Mart’\i, “Caracterización de fibras vegetales utilizadas como refuerzo en matrices termoplásticos,” pp. 1–4, 2008.
- [4] J. Li, Z. Song, D. Li, S. Shang, and Y. Guo, “Cotton cellulose nanofiber-reinforced high density polyethylene composites prepared with two different pretreatment methods,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 59, pp. 318–328, 2014.
- [5] T. Alomayri and I. M. Low, “Synthesis and characterization of mechanical properties in cotton fiber-reinforced geopolymer composites,” *J. Asian Ceram. Soc.*, vol. 1, no. 1, pp. 30–34, 2013.
- [6] M. Yuhazri, P. Phongsakorn, and H. Sihombing, “A Comparison Process Between Vacuum Infusion And Hand Lay up Method Toward Kenaf/Polyester Composites,” *Int. J. Basic & Appl.*, vol. 10, no. 33, pp. 63–66, 2010.
- [7] M. Estrada, “Extracción y caracterización mecánica de las fibras de bambú (*Guadua angustifolia*) para su uso potencial como refuerzo de materiales compuestos .,” 2010.
- [8] A. Cuéllar and I. Muñoz, “Fibra de guadua como refuerzo de matrices poliméricas,” 2010.
- [9] J. S. Gómez, “Diseño de un material compuesto con fibra natural para sustituít la utilización de la fibra de vidrio,” Universidad Nacional de Colombia, 2009.
- [10] Lady Joana and R. Sepúlveda, “Elaboración de un material biocompuesto a partir de la fibra de plátano Elaboración de un material biocompuesto a partir de la fibra de plátano Process for manufacturing of biocomposite material based on plantain fibers,” 2014.
- [11] M. P. Ansell, “Natural Fibre Composites,” *Nat. Fibre Compos.*, pp. 365–374, 2014.
- [12] S. V. Joshi, L. T. Drzal, a. K. Mohanty, and S. Arora, “Are natural fiber composites

- environmentally superior to glass fiber reinforced composites?," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 35, no. 3, pp. 371–376, 2004.
- [13] D. Askeland, *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. 1998.
- [14] M. Meyers and K. Chawla, *Mechanical behavior of materials*, 3rd ed. 2009.
- [15] D. Aleksendric and P. Carlone, *Soft Computing in the Design and Manufacturing of Composite Materials*. 2015.
- [16] D. F. Adams, "Engineering composite materials," *Composites*, vol. 18, no. 3, p. 261, 1987.
- [17] R. F. Gibson, "Principles of Composite Material Mechanics," *Isbn0070234515 9780070234512*, no. 205, p. xxvii, 579 , 1994.
- [18] A. Miravete, *Materiales compuesto I*, vol. 60, no. 298. REVERTE, 2007.
- [19] O. V Rudenko and M. J. Crocker, "Composite materials," vol. 0, no. Section 3, pp. 380–417, 2007.
- [20] Princeton, "Polymer Matrix Composites," *Adv. Mater. by Des.*, p. 73, 1988.
- [21] F. B. Alvarez, "Materiales Poliméricos y Compuestos," 2014. [Online]. Available: <http://www6.uniovi.es/usr/fblanco/presmpyc.htm>. [Accessed: 28-Mar-2016].
- [22] M. Singla and V. Chawla, "Mechanical Properties of Epoxy Resin – Fly Ash Composite," vol. 9, no. 3, pp. 199–210, 2010.
- [23] A. Crosky, N. Soatthiyanon, D. Ruys, S. Meatherall, and S. Potter, *Natural Fibre Composites*. Woodhead Publishing Limited, 2014.
- [24] Q. Guo, *Thermosets: Structure, Properties and Applications*. Elsevier Science, 2012.
- [25] L. Bilurbina and F. Liesa, "Materiales no metálicos resistentes a la corrosión." p. 37, 1990.
- [26] D. Hull, *Materiales compuestos*. España: Editorial Reverté S.A., 2003.
- [27] *Manufacturing Processes for Advanced Composites*. Elsevier, 2003.
- [28] F. C. Campbell, *Structural Composite Materials*. ASM International, 2010.
- [29] R. M. Jones, *Mechanics of composite materials*, 2nd ed. Blacksburg, 1998.
- [30] U. S. B. V.D. Shinde, "Review on natural fiber reinforcement polymer composites," vol. 3, no. 2, pp. 431–436, 2014.
- [31] O. Faruk, A. K. Bledzki, H. P. Fink, and M. Sain, "Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010," *Prog. Polym. Sci.*, vol. 37, no. 11, pp. 1552–1596, 2012.

-
- [32] G. Bogoeva-Gaceva, M. Avella, M. Malinconico, A. Buzarovska, A. Grozdanov, G. Gentile, and M. E. Errico, "Natural Fiber Eco-Composites," *Polym. Polym. Compos.*, p. 10, 2007.
- [33] D. Nabi Saheb and J. P. Jog, "Natural fiber polymer composites: A review," *Adv. Polym. Technol.*, vol. 18, no. 4, pp. 351–363, 1999.
- [34] R. M. Kozłowski and M. Mackiewicz-Talarczyk, *Handbook of Natural Fibres*. Woodhead Publishing Limited, 2012.
- [35] T. Tabet and F. Aziz, "Cellulose Microfibril Angle in Wood and Its Dynamic Mechanical Significance," *Cellul. - Fundam. Asp.*, pp. 113–142, 2013.
- [36] M. Dochia, C. Sirghie, R. M. Kozłowski, and Z. Roskwitalski, *Cotton fibres*. Woodhead Publishing Limited, 2012.
- [37] G. M. A. Ry and G. Model, "The use of cotton fibers as reinforcements in composites," 2015.
- [38] K. G. Satyanarayana, K. Sukumaran, P. S. Mukherjee, C. Pavithran, and S. G. K. Pillai, "Natural fibre-polymer composites," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 12, no. 2, pp. 117–136, 1990.
- [39] S. P. Hersh, N. Carolina, and H. F. Mark, *Cotton Fiber Chemistry and Technology*. 2006.
- [40] G. Cristaldi, A. Latteri, G. Recca, and G. Cicala, "Composites Based on Natural Fibre Fabrics," in *Woven Fabric Engineering*, P. D. Dubrovski, Ed. Sciyo, 2010, pp. 317–342.
- [41] H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakoop, and M. Trada, "A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 42, no. 4, pp. 856–873, 2011.
- [42] J. F. Shackelford, a Güemes, and N. M. Comas, "Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros," 2005.
- [43] J. Kim and Y. Mai, *Engineered interfaces in fiber reinforced composites*. 1998.
- [44] C. J. Spragg and L. T. Drzal, *Fiber, matrix and interface properties*. 1996.
- [45] J. J. Saheb Nabi, "Natural Fiber Polymer Composites : A Review," vol. 2329, no. July, pp. 351–363, 1999.
- [46] N. M. Barkoula and T. Peijs, "Interface engineering through matrix modification in

- natural fibre composites,” *Interface Eng. Nat. Fibre Compos. Maximum Perform.*, pp. 43–81, 2011.
- [47] D. Cho, H. Kim, and L. T. Drzal, “Surface Treatment and Characterization of Natural Fibers : Effects on the Properties of Biocomposites,” vol. 3, 2014.
- [48] M. J. John and R. D. Anandjiwala, “Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites,” *Polym. Compos.*, pp. 101–113, 2008.
- [49] L. Y. Mwaikambo and M. P. Ansell, “The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok for composite reinforcement,” pp. 1–16, 1999.
- [50] M. M. Kabir, H. Wang, K. T. Lau, and F. Cardona, “Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 43, no. 7, pp. 2883–2892, 2012.
- [51] M. a Mosiewicki, N. E. Marcovich, and M. I. Aranguren, “Chapter 4 - Characterization of fiber surface treatments in natural fiber composites by infrared and Raman spectroscopy,” *Interface Eng. Nat. Fibre Compos. Maximum Perform.*, pp. 117–145, 2011.
- [52] X. Li, L. G. Tabil, and S. Panigrahi, “Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review,” *J. Polym. Environ.*, vol. 15, pp. 25–33, 2007.
- [53] M. Y. Hashim, M. N. Roslan, A. M. Amin, A. Mujahid, and A. Zaidi, “Mercerization Treatment Parameter Effect on Natural Fiber Reinforced Polymer Matrix Composite : A Brief Review,” *World Acad. Sci. Eng. Technol.*, vol. 6, no. 8, pp. 1638–1644, 2012.
- [54] I. O. Oladele, J. a Omotoyinbo, and J. O. T. Adewara, “Investigating the Effect of Chemical Treatment on the Constituents and Tensile Properties of Sisal Fibre,” *J. Miner. Mater. Charact. Eng.*, vol. 9, no. 6, pp. 569–582, 2010.
- [55] A. Benyahia, A. Merrouche, M. Rokbi, and Z. Kouadri, “Study the effect of alkali treatment of natural fibers on the mechanical behavior of the composite unsaturated Polyester-fiber,” *Reinf. Plast.*, pp. 1–6, 2013.
- [56] C. Mejía Osorio, J. César, R. Baracaldo, O. Florez, J. Jairo, J. César Mejía Osorio, R. Rodríguez Baracaldo, and J. Jairo Olaya Florez, “The influence of alkali treatment on

- banana fibre's mechanical properties The influence of alkali treatment on banana fibre's mechanical properties Influencia del tratamiento alcalino sobre las propiedades mecánicas de la fibra de plátano," vol. 32, no. 1, pp. 83–87, 2012.
- [57] Department of Defense. United States of America., "Composite Materials Handbook; Volume 3: Polymer Matrix Composites," 2002.
- [58] J. Summersclaes and S. Grove, *Manufacturing methods for natural fibre composites*. Woodhead Publishing Limited, 2014.
- [59] A. M. T. Strategy, *WET LAY-UPS*, no. June. 2008.
- [60] S. V Hoa, *MANUFACTURING OF COMPOSITE MATERIALS*. Lancaster, Pennsylvania, 2009.
- [61] H. E. Conrad, "Tool and Manufacturing Engineers," *Science*, vol. 133, no. 3455. pp. 767–770, 1961.
- [62] W. K. Whitten, *Composites Composites*, vol. 32, no. 1. 1977.
- [63] W. System, "Vacuum Bagging Techniques," *Vac. Bagging Syst.*, vol. 1, no. 2, pp. 1–56, 2009.
- [64] X. Song, "Vacuum Assisted Resin Transfer Molding (VARTM): Vacuum Assisted Resin Transfer Molding (VARTM);," *Vacuum*, p. 161, 2003.
- [65] S. V Date, "Computational modeling of the," *Genome Res.*, no. May, pp. 542–549, 2006.
- [66] R. Bolick, "Composite fabrication via the VARTM process," *North*, 1854.
- [67] P. Garside and P. Wyeth, "Identification of cellulosic fibres by FTIR spectroscopy: Thread and single fibre analysis by attenuated total reflectance," pp. 1–15, 2003.
- [68] M. Fan, D. Dai, and B. Huang, "Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres," *Fourier Transform - Mater. Anal.*, pp. 45–68, 2012.
- [69] a. I. S. Brígida, V. M. a Calado, L. R. B. Gonçalves, and M. a Z. Coelho, "Effect of chemical treatments on properties of green coconut fiber," *Carbohydr. Polym.*, vol. 79, no. 4, pp. 832–838, 2010.
- [70] J. M. Hollas, "Modern Spectroscopy," 2004.
- [71] L. C. Espinoza, "Utilización de espectroscopia infrarroja FTIR para la detección de microorganismos," pp. 1–8, 2010.
- [72] U. de Granada, "Estructura de Macromoléculas," pp. 172–199.

- [73] W. F. Smith and J. Hashemi, *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales*. 2006.
- [74] ASTM D3039/D3039M – 14, “Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials,” 2015.
- [75] ASTM D4762 – 11a, “Standard Guide for Testing Polymer Matrix Composite Materials,” 2015.
- [76] T. L. Anderson, *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications, Third Edition*. 2005.
- [77] T. J. M.S. Sham Prasad, C.S. Venkatesha, “Experimental Methods of Determining Fracture Toughness of Fiber Reinforced Polymer Composites under Various Loading Conditions,” *J. Miner. Mater. Charact. Eng.*, vol. 10, no. 13, pp. 1263–1275, 2011.
- [78] ASTM E1922 – 04, “Standard Test Method for Translaminar Fracture Toughness of Laminated and Pultruded Polymer Matrix Composite Materials,” 2015.
- [79] R. El-Hajjar and R. Haj-Ali, “Mode-I fracture toughness testing of thick section FRP composites using the ESE(T) specimen,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 72, no. 4, pp. 631–643, 2005.
- [80] E. S. Greenhalgh, *Failure analysis an factography of polymer composite*. 2009.
- [81] E. S. Greenhalgh and M. J. Hiley, “Fractography of polymer composites: current status and future issues,” no. January, 2008.
- [82] U. N. A. Propuesta and P. El, “Una propuesta para el cálculo de la potencia en el anova,” vol. 27, no. 2, pp. 194–205, 2006.
- [83] M. Dirikolu, a Aktas, and B. Birgoren, “Statistical analysis of fracture strength of composite materials using Weibull distribution,” *Turk. J. Eng. Environ. Sci*, vol. 26, pp. 45–48, 2002.
- [84] D. Baojiang, J. Changqin, C. Ping, G. Jingmin, S. Anbo, and W. Xiong, “Study of Tensile Strength Distribution Based on Composite Materials for Aeronautical Engineering,” *Mod. Appl. Sci.*, vol. 6, no. 5, pp. 21–26, 2012.
- [85] D. Montgomery, “Diseño y análisis de experimentos,” *Limusa Wiley*. pp. 21–692, 2004.
- [86] P. Mathews, *Sample Size Calculations: Practical Methods for Engineers and Scientists*. Mathews Malnar and Bailey, 2010.

-
- [87] D. Collett, *Modelling Survival Data in Medical Research, Third Edition*. CRC Press, 2015.
- [88] N. L. Johnson, S. Kotz, and N. Balakrishnan, *Continuous univariate distributions, Volume 2*. Wiley & Sons, 1995.
- [89] L. G. Diana Jimenez, “Análisis estructural, selección de la configuración estructural y selección de materiales de la aeronave de propulsión humana SUE-SUA para la competencia internacional Kremer en la categoría maratón.” Universidad San Buenaventura, 2011.
- [90] E. F. Aguirre, “Caracterización a esfuerzo último y tenacidad de fractura translaminar de un material compuesto embebido en matriz epóxica reforzado con fibras de algodón,” UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA, 2013.
- [91] D. Romanzini, H. Luiz, O. Junior, S. Campos, and A. José, “Preparation and Characterization of Ramie-Glass Fiber Reinforced Polymer Matrix Hybrid Composites,” *Mat. Res.*, vol. 15, no. 3, pp. 415–420, 2012.
- [92] A. I. S. Brígida, V. M. A. Calado, L. R. B. Gonçalves, and M. A. Z. Coelho, “Effect of chemical treatments on properties of green coconut fiber,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 79, pp. 832–838, 2010.
- [93] romildo d. toledo filho 4 paulo r. l. lima 1 , rogerio j. santos 2 , saulo r. ferreira 3, “Characterization and treatment of sisal fiber residues for cement-based composite application,” *Int. J. Cem. Compos. Light. Concr.*, pp. 812–825, 2014.
- [94] I. Maria, D. Rosa, J. M. Kenny, M. Maniruzzaman, M. Monti, D. Puglia, C. Santulli, and F. Sarasini, “Effect of chemical treatments on the mechanical and thermal behaviour of okra (*Abelmoschus esculentus*) fibres,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 71, pp. 246–254, 2011.
- [95] T. P. Mohan and K. Kanny, “Chemical treatment of sisal fiber using alkali and clay method,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, pp. 1989–1998, 2012.
- [96] A. V.-G. P.J. Herrera-Franco, “A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 36, pp. 597–608, 2005.
- [97] N. Sgriccia, M. C. Hawley, and M. Misra, “Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 39, no. 10, pp. 1632–1637, 2008.

- [98] N. I. A. Razak, N. A. Ibrahim, N. Zainuddin, M. Rayung, and W. Z. Saad, “The influence of chemical surface modification of kenaf fiber using hydrogen peroxide on the mechanical properties of biodegradable kenaf fiber/poly(Lactic Acid) composites,” *Molecules*, vol. 19, no. 3, pp. 2957–2968, 2014.
- [99] G. B. Nam, J. W. Kim, J. M. Byeon, B. S. Kim, T. K. Kim, and J. I. Song, “Effect of Surface Treatment on Mechanical Behavior of Jute Fiber-Reinforced Polypropylene Composite,” pp. 1–5.
- [100] M. Fan, D. Dai, and B. Huang, “Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres,” *InTech*, 2012.
- [101] C. Materials and R. O. Vol, “Chemical Composition of Natural Fibers and its Influence on THEIR Mechanical Properties A. Komuraiah, *1 N. Shyam Kumar, 2 and B. Durga Prasad 1,” vol. 50, no. 3, pp. 359–376, 2014.
- [102] S. Ručevskis and J. Reichhold, “Effective elastic constants of fiber-reinforced polymer-matrix composites with the concept of interphase,” Jan. 2002.
- [103] A. F. Liu, *Mechanics and Mechanisms of Fracture : An Introduction*. 2005.
- [104] E. Achukwu, B. Dauda, and U. Ishiaku, “Effects of Fabric Pattern on the Mechanical Properties of Cotton Fabric/Unsaturated Polyester Composites,” *Br. J. Appl. Sci. Technol.*, vol. 11, no. 4, pp. 1–11, 2015.