IMPLEMENTACIÓN DE UNA METODOLOGÍA A NIVEL DE LABORATORIO PARA APLICACIÓN UNIFORME DE UN RECUBRIMIENTO TERMOPLÁSTICO SOBRE LA SUPERFICIE DE FIBRAS DE FIQUE

NATALIA CATAÑO CATAÑO

Trabajo de grado para optar por el título de Ingeniero Mecánico

Asesor Cesar Augusto Isaza Merino, PhD.

INSTITUCION UNIVERSITARIA PASCUAL BRAVO FACULTAD DE INGENIERÍA MEDELLIN 2023

IMPLEMENTACIÓN DE UNA METODOLOGÍA A NIVEL DE LABORATORIO PARA APLICACIÓN UNIFORME DE UN RECUBRIMIENTO TERMOPLÁSTICO SOBRE LA SUPERFICIE DE FIBRAS DE FIQUE

Resumen

Hoy en día, sectores industriales como el automotriz, aeronáutico, espacial e industrial, entre otros, realizan actividades que incluyen diseño, selección de materiales y fabricación de acuerdo a su actividad. Para la selección de los materiales para fabricar sus partes, estos sectores deben tener muy en cuenta su resistencia/peso, economía, calidad, y que sean amigables con el medio ambiente, ya que algunas fuentes de donde provienen algunos materiales no lo son. Una alternativa atractiva se encuentra en los materiales compuestos ya que pueden brincar muchas de estas características.

Los materiales compuestos están conformados por al menos dos constituyentes principales, denominados como matriz y refuerzo, la primera de ellas corresponde a la fase continua y la segunda, a la fase dispersa. Aunque existen diferentes posibilidades para seleccionar el tipo de matriz y el tipo de refuerzo, para este trabajo se planteó el uso de una matriz polimérica y fibras naturales de fique como refuerzo.

Una de las características más importantes para que el material compuesto tenga un buen comportamiento es que haya una buena adherencia o compatibilidad entre el refuerzo y la matriz, dado que al unirlas se forma una interfase y, si esta es débil, el material compuesto no tendrá las propiedades adecuadas, puesto que la matriz no podrá transferir las cargas al refuerzo de manera satisfactoria. Una de abordar o mejora la adherencia entre la fibra y la matriz es recurrir la fibra y, así asegurar una buena adherencia con la matriz, especialmente cuando se tratan de fibras naturales, ya que estas han presentado dificultades para adherirse a matrices poliméricas; algunos de los métodos usados para su recubrimiento son la técnica de inmersión, rodillos y aspersión.

De acuerdo con lo mencionado, en este trabajo se muestra como un experimento a nivel de laboratorio de un recubrimiento termoplástico sobre fibra de fique, por medio de la técnica de inmersión. Para esto, se hizo una amplia revisión bibliográfica y se presentó el paso a paso de la implementación de la metodología de recubrimiento, los resultados obtenidos y así mismo conclusiones y trabajos futuros.

Palabras clave: Fibras naturales, fique, técnica de inmersión, termoplásticos, materiales compuestos.

Abstract

Today, industrial sectors such as automotive, aeronautical, space, industrial, among others, carry out activities that include design, selection of materials and manufacturing according to what each area handles. When selecting the material to manufacture their parts, these sectors must take into account qualities such as the strength/weight factor, economy, quality, and that they are friendly to the environment, since some sources where some materials come from are not. An attractive alternative is in composite materials, because they have the ability to provide the above compared to traditional materials.

Composite materials are made up of at least two main constituents, called matrix and reinforcement, the first of them corresponds to the continuous phase and the second, to the dispersed phase. Although there are different possibilities to select the type of matrix and the type of reinforcement, it was proposed for the development of this work, the use of a thermoplastic matrix and natural fibers of fique as reinforcement. This selection was influenced by the recyclability characteristic of thermoplastic matrices, as well as the attractive characteristics of natural fibers as reinforcement in composite materials.

When forming a composite material, it is essential that there is a good adhesion or compatibility between the reinforcement and the matrix, since when joining them, an interface is formed and, if this is weak, the composite material will be equally weak, since the matrix will not be able to transfer the loads to the reinforcement in a satisfactory way. There are different methods to use the fiber and thus ensure good adhesion with the matrix, especially when it comes to natural fibers, since these have presented difficulties to adhere to it; Some of the methods used are the immersion technique, rollers, and spraying.

In accordance with the above, this paper shows how, through an experiment at the laboratory level, a thermoplastic coating was carried out on fique fiber, by means of the immersion technique, an extensive bibliographic review was made, and the step by step of the implementation of the coating methodology was presented, the results obtained and likewise conclusions and future work. Keywords: Natural fibers, fique, immersion technique, thermoplastics, composite materials.

Keywords: Natural fibers, fique, immersion technique, thermoplastics, composite materials.

TABLA DE COTENIDO

1.	Introdu	ıcción	8
	Foco de l	a investigación	11
	Objetiv	vo General:	11
	Objetiv	vos específicos:	11
2.	Revisió	n bibliográfica	12
	2.1. Ma	teriales compuestos de matriz polimérica	12
	2.1.1.	Polímero termoplástico	12
	2.1.2.	Polímero termoestable	13
	2.1.3.	Refuerzos	14
	2.2. Mé	todos para aplicar recubrimiento en fibras	21
	2.2.1.	Técnica de inmersión (Dip - Coating)	21
	2.2.2.	Técnica de rodillos	22
	2.2.3.	Técnica de aspersión	23
3.	Metodo	logía experimental	24
	3.1. Té	cnica seleccionada para el recubrimiento de la fibra	24
	3.1.1.	Consideraciones para diseñar sistema de recubrimiento	24
	3.1.2. recubr	Materiales e implementos utilizados para la fabricación del sistema de imiento	
	3.1.3.	Preparación de la fibra	27
	3.1.4.	Polímero termoplástico implementado para el recubrimiento	28
		ocedimiento para realizar experimento a nivel de laboratorio para aplicimiento termoplástico sobre la superficie de fique	
	3.3. Ca	racterización del espesor del recubrimiento y caracterización mecánica	ı31
	3.3.1.	Validación y efectividad del sistema	31
	3.3.2.	Descripción prueba de microdroplet para la resistencia interfacial	31
	3.3.3. polimé	Cálculo de la resistencia interfacial (Fibra recubierta y matriz rica)	33
4.	_	dos	
	4.1. Dis	seño del sistema para recubrimiento	35
		bricación y montaje de sistema de recubrimiento de fibra por inmersión	
		oceso de inmersión de las fibras recubiertas con el polímero termoplást	
	Primer	a prueba	37
	Segund	la prueba	38

Preparación y análisis de fibras para prueba de resistencia interfacial micro				
		40		
	4.4. Resultados del Análisis experimental de la prueba de microdroplet	42		
5.	. Conclusiones	45		
6.	. Bibliografía	46		
7.	. Anexos	48		

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Componentes de un material compuesto: Fuente [4]	10
Figura 2. Configuración básica de un material compuesto. Fuente [4]	12
Figura 3. Estructura polímero termoplástico (Polipropileno). Fuente [8]	13
Figura 4. Estructura polímero termoestable (concreto fenol-formaldehido). Fuente[8]	14
Figura 5. Tipos de refuerzo. Fuente [4]	14
Figura 6. Diferentes fibras naturales (círculos) usadas en compuestos: (a) fibra de coco, (b) fibra	de
linaza, (c) fibra de bambú[10].	
Figura 7. Tipos de fibras naturales de acuerdo con su origen. Fuente [11]	
Figura 8. Distribución esquemática de las tres fases de una fibra natural cilíndrica [12]	16
Figura 9. Resistencia al cortante interfacial (fibra sintética – resina termoestable) vs espesor de	
recubrimiento. Fuente [17]	19
Figura 10. Zona interfacial del material compuestos en la zona de la falla. Fuente [19]	20
Figura 11. Procedimiento de fabricación de un biocompuesto de lino (flax). Fuente: [21]	21
Figura 12. Técnica de inmersión: tomado y adaptado de [23].	22
Figura 13. Técnica de rodillos. Fuente: tomada y adaptado de [24]	
Figura 14. Técnica de aspersión. Fuente: tomado y adaptado de [26]	23
Figura 15. Madera contrachapada como soporte de sistema. Fuente: propia	25
Figura 16. a) Recipiente para solución, b) Ángulos y guías para la fibra y c) Remaches. Fuente:	
propia	25
Figura 17. Boquilla 0.4 mm. Fuente: propia.	
Figura 18. Motor reductor. Fuente: [27].	26
Figura 19. Control de velocidad. Fuente: propia	27
Figura 20. a) fibra de fique, b) horno para el secado de las fibras. Fuente: propia	27
Figura 21. Desecador y recipiente para almacenamiento de pruebas. Fuente: propia	28
Figura 22. Alcohol polivinílico. Fuente: propia.	29
Figura 23. Propiedades y características del Ultracryl. Fuente: [29].	29
Figura 24. Diagrama de flujo del proceso. Fuente: propia	30
Figura 25. Microscopio óptico Nikon eclipse lv100. Fuente. Propia	31
Figura 26. Pruebas micromecánicas de microdroplet. Fuente: tomado y adaptado de [30]	32
Figura 27. Prueba de microdroplet. Fuente: Elaboración propia	33
Figura 28. Módulo de inmersión. Fuente: propia	35
Figura 29. Diseño de sistema para realizar la técnica de inmersión. Fuente: propia	36
Figura 30. Método implementado para aplicar recubrimiento. Fuente: propia	36
Figura 31. Primera prueba en microscopio óptico con Ultracryl. Fuente: propia	37
Figura 32. Primera prueba en microscopio óptico con PVA. Fuente: propia	38
Figura 33. Posición del sistema en vertical para aplicar recubrimiento. Fuente: propia	39
Figura 34. Almacenamiento de Fibra de fique recubiertas. Fuente: propia	39
Figura 35. Fabricación de probetas para pruebas microdroplet. a) sujeción con gancho y b) resina	a
para generación de la gota. Fuente: propia	40
Figura 36. a) longitud embebida 1049.1 um. b) Medida transversal. Fuente: propia	41
Figura 37. Probetas para pruebas de microdroplet. Fuente: propia	41
Figura 38. a) equipo Texturómetro. b) montaje de probeta en el equipo. Fuente: propia	42
Figura 39. resultados resistencia al cortante interfacial vs tipo de fibra en resina poliéster	43

Figura 40. Comparación de resistencia al cortante interfacial de fibra de fique con poliéster	vs otro
tipo de resina	44
Figura 41. Perfil para estructura	48
Figura 42. Guías con ranuras para el paso de la fibra	49
Figura 43. Bujes	50
Figura 44. Estructura para aplicar técnica de inmersión	51
Figura 45. Soporte de sistema de recubrimiento	51
LISTA DE TABLAS	
Tabla 1. Aditivos para polímeros de acuerdo con su función. Fuente [1]	8
Tabla 2. Propiedades de algunas fibras naturales. Fuente [5]	15
Tabla 3. Fibras naturales con algunas propiedades mecánicas. Fuente [13]	17
Tabla 4. Propiedades de la fibra de fique. Fuente [13]	

1. Introducción

Los materiales compuestos han sido clave en el desarrollo de tecnologías relacionadas con el transporte y su creciente desarrollo en aplicaciones donde se requieran características combinadas de resistencia y bajo peso. Estos se caracterizan por combinar dos o más materiales cuya estructura química, características físicas y mecánicas son diferentes, con el objetivo de que las propiedades resultantes y, por ende, el desempeño, sean mejores que cuando actúan de manera independiente. Entre las características más destacables de estas mezclas se encuentran su alta resistencia, rigidez y bajo peso, cualidades que los hacen atractivos en comparación con los materiales tradicionales. Los materiales compuestos requieren al menos dos constituyentes básicos para su formación, los cuales son usualmente denominados como matriz (fase continua) y refuerzo (fase dispersa), a estos, se les pueden agregar aditivos como componentes minoritarios (pequeñas fracciones) para mejorar una propiedad en específico [1], los cuales se usan para modificar propiedades específicas del material compuesto sin afectar su estructura molecular, por ende, se emplean de acuerdo con su función y no a su estructura química, en la Tabla 1 se observan algunos aditivos con su respectiva función.

Tabla 1. Aditivos para polímeros de acuerdo con su función. Fuente [1]

Función del aditivo	Tipo de aditivo	
Aditivos que facilitan el procesado	Estabilizantes	
	Lubricantes	
Aditivos que modifican las	Plastificantes	
propiedades mecánicas	Cargas reforzantes	
	Modificadores de impacto	
Aditivos que disminuyen costes de	Cargas	
las formulaciones	Diluyentes y extendedores	
Modificadores de propiedades	Agentes antiestáticos	
superficiales	Aditivos antideslizamiento	
	Aditivos antidesgaste	
	Promotores de adhesión	
Modificadores de propiedades	Pigmentos y colorantes	
ópticas	Agentes de nucleación	
Aditivos contra el envejecimiento	Estabilizantes contra luz UV	
	Fungicidas	
Otros	Agentes espumantes	
	Retardantes de llama	

Un material compuesto se puede clasificar de acuerdo con el tipo de matriz como: matriz metálica, cerámica o polimérica; siendo de interés en este trabajo la matriz polimérica, cuya matriz polimérica está a su vez clasificada en termoestables y termoplásticas. En el grupo de las matrices poliméricas termoestables se encuentran entre otras, la resina poliéster, viniléster y epóxica. Por su estructura química entrecruzada no permite ser ablandada y moldeada por

medio de calor, como los termoplásticos, que, por su estructura química lineal, a medida que experimentan un aumento en su temperatura por encima de la temperatura de fusión, se funden, permitiendo moldearlos a necesidad, y posteriormente, polimerizar al enfriarse. Dentro del grupo de matrices termoplásticas se encuentran el policarbonato, cloruro de polivinilo, polipropileno, polietileno y poliestireno, entre otros. Adicionalmente, los materiales compuestos se pueden distinguir de acuerdo a la geometría del refuerzo, para las cuales se distinguen las siguientes: fibras (continuas y discontinuas), partículas y hojuelas. La geometría de refuerzo más usado a nivel industrial son las fibras, tanto continuas como discontinuas.

En la actualidad los materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con fibras naturales (NFRP) están ganando importancia debido al menor costo de fabricación (a nivel de materias primas) y los efectos favorables sobre el medio ambiente, ya que son renovables, biodegradables y pueden sustituir materias primas que son derivados del petróleo; sin embargo, los problemas de procesamiento de estos materiales siguen siendo un reto, debido a diferentes inconvenientes, como la variación en las propiedades de las fibras, problemas relacionados con la característica hidrófila de la fibra (capacidad de atraer o absorber humedad), y la matriz polimérica que suele ser hidrófoba (repele o rechaza la humedad de su superficie), características que resultan en una limitada adherencia entre los componentes, que se evidencia cualitativamente como un vacío en la interfaz. Este vacío tiene repercusiones importantes en el desempeño del material, debido que la matriz no logra cumplir adecuadamente la función de transferir las cargas al refuerzo [2].

Una vez que se une la matriz con el refuerzo, se genera un contacto entre estas, el cual recibe el nombre de interfaz, dando lugar a las interacciones físico, químico y mecánicas entre los constituyentes, como puede verse en la *Figura 1*. Las propiedades de la interfaz dependen de la adherencia entre la fibra y la matriz y tendrán un efecto sobre las propiedades del compuesto a nivel volumétrico y una de las desventaja que tienen las fibras naturales, de las cuales se hablará más adelante, es la alta humedad que manejan en su superficie, esto afecta las propiedades mecánicas y también resulta en la perdida de estabilidad dimensional y conduce a una biodegradación, esto puede hacer que la fibra no sea apta para usarse en los materiales compuestos de matriz polimérica por la inadecuada adherencia en la interfaz [3].

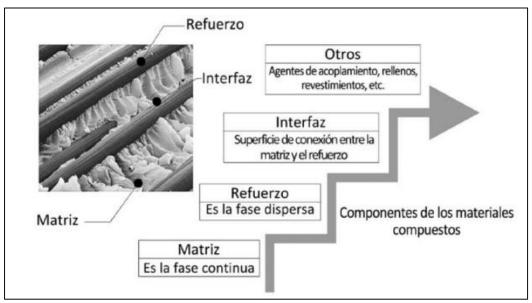


Figura 1. Componentes de un material compuesto: Fuente [4]

Para lograr una mejor adherencia entre la matriz y las fibras naturales, se ha implementado métodos como el modificar las propiedades fisicoquímicas de las fibras y la matriz. Por ejemplo, para aplicaciones industriales se emplea la modificación de las fibras a través de procesos químicos (sumergir la fibra en diferentes soluciones alcalinas, acetilación y benzoilación, entre otras) por medio de la técnica de inmersión o Dip-Coating, la cual fue seleccionada para aplicar el recubrimiento a la superficie de fique, siendo esta la más usada y conocida, no solo por su economía en cuanto a materiales sino por su funcionamiento, también hay otros métodos que se han usado para recubrir la fibra como la técnica de aspersión y sistema de rodillos, todo esto, con el fin de mejorar su cualidad hidrófoba y tener una mejor adherencia con la matriz. Por otro lado, están también los procesos físicos para modificar la fibra, estos consisten en tratar principalmente las propiedades de su superficie con el fin de incrementar la adherencia mecánica con la matriz y dar solución a los problemas que sean mencionado anteriormente, adicionalmente, se ha encontrado que los ciclos térmicos también afectan sus propiedades [5].

Por lo anterior, este proyecto busca la implementación de una metodología para la aplicación de un recubrimiento termoplástico sobre la superficie de fibras naturales de fique que promueva una buena adherencia entre la matriz polimérica y la fibra natural, logrando así aumentar algunas de las propiedades mecánicas del material compuesto y potenciar sus aplicaciones en ingeniería.

Foco de la investigación

Objetivo General:

Implementar una metodología para una aplicación estandarizada de un recubrimiento termoplástico sobre la superficie de fibras de fique.

Objetivos específicos:

- ✓ Seleccionar la metodología de aplicación a nivel de laboratorio, para el recubrimiento de superficie de fibras de fique basado en el estado del arte de la técnica.
- ✓ Evaluar a través de un diseño de experimentos las variables que afectan el proceso de aplicación del recubrimiento.
- ✓ Validar a través de pull-out y/o microdroplet la efectividad y estandarización del recubrimiento aplicado sobre la superficie de la fibra de fique evaluada con una matriz de polipropileno

El cumplimiento de los objetivos propuestos se basa en una revisión bibliográfica, pruebas experimentales, resultados y conclusiones.

2. Revisión bibliográfica

2.1. Materiales compuestos de matriz polimérica

Los compuestos de matriz polimérica se clasifican en termoestables y termoplásticos. En el grupo de las matrices poliméricas termoestables se encuentran, entre otras, la resina poliéster, viniléster y, epóxica, por otro lado, dentro de las matrices termoplásticas se encuentran el policarbonato, cloruro de polivinilo, polipropileno, polietileno y poliestireno, entre otros. En la *Figura* 2 se muestra esquemáticamente los constituyentes de un material compuesto.

Dentro de las funciones de la matriz se encuentran:

- ✓ Transferir la carga recibida al refuerzo
- ✓ Evitar la propagación de grietas
- ✓ Proteger al refuerzo del ambiente.

Dentro de las funciones del refuerzo se encuentran:

- ✓ Mejorar propiedades, como resistencia, rigidez, entre otros, generando alta compatibilidad entre el refuerzo y la matriz [6].
- ✓ Definir la estructura del material compuesto.

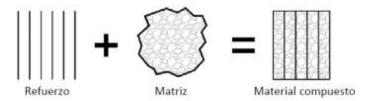


Figura 2. Configuración básica de un material compuesto. Fuente [4]

2.1.1. Polímero termoplástico

De acuerdo con su estructura molecular pueden ser lineales (ver *Figura 3*) y sus enlaces intermoleculares se rompen y separan con facilidad debido al enlace secundario que los conforma, por esto, cuando este tipo de polímero alcanza su temperatura de transición vítrea (Tg) se ablanda permitiendo moldearlos a necesidad y, cuando alcanza su temperatura de fusión (Tm), se funden obteniendo un estado líquido, y finalmente. al enfriarlos se vuelven duro, permitiendo que se realice nuevamente el proceso, lo que lo lleva a tener una vida útil prolongada gracias a su facilidad para reciclarse contribuyendo a disminuir el efecto ambiental negativo que conlleva una inadecuada disposición de estos materiales al final de su vida útil.

Dentro de las propiedades que tienen los polímeros termoplásticos, se pueden encontrar: alta resistencia, baja densidad y buen aislante térmico, y debido a su reciclabilidad, aproximadamente el 86% de los plásticos consumidos son termoplásticos, utilizados como embalaje o fibras textiles y en uso doméstico y técnico [7] [8], cuyos termoplásticos más usados son: polietileno (PE), polivinilo de cloro (PVC), polipropileno (PP), tereftalato de polietileno (PET), poliestireno (PS), entre otros [9].

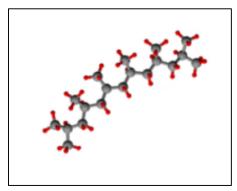


Figura 3. Estructura polímero termoplástico (Polipropileno). Fuente [8].

2.1.2. Polímero termoestable

A comparación de los polímeros termoplásticos, por lo general la estructura de los termoestables (ver *Figura 4*) hace que sean polímeros resistentes y estables cuando se calientan, por lo que no se funden ni ablandan, esto genera que su uso sea limitado ya que no pueden moldearse o reciclarse, cuyo comportamiento es debido al enlace covalente entre las cadenas poliméricas lo que genera un impacto negativo sobre el medio ambiente. Un estudio realizado por la Universidad de Valencia en el año 2022, los polímeros termoestables ocupan aproximadamente el 9% de la producción mundial de plásticos. Sin embargo, a pesar de si impacto negativo, los polímeros termoestables tienen muy buenas propiedades mecánicas y térmicas, por ejemplo, la resina epóxica, aparte de las cualidades mencionadas, presentan una buena adherencia con algunas fibras sintéticas, generando que sea útil para fabricación de piezas en material compuesto del sector automotriz, aeroespacial y espacial, entre otros, también, dentro de los polímeros de matriz termoestable, se pueden encontrar el poliéster y viniléster [8][7].

Sin embargo, aunque el panorama de los polímeros termoestables ha sido complejo, entre otras cosas y por lo mencionado anteriormente, es algo que promete cambiar, pues desde hace unos años se ha venido haciendo estudios sobre cómo dar solución a estos inconvenientes que presentan, un ejemplo, son los termo endurecibles (cuando son sometidos a ciertas temperaturas se ablandan y pueden moldearse, pero luego de enfriarse no puede repetirse el proceso) [7] Otras investigaciones se han encontrado a los polihexahidrotriazinas o PHT, es decir, a través de químicos pueden separar las cadenas de las que está compuesta su estructura, permitiendo su reutilización [7].

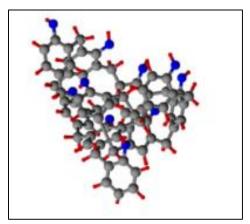


Figura 4. Estructura polímero termoestable (concreto fenol-formaldehido). Fuente [8] .

2.1.3. Refuerzos

Como se mencionó anteriormente, un material compuesto requiere de una matriz y de un refuerzo, cuyo refuerzo está encargado de aumentar la rigidez, mejorar resistencia y definir la estructura del material compuesto y se encuentran en forma de hojuelas, fibras (continuas o discontinuas) y partículas, como se muestra en la *Figura 5*. Dentro de las fibras como refuerzo se encuentran las fibras sintéticas (derivados del petróleo), en este grupo se encuentran las fibras de carbono, vidrio y aramida, entre otros adicionalmente y, por otro lado, están las fibras naturales (de origen animal o vegetal), dentro de este grupo se pueden encontrar el yute, fique, sisal, lino, etc.

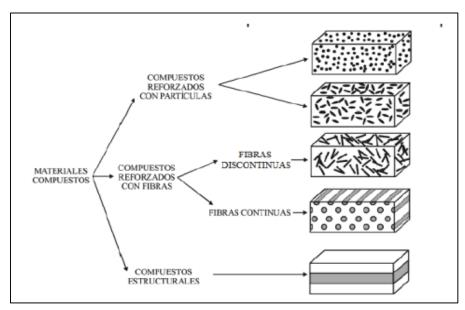


Figura 5. Tipos de refuerzo. Fuente [4].

Fibras naturales

Las fibras naturales son estructuras complejas y filamentosas, por sus características físicas, químicas y mecánicas (ver *Tabla 2*), tienen aplicaciones muy diversas y su procedencia puede ser de origen vegetal o animal. Las fibras naturales tienen origen vegetal, provenientes del tallo, hoja, semilla, fruta, caña y madera, y de estas nace el lino, palma, algodón, plátano y bambú, entre otras, ver *Figura 6*. También están las de origen animal, como la seda y la lana, como se puede ver en el diagrama de la *Figura 7*. Las fibras naturales de origen vegetal son las más usadas dentro de las fibras naturales, al ser renovables, biodegradables, tener buenas cualidades mecánicas como la baja densidad, bajo peso específico, alta resistencia y rigidez y, se suelen obtener por procesos más sencillos y económicos que las fibras sintéticas, característica que las hace más llamativas y económicas [2].

Tabla 2. Propiedades de algunas fibras naturales. Fuente [5]

Fibra	Resistencia a la tensión (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)	Elongación en la falla (%)	Densidad (g/cm^3)
Algodón	287-800	5,5-12,6	8 %	34
Coco	175	4,6	3,0	1,2
Bambú	140-230	11-17	-	0,6-1,1
Fique	43-571	8,2-9,1	9,8	0,72
Lino	345-1100	27,6	2,7-3,2	1,5
Guadua angustifolia	350 ± 50	26.1 ± 9.2	$1{,}7\pm0{,}5$	$1,\!4\pm0,\!2$

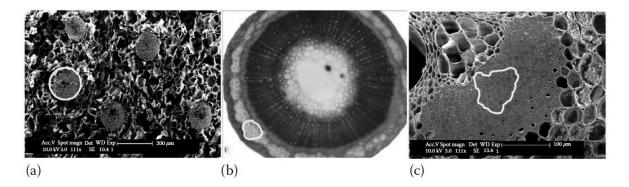


Figura 6. Diferentes fibras naturales (círculos) usadas en compuestos: (a) fibra de coco, (b) fibra de linaza, (c) fibra de bambú[10].

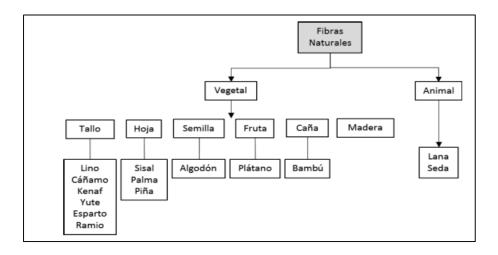


Figura 7. Tipos de fibras naturales de acuerdo con su origen. Fuente [11].

Las fibras naturales están constituidas principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina como se puede ver en la *Figura 8*. La celulosa es la encargada de darle resistencia y estabilidad a las paredes celulares de la hoja; por su parte la hemicelulosa es la encargada de la absorción de la humedad, degradación térmica y biodegradación, la primera ocurre entre los 220 y 315 °C, por lo que presentan menor resistencia en comparación con las celulosas, es decir, se degrada a menores temperaturas, y finalmente, la lignina, es térmicamente estable y su descomposición ocurre entre los 165 y 900 [3].

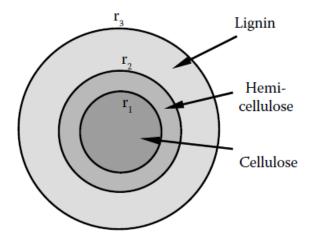


Figura 8. Distribución esquemática de las tres fases de una fibra natural cilíndrica [12].

El fique es una fibra natural de origen vegetal proveniente de sur América, específicamente Colombia, puede soportar temperaturas de aproximadamente 220 °C sin degradarse, es renovable, tiene alta flexibilidad, es un buen aislante térmico, biodegradable, económico, su densidad es baja comparada con otras fibras, como se muestra en la *Tabla 3*, lo que la hace atractiva e idónea para emplearse como refuerzo, en la *Tabla 4* se pueden observar algunas características relevantes para la fibra de fique. Sin embargo, aunque diferentes investigadores han resaltado las atractivas características de este tipo de fibras como refuerzo,

se debe considerar que una de las principales desventajas es su característica hidrófila, la cual tiene incidencia en su alta absorción de humedad, la cual es de aproximadamente 60%, lo que hace que sea difícil su adherencia con la matriz, ya que esta tiende a ser hidrófoba [13].

Tabla 3. Fibras naturales con algunas propiedades mecánicas. Fuente [13].

Fiber	Tensile strength (MPa)	Young's modulus (GPa)	Elongation at break (%)	Density [g/cm3]
Fique	43-571	8.2-9.1	9.8	0.793
Abaca	400	12	3-10	1.5
Areca	147-322	_	10.2-13.15	0.7-0.8
Bagasse	290	17	1.1	1.25
Bamboo	140-230	11–17	1.40	0.6-1.1
Banana	529-914	8.20	3	1.35
Coir	108-252	4–6	15-40	1.2
Flax	345-1035	27.6	2.7-3.2	1.5
Hemp	690	70	1.6	1.48
Jute	393-773	26.5	1.5-1.8	1.3
Kenaf	930	53	1.6	1.4
Sisal	511-635	9.4-22	2.0-2.5	1.5
Oil palm	248	3.2	25	0.7-1.55
Pineapple	400-627	1.44	14.5	0.8-1.6
Curaua	500-1150	11.8	3.7-4.3	1.4

Tabla 4. Propiedades de la fibra de fique. Fuente [13].

Propiedad	Valor
Diámetro equivalente (mm)	0,16-0,32
Densidad (kg/m3)	723
La gravedad especifica	1.47
Absorción de agua %	60
H2O %	12
Celulosa %	70
Lignina %	10.1
Resistencia a la tracción (MPa)	43-571
Módulo de elasticidad (GPa)	8.2-9.1
Elongación máxima (%)	9.8

Intercara entre la matriz y el refuerzo

Existen tres tipos de interacciones principales en la intercara: interacciones fisicoquímicas, relacionadas a la mojabilidad y compatibilidad de la fibra con la matriz, además de la adhesión física (fuerzas de Van Der Waals e interacciones acido-base); enlaces químicos covalentes; y enclavamiento debido a la superficie rugosa de las fibras [10]. Adicionales a estas también existen otras interacciones como enlazamiento molecular e interdifusión, entre otras [14].

Un término importante a la hora de evaluar la intercara en materiales compuestos es la longitud critica (l_e), la cual se refiere a la longitud mínima de fibra que debe estar embebida y adherida a la matriz para que la carga de la matriz pueda ser transferida a la fibra, esta longitud mínima generalmente puede ser determinada mediante pruebas como pull-out y fragmentación [15].

Para evaluar la mojabilidad se utiliza una prueba denominada ángulo de contacto, en la que se determina el ángulo formado entre la superficie de un sólido y una gota líquida. Con esta información es posible determinar el ángulo de contacto que da cuenta de qué tanto moja el líquido al sólido. Adicionalmente, con algunos datos acerca de la muestra es posible determinar la energía de superficie y los demás parámetros de mojabilidad (trabajo de adhesión, energía interfacial, coeficiente de dispersión, y tensión de mojado); para esto se utiliza la ecuación de Dupré ($W_a = \gamma_S + \gamma_L - \gamma_{SL}$), donde W_a es el trabajo de adhesión termodinámico del líquido al sólido, γ_S es la energía de superficie del sólido, γ_L es la energía de superficie del sólido, γ_L es la energía de superficie del líquido y γ_{SL} es la energía interfacial; aquí, W_a representa en enlace químico resultante de las fuerzas de dispersión intermoleculares e interacciones polares [10].

Recubrimientos en fibras como refuerzo en matrices poliméricas

Para aumentar la adhesión de las fibras con respecto a la matriz en un material compuesto, existen tratamiento superficiales y aplicación de recubrimientos sobre las fibras. De manera preliminar a los diferentes tipos de recubrimiento que se distinguen en el campo de los materiales compuestos, la *Figura 9* muestra una curva de espesor de recubrimiento vs resistencia al cortante interfacial entre una fibra sintética y una matriz termoestable, la cual da cuenta de la influencia que tiene el espesor del recubrimiento al evaluar la adherencia del sistema. De manera similar, Vargas [16], reportó una tendencia semejante cuando evaluó el espesor del recubrimiento de una fibra de fique embebida en una matriz de resina de poliéster, considerando que el recubrimiento en este caso presentó espesores de un orden de magnitud superior a los presentados en la *Figura 9*.

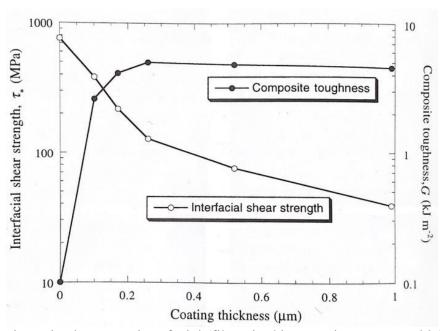


Figura 9. Resistencia al cortante interfacial (fibra sintética – resina termoestable) vs espesor de recubrimiento. Fuente [17].

Recientemente, Sahu y Gupta [18], aplicaron un recubrimiento de ácido poliláctico (PLA) diluido sobre la superficie de fibras de sisal para la manufactura de materiales compuestos. Este procedimiento fue realizado de forma manual sumergiendo la fibra en la solución y luego se dejó secar antes de ser usada como refuerzo en una matriz epóxica. La caracterización mecánica reportó un incremento en la resistencia máxima de 35 y 27% en comparación con el compuesto reforzado con fibras sin recubrir y sólo matriz, respectivamente. El módulo en Young y la deformación a la falla también aumentaron, mientras la resistencia al impacto disminuyó. Cualitativamente estudiaron la adhesión interfacial a través de micrografías de SEM, las cuales evidenciaron una mejor adhesión entre las fibras recubiertas y la matriz epóxica; sin embargo, no hay un estudio del espesor de recubrimiento y cualitativamente no se observan cambios morfológicos importantes asociados. Por lo anterior, los autores concluyeron que probablemente la baja viscosidad del PLA diluido replica exactamente la morfología de la fibra y promueve la adhesión con la matriz polimérica.

Can Hu et al. [19] modificaron a través de alcalinización fibras de sisal y luego las recubrieron con alcohol polivinílico (PVA) utilizando una solución al 5% en peso. Después de diluir completamente el PVA, las fibras fueron inmersas en la solución durante 30 min mientras que el beaker se encontraba en un baño ultrasónico. Para terminar el proceso, las fibras recubiertas se secaron a 80°C durante 12 h. Para la fabricaron del material compuesto se usó una matriz de polietileno de alta densidad y una extrusora doble husillo para realizar la mezcla con las fibras de sisal recubiertas con una longitud de 6 mm y obtener pellets de material compuesto. Finalmente, las muestras fueron inyectadas para obtener las probetas usadas en la evaluación mecánica. Los resultados obtenidos en las pruebas de tensión y flexión demostraron que el uso de fibras recubiertas como refuerzo en la matriz polimérica aumentó la resistencia máxima un 23% para ambas pruebas, esto en comparación con el uso de fibras sin recubrimiento. Adicionalmente, de forma cualitativa se determinó que las fibras

recubiertas generaron una mejor adhesión con la matriz polimérica al evidenciar pocos vacíos entre la fibra y la matriz (*Figura 10*), característico de una baja adhesión entre los constituyentes [19].

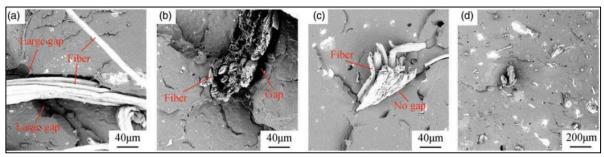


Figura 10. Zona interfacial del material compuestos en la zona de la falla. Fuente [19].

Según Liu y Tisserat [20], las altas propiedades específicas que tienen las fibras naturales son afectadas negativamente por su gran capacidad de absorción de agua y, por consiguiente, los compuestos fabricados con ellas también tienen esta característica. Estos autores propusieron recubrir fibras de lino con aceite de soya epoxidado, acrilado y polimerizable con luz ultravioleta. El procedimiento resultó en materiales compuestos que absorben menor cantidad de agua en comparación con los materiales compuestos sin el recubrimiento propuesto.

Otra alternativa similar que puede ser reportada en este apartado es el recubrimiento de textiles para ser usados como refuerzo en matrices poliméricas; sin embargo, es un tema que tiene pocas publicaciones asociadas. Vellguth et al. [21] modificó tejidos manufacturados con fibras de lino para ser usados como refuerzo en una matriz de poliamida. Una de las modificaciones propuestas consistió en recubrir los tejidos con una resina epóxica bio-basada a través de la impregnación por medio de rodillos en ambos lados del tejido. La *Figura 11* presenta de izquierda a derecha el proceso de impregnación, seguido por el termoprensado y finalmente, los materiales compuestos consolidados, de los cuales se obtendrían las probetas de interés. La evaluación mecánica por medio de ensayos de tensión demostró la efectividad del recubrimiento sobre el tejido de flax, dado que el material biocompuesto reforzado con este tipo de tejido obtuvo el módulo de Young más alto en comparación con los otros tratamientos, incluyendo las fibras en estado de entrega.

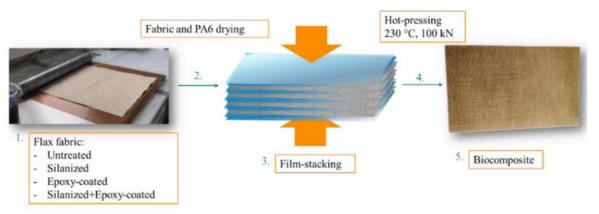


Figura 11. Procedimiento de fabricación de un biocompuesto de lino (flax). Fuente: [21].

2.2. Métodos para aplicar recubrimiento en fibras

Para recubrir la fibra con el polímero existen diferentes métodos, como la técnica de inmersión, técnica de rodillos y técnica de aspersión, las cuales se describen a continuación.

2.2.1. Técnica de inmersión (Dip - Coating)

Esta técnica consiste en sumergir un sustrato (fibra), en una solución (polímero termoplástico) y luego extraerlo, con el objetivo de que el sustrato quede recubierto, esto puede observarse en el esquema de la *Figura 12*. Para esta técnica se deben tener en cuenta variables como, la velocidad de inmersión, tiempo de inmersión, velocidad de extracción, temperatura de la solución, composición, condiciones ambientales y tiempo de secado. Para que haya un recubrimiento de calidad, el sustrato debe quedar cubierto con una película delgada y uniforme, para esto se elimina el exceso de solución por medio de tratamiento térmicos, sin embargo, para este proyecto se implementa una boquilla de 0.4 mm. Una aplicación de esta técnica fue evidenciada en el proyecto realizado en el laboratorio de nanomateriales de la universidad Antonio Nariño, que consistía en diseñar y construir una máquina "Dip Coater" para la obtención de recubrimientos de SiO₂, mediante la técnica solgel, para el desarrollo de capas de protección en la corrosión de metales. Algunos equipos de inmersión cuentan con elementos como guías lineales, sistemas de polea, varillas aceleradas, sistemas electrónicos controlados por Arduino, entre otros, usados de acuerdo con la necesidad. [22].

Algunas ventajas que se logran con esta técnica son:

- ✓ Ambos lados del sustrato quedan recubiertos al estar sumergido.
- ✓ Su instalación no es costosa y es simple.
- ✓ Menor perdida de solución.
- ✓ Es compatible con diferentes sustratos, como por ejemplo tableros de ensamblaje [22].

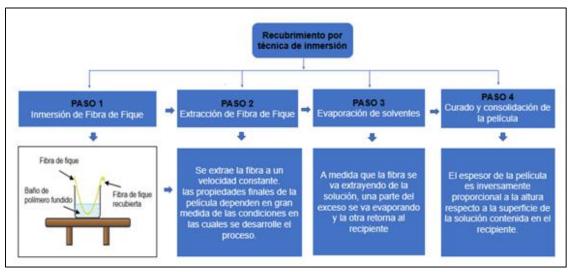


Figura 12. Técnica de inmersión: tomado y adaptado de [23].

2.2.2. Técnica de rodillos

Esta técnica consiste en recubrir el sustrato por medio de dos rodillos como se muestra en la *Figura 13*. Para que la fibra no obtenga un recubrimiento excesivo, se hace uso de una rasqueta, cuya función será la de retirar el exceso de solución.

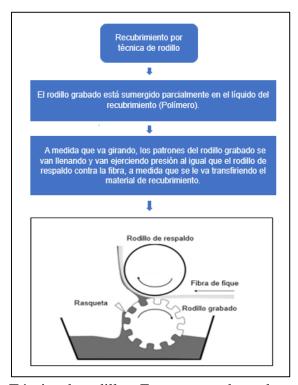


Figura 13. Técnica de rodillos. Fuente: tomada y adaptado de [24]

2.2.3. Técnica de aspersión

Esta técnica consiste en recubrir el sustrato o fibra por medio de una pistola de atomización como se muestra en la *Figura 14*. En el mercado se encuentran dos tipos de atomizadores, el primero sin aire, el cual consiste en aplicar una minina cantidad de producto, de forma rápida e idealmente sobre superficies grandes y el segundo, el atomizador con aire, este requiere aire comprimido para realizar su función y es el más ampliamente utilizado [25].

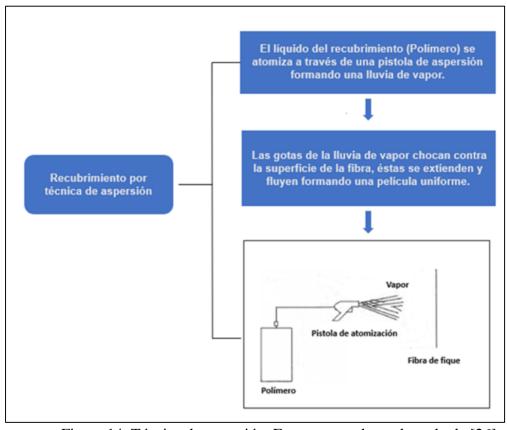


Figura 14. Técnica de aspersión. Fuente: tomado y adaptado de [26]

3. Metodología experimental

Este apartado está dispuesto para dar a conocer la técnica de recubrimiento seleccionada, materiales implementados, diseño del sistema para aplicar recubrimiento, su fabricación, las diferentes maneras sobre cómo se aplicó la técnica del recubrimiento, se muestra la preparación de probetas y, el uso del microscopio óptico, equipo utilizado para tomar medidas de las fibras recubiertas para realizar pruebas de microdroplet con el texturómetro, posteriormente se analizan datos obtenidos por medio de gráficas, todo esto, con el objetivo de evaluar el recubrimiento.

3.1. Técnica seleccionada para el recubrimiento de la fibra

Se escogió como método de aplicación de recubrimiento la técnica de inmersión, teniendo en cuenta la facilidad de fabricación, economía en cuanto a materiales y su efectividad soportada por varios autores, como se describió en la sección de revisión bibliográfica.

3.1.1. Consideraciones para diseñar sistema de recubrimiento

Para realizar el experimento a nivel de laboratorio, se requiere partir de un diseño inicial, el cual es la base para implementar la metodología y evaluar su eficiencia, por lo tanto, para el diseño se debe iniciar teniendo en cuenta diferentes factores, como el material de la estructura, de los ejes y del recipiente, ya que la limpieza debe ser lo más sencillo posible. Inicialmente se usaron laminas que soportan con una malla de angeo las guías, pero, al realizarse pruebas, se observó que la manipulación de la malla es compleja, no solo por la limpieza sino que al no darle un buen manejo puede convertirse en un posible riesgo y generar accidentes; teniendo en cuenta estos factores, se optó por utilizar los perfiles de aluminio, estos son livianos, pueden soportar las guías, aportar buena resistencia y estabilidad a la estructura y, su manipulación y limpieza es más sencilla; respecto a las guías para las fibras, están compuestas por cinco ranuras por cada eje, esto se pensó con el fin de que el sistema fuera más efectivo al no ingresar una, sino cinco fibras, también se pensó, con la idea de que ayuden a quitar el exceso de solución.

3.1.2. Materiales e implementos utilizados para la fabricación del sistema de recubrimiento

Los siguientes materiales se seleccionaron teniendo en cuenta el bajo costo, peso y facilidad de manejo. Inicialmente se describen los requerimientos para implementar la metodología, posteriormente del manejo que requiere la fibra a utilizar y, finalmente de la solución acuosa (polímero termoplástico) usada.

✓ Madera contrachapada

Para la implementación de la metodología, es necesario un soporte para el sistema, por lo que se usó madera contrachapada (ver *Figura 15*), la cual es una madera fácil de trabajar, resistente, ligera y económicamente asequible.



Figura 15. Madera contrachapada como soporte de sistema. Fuente: propia

✓ Aluminio 6061

El sistema por el que va a pasar la fibra está compuesto por un recipiente donde se verterá el polímero, así mismo de unas guías, las cuales deben ser resistente a la corrosión, liviano y fácil de trabajar, por lo que el material idóneo es el aluminio 6061 que tiene buenas propiedades mecánicas, puede encontrarse en partes de estructuras de aeronave, barcos, y en la fabricación de empaquetados de comidas y bebidas.

También se usaron ángulos de aluminio blanco de 1/4" x 3/8" y remaches de 1/8" x 3/8" tipo 4-4 para unir ambas partes y obtener estabilidad, ya que son el soporte de las guías por donde pasara la fibra. Los elementos mencionados pueden verse en la *Figura 16*.

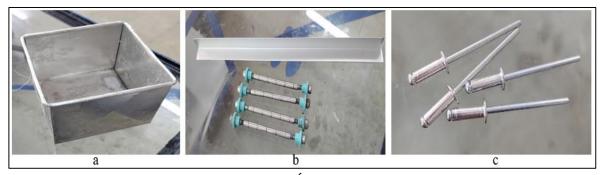


Figura 16. a) Recipiente para solución, b) Ángulos y guías para la fibra y c) Remaches. Fuente: propia

✓ Boquilla

La boquilla utilizada tiene un diámetro de 0.4 mm (ver *Figura 17*), su objetivo es quitar el exceso de polímero de la fibra, lo que conllevaría a obtener un recubrimiento uniforme y cobertura total.



Figura 17. Boquilla 0.4 mm. Fuente: propia.

✓ Motor reductor

Para realizar el experimento a nivel de laboratorio, se requiere de un elemento que hale la fibra velocidad constante, la sumerja y así mismo la extraiga, por lo que se implementó un motor reductor de metal 12v, 300 rpm N20 (ver *Figura 18*).



Figura 18. Motor reductor. Fuente: [27].

✓ Control de velocidad

En el momento de realizar el recubrimiento de la fibra, se debe tener control de distintas variables, como la velocidad de inmersión y extracción de la fibra en la solución, para lograr esto se hizo uso de un control de velocidad, teniendo en cuenta el tipo de motor que se implementó, se seleccionó un control de velocidad para motor DC con escobillas DC12V-40V / 8ª (ver *Figura 19*).



Figura 19. Control de velocidad. Fuente: propia

3.1.3. Preparación de la fibra

✓ Horno

Debido a la característica hidrófila de las fibras de fique reportada por [13], estas requieren de un proceso de secado. Para esto, se utilizó el horno de la Facultad de Minas de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín. El proceso consistió en elevar el horno a una temperatura de 80 °C durante 3 horas. En la *Figura 20*, puede observarse tanto la fibra como el proceso de secado.

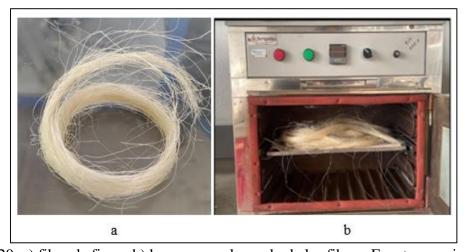


Figura 20. a) fibra de fique, b) horno para el secado de las fibras. Fuente: propia.

✓ Almacenamiento de la fibra

Posterior al secado, la fibra debe almacenarse para que no absorba de nuevo humedad, por lo que se hace uso de desecador con una cantidad de sílica con índice de cobalto, como se observa en la *Figura 21*, su objetivo es conservar la fibra sin humedad y en caso

de contener por manipular la fibra, la sílica pueda absorberla, adicional al desecador se tiene otro recipiente para almacenar las muestras.



Figura 21. Desecador y recipiente para almacenamiento de pruebas. Fuente: propia.

3.1.4. Polímero termoplástico implementado para el recubrimiento

En este proyecto se tuvieron en cuenta dos polímeros para aplicar el recubrimiento, estos son: alcohol polivinílico (PVA) y Ultracryl 101 APF TC134

✓ Alcohol polivinílico

Es una solución liquida, usada como película separadora en trabajos donde están involucrados la resina poliéster y la fibra de vidrio [28].

Dentro de sus funciones se encuentran.

- ✓ Excelente desmoldeante
- ✓ Amigable con el medio ambiente
- ✓ La película no es atacada ni disuelta por disolventes aromáticos ni alifáticos
- ✓ Soluble en agua
- ✓ Alto rendimiento

El alcohol polivinílico que se usó fue del fabricante Sumiglas S.A y su referencia se puede ver en la *Figura 22*.



Figura 22. Alcohol polivinílico. Fuente: propia.

✓ Ultracryl

De acuerdo a su ficha técnica, es un copolímero acrílico estirenado en dispersión aniónica acuosa, libre de plastificantes. Este copolímero, forma una película dura de buena adhesividad, en la *Figura 23*, se puede observar las propiedades y características del Ultracryl [29].

Propiedad	Unidad	Mínimo	Máximo
Aspecto: líquido blanco viscoso con tonalidad azulada		Cumple	
Contenido de solidos (135°C, 1h)	%	49	51
pH (directo)	Adim.	7.5	8.5
Viscosidad Brookfield, 60 rpm	cps	8500	10500

Figura 23. Propiedades y características del Ultracryl. Fuente: [29].

Dentro de sus aplicaciones se pueden encontrar [29]:

- ✓ Fabricación de adhesivos para la construcción y en la modificación de ligantes hidráulicos.
- ✓ Es compatible con espesantes acrílicos como LANCRYL TC 403, celulósicos, alcohol polivinílico, espesantes uretánicos asociativos, entre otros.

3.2. Procedimiento para realizar experimento a nivel de laboratorio para aplicar el recubrimiento termoplástico sobre la superficie de fique

En el diagrama de flujo que se muestra en la *Figura 24*, se observa que través de una revisión bibliográfica se seleccionó el método de aplicación del recubrimiento, la cual es la técnica de inmersión. Por medio del software CAD se realizó un diseño como base para la implementación de la metodología, luego de esto, se realizó una selección de materiales y elementos necesarios y, finalmente, se hizo la manufactura del sistema aplicando el método de recubrimiento por inmersión.

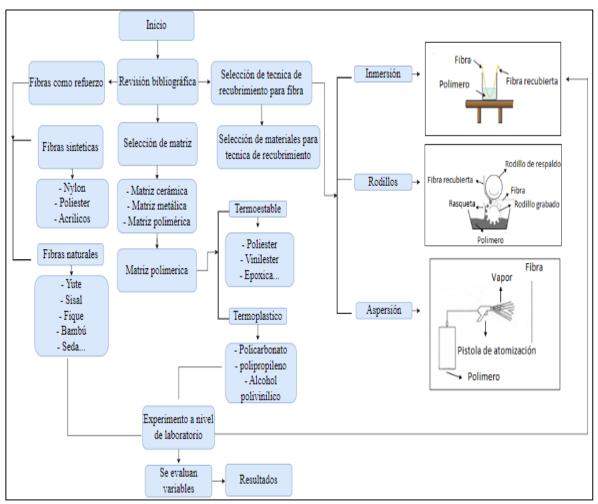


Figura 24. Diagrama de flujo del proceso. Fuente: propia.

Durante el proceso de inmersión hay que tener en cuenta variables como la velocidad, el tiempo de inmersión y secado a temperatura ambiente, entre otros. Finalmente, se valida el recubrimiento por medio de la medición del espesor y se hacen pruebas de resistencia interfacial por medio de microdroplet.

3.3. Caracterización del espesor del recubrimiento y caracterización mecánica

3.3.1. Validación y efectividad del sistema

Para evaluar la efectividad del recubrimiento en la fibra, se hizo uso del Microscopio óptico Nikon eclipse lv100 ubicado en el Laboratorio de Tecnología y Diseño de Materiales de la Facultad de Minas de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín (ver *Figura 25*). Con el equipo se midieron los espesores de las películas termoplásticas después de proceso de inmersión.



Figura 25. Microscopio óptico Nikon eclipse lv100. Fuente. Propia.

3.3.2. Descripción prueba de microdroplet para la resistencia interfacial

La prueba de microdroplet se realizó con el fin de obtener la resistencia al cortante interfacial de cada fibra, lo que permite ver que tan buena fue la adherencia del refuerzo a la matriz. Para realizar las pruebas se fabricaron las probetas, como se muestra en la *Figura 26*, en esta, se observa que un extremo de la fibra será la encargada de recibir la fuerza aplicada por el texturómetro (equipo para medir la resistencia interfacial) y, el otro extremo está sumergido en la matriz (gota), previamente polimerizada.

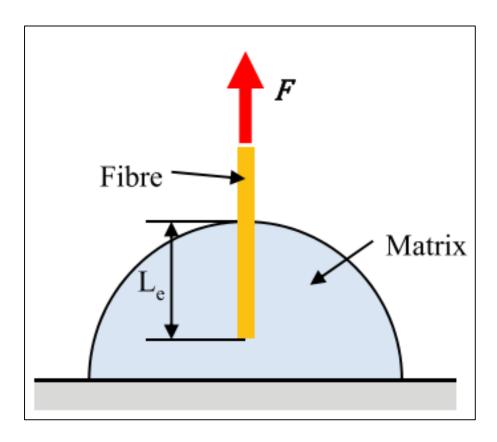


Figura 26. Pruebas micromecánicas de microdroplet. Fuente: tomado y adaptado de [30].

Las probetas (fibras recubiertas con los termoplásticos) se fabricaron de dos formas distintas (sistema operado con motor y sistema sencillo operado manualmente). Las fibras recubiertas, con una longitud de aproximadamente 8 cm, se sumergen (solo la punta de la fibra) en la resina, generando así la gota. Para este trabajo se hizo uso de una resina termoestable para cubrir la punta de la fibra, la cual fue, poliéster pre acelerada, con su respectivo activador o catalizador.

Luego de recubrir la punta de la fibra, generar la gota y secarse, se llevan al microscopio óptico para tomar las medidas del área y perímetro en la sección transversal (software ImageJ) de cada gota, esto se hace porque no debe asumirse que la sección transversal es circular, ya que puede generarse errores significativos en el momento de realizar análisis [30]. Para esta medida, se toma la longitud embebida de la gota, el ancho y el diámetro aparente de la fibra (software Nis Elements) en posición longitudinal, perpendicular al óptico del microscopio. Los datos como, el perímetro y longitud embebida de la gota son necesarios para poder hallar la resistencia al cortante interfacial, los demás puedan usarse para realizar comparaciones. Algo importante a tener en cuenta, es que, luego de las pruebas, deben tomarse nuevamente las medidas para verificar si la gota fue extraída por completo o si quedó el cuello de la gota adherido a la fibra, si es así, el tamaño del cuello debe restarse de la longitud embebida inicialmente.

Las pruebas de microdroplet o extracción de la fibra se realizaron en el texturómetro TA - XT2i Texture Analyser marca Stable Miro Systems, el cual cuenta con una celda de carga de

50 kgf (490 N aproximadamente) y una resolución de 0.1 g y 0.001 mm en carga y en desplazamiento. Este equipo básicamente está compuesto en su parte baja, por un rodillo, soporte y en medio de ellos, está ubicada la gota (*Figura 27*) y, en la parte superior se encuentra el elemento de sujeción.

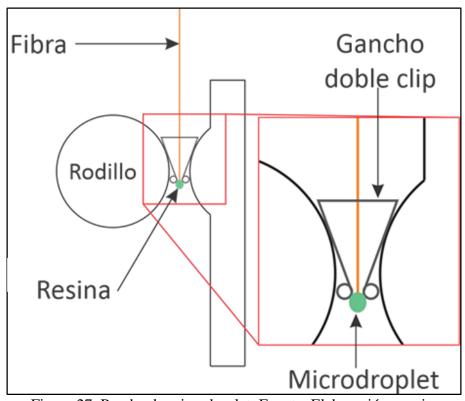


Figura 27. Prueba de microdroplet. Fuente: Elaboración propia.

3.3.3. Cálculo de la resistencia interfacial (Fibra recubierta y matriz polimérica)

Las pruebas se realizaron a una velocidad de 0.1 mm/s, correspondiente a la velocidad menor que permite el equipo. Los datos de desplazamiento se obtuvieron en mm y la carga en N, estos datos son necesarios para encontrar la carga máxima y posteriormente calcular la resistencia al cortante interfacial, para este se hará uso de la ecuación (1) [30].

(1)
$$\tau_p = \frac{F_{max}}{P_f L_e}$$

Donde F_{max} es la carga máxima, esta, como se mencionó anteriormente, se halló con los datos arrojados por el texturómetro, $P_{\rm f}$ es el perímetro de la fibra y L_e es la longitud embebida de la fibra, es decir, el tamaño de la gota, estos últimos datos se obtuvieron previamente por microscopía óptica.

Las pruebas que fueron tenidas en cuenta para procesar los datos fueron aquellas en donde la fibra logró extraerse de la resina o gota de manera correcta, una forma en la que esto podía corroborarse es que luego de la prueba no se observaba la gota en la fibra, sin embargo, cada fibra que parecía que fue extraída de esta, pasó por el microscopio nuevamente, como mencionó anteriormente, para confirmar su correcta extracción. Por otro lado, las pruebas que fallaron, es decir, que la fibra se reventó o no se extrajo de la gota, son pruebas que no fueron tenidas en cuenta ya que no permiten calcular la resistencia al cortante interfacial.

Para procesar los datos obtenidos y encontrar la resistencia al cortante interfacial de cada muestra, primero se almacenaron en un documento con extensión".txt" para luego poder extraer los datos desde el código desarrollado en el programa Python, con el fin de tratarlos de una manera más efectiva, ya que, al realizarse por medio de Excel, por ejemplo, podría resultar en una labor compleja. Se crearon listas para almacenar los datos de la carga (fuerza), perímetro y longitud embebida de la gota y, por medio de ciclos "for", se realizaron los cálculos de la resistencia al cortante interfacial.

Para realizar un análisis estadístico adecuado se determinó usar un método de comparación simple entre el recubrimiento manual y con control de velocidad, al igual que para los dos tipos de recubrimientos usados. Para representar los resultados obtenidos se usó un diagrama de cajas para cado caso, que describe las características más importantes como: la dispersión y simetría. Para su realización se representan los tres cuartiles (Q1, Q2 o mediana, Q3) y los valores mínimo y máximo (Li, Ls) de los datos, sobre un rectángulo, alineado horizontal o verticalmente,

4. Resultados

4.1. Diseño del sistema para recubrimiento

Luego de la fase de diseño mencionada, en la *Figura 28 y Figura 29*, se puede un esquema del sistema para implementar la técnica de inmersión y, aplicar el recubrimiento termoplástico sobre la superficie de fibra de fique. En la *Figura 28* se observa el diseño de la estructura o módulo de inmersión, en la parte baja puede verse que las guías no van hasta la base de esta, esto, es con el fin de que el ingreso y salida de la fibra sea más sencillo, en la misma figura se puede observar la estructura en el recipiente, esta, queda lo suficientemente lejos del borde del recipiente, para que, en el momento de realizar la extracción de la fibra, esta no corra el riesgo de reventarse al no pasar por el borde. Por último, en la *Figura 29*, se observa, el sistema listo para comenzar con pruebas de aplicación del recubrimiento, puede notarse una distancia considerable que va desde el recipiente, hasta el elemento que enrolla la fibra recubierta a través del motor, esto, es con el fin de tener una longitud de fibra adecuada para realizar las pruebas.

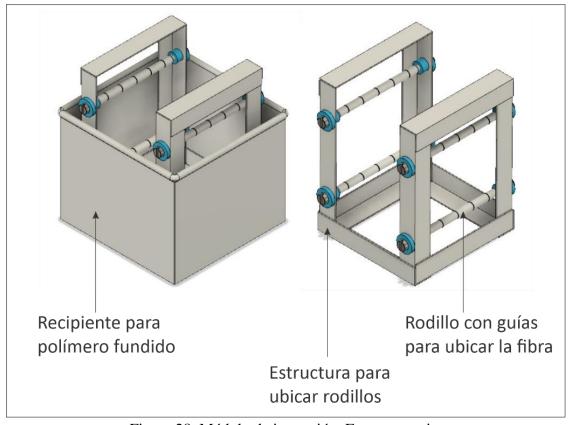


Figura 28. Módulo de inmersión. Fuente: propia.

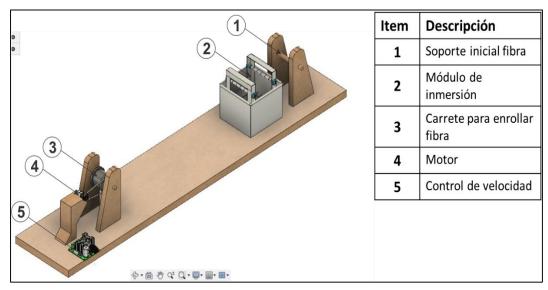


Figura 29. Diseño de sistema para realizar la técnica de inmersión. Fuente: propia.

4.2. Fabricación y montaje de sistema de recubrimiento de fibra por inmersión

Luego de tener en cuenta los factores de diseño del sistema, la selección de materiales y, realizar el diseño en 3D por medio del software, se procede a su manufactura y montaje, obteniendo como resultado el sistema que se observa en la *Figura 30*. Posterior a esto, a la preparación de la fibra y selección de solución, se inició una serie de pruebas para verificar la eficiencia del sistema aplicando el recubrimiento termoplástico sobre la fibra de fique.



Figura 30. Método implementado para aplicar recubrimiento. Fuente: propia

4.3. Proceso de inmersión de las fibras recubiertas con el polímero termoplástico

Primera prueba

Las primeras fibras recubiertas fueron sumergidas en PVA y Ultracryl, luego se dejaron polimerizar a temperatura ambiente y, posteriormente se evaluaron en el Microscopio. Las primeras pruebas se realizaron para analizar el funcionamiento del sistema y su eficiencia aplicando el recubrimiento, por lo que solo se utilizó la estructura con las guías para la fibra y el recipiente para la solución, no se tuvo un control de velocidad, ni tampoco boquillas para quitar el exceso de recubrimiento, ni demás variables consideradas dentro del proceso.

En las siguientes figuras se evidencia de forma cualitativa que ambos tipos de recubrimiento se adhirieron bien a la superficie de la fibra de fique, sin embargo, En la *Figura 31*, recubrimiento aplicado con Ultracryl, se observa de izquierda a derecha, "c" una película que tiende a ser uniforme y constante, en la figura siguiente, "b" se observa una película que parece no ser uniforme, ni constante y es gruesa, y por último, en la figura "a", se identifica una película que tampoco es ni constante ni uniforme.

En la *Figura 32*se muestran las películas aplicadas a las fibras con el PVA. En la imagen "a" y "b" se observa una película delgada, uniforme y al parecer constante, en la imagen "c" se puede ver una película que, aunque parece ser constante no es uniforme sino gruesa. Teniendo en cuenta ambas pruebas, se puede decir que, aunque en ambos casos hay irregularidades en el recubrimiento, se puede observar que el recubrimiento con PVA es comparativamente más constante, ya que generó una película más delgada y uniforme en comparación con el Ultracryl.

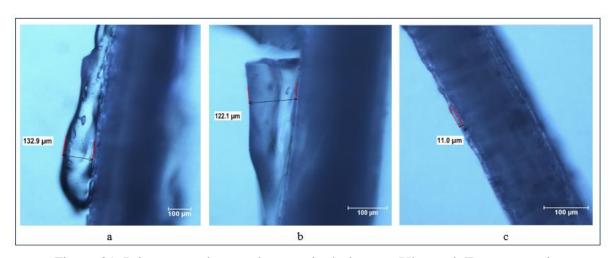


Figura 31. Primera prueba en microscopio óptico con Ultracryl. Fuente: propia

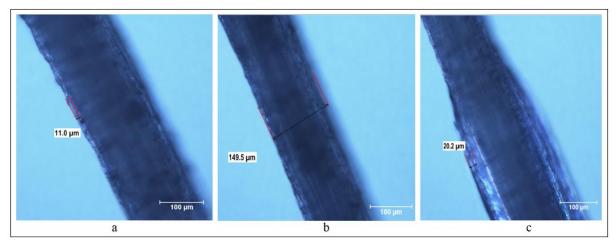


Figura 32. Primera prueba en microscopio óptico con PVA. Fuente: propia

Segunda prueba

En esta segunda prueba, se aplicó el recubrimiento utilizando el sistema completo en posición vertical (*Figura 33*) solo con el PVA, ya que, aunque la fibra mostró buena adherencia también con el Ultracryl, con el PVA, mostró un recubrimiento más constate, uniforme y en cuanto a la manipulación, tiende a ser más sencillo. El recubrimiento se realizó sin una guía, para verificar si se da un mejor recubrimiento. Para esta prueba, las fibras pasaron por un proceso de secado en el horno a una temperatura de 80 °C durante 3 horas, en el proceso de recubrimiento, se tuvo control de velocidad de inmersión y extracción, estuvieron expuestas a temperatura ambiente durante alrededor de 40 min para el proceso de secado y polimerización, finalmente, se cortaron y se sacaron muestras de aproximadamente 8 cm y almacenaron como puede observase en la *Figura 34*.



Figura 33. Posición del sistema en vertical para aplicar recubrimiento. Fuente: propia.



Figura 34. Almacenamiento de Fibra de fique recubiertas. Fuente: propia.

Preparación y análisis de fibras para prueba de resistencia interfacial microdroplet

Se preparan probetas para realizar pruebas de microdroplet (ver *Figura 35*), esta prueba se hace para analizar la interfaz entre la matriz y la fibra. Inicialmente se usa unos ganchos doble clic para ubicar la fibra, como se muestra en la imagen "a" de la figura, posteriormente, la punta de la fibra recubierta se sumerge sobre resina poliéster (insumo de fácil acceso), como se muestra en la imagen "b" de la figura, lo que permite la generación de una gota, luego se procede al secado o polimerización.

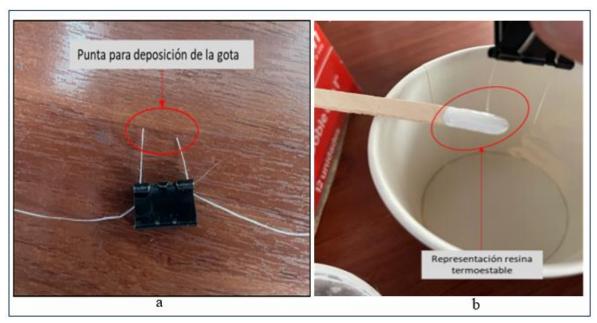


Figura 35. Fabricación de probetas para pruebas microdroplet. a) sujeción con gancho y b) resina para generación de la gota. Fuente: propia.

Posteriormente se hacen medidas (ver *Figura* 36) longitudinales como: diámetro de la gota, longitud embebida y, diámetro aparente de la fibra, a través del software Nis Elements (imagen "a" de la figura), el área y diámetro se toman a través del software ImageJ como se ve en la imagen "b" de la figura.

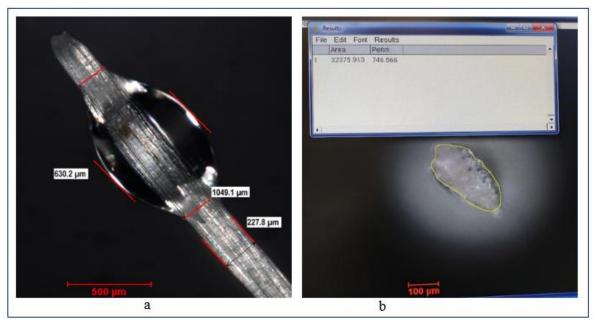


Figura 36. a) longitud embebida 1049.1 um. b) Medida transversal. Fuente: propia.

Finalmente, como se puede observar en la *Figura 37*, se adecuan las fibras con cartón paja para que el montaje sea más sencillo al llevarlas al texturómetro y proteja la fibra. En la *Figura 37* puede observarse las fibras preparadas para los ensayos de microdroplet y en la *Figura 38* se observa el texturómetro y el montaje de la fibra para realizar pruebas.

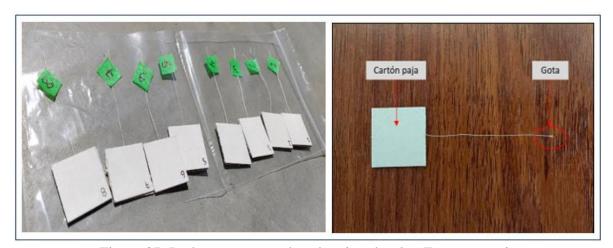


Figura 37. Probetas para pruebas de microdroplet. Fuente: propia

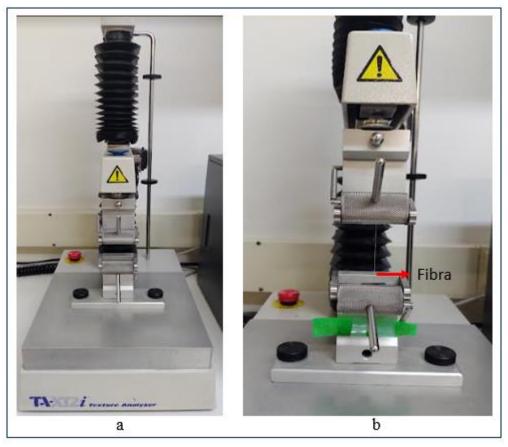


Figura 38. a) equipo Texturómetro. b) montaje de probeta en el equipo. Fuente: propia.

4.4. Resultados del Análisis experimental de la prueba de microdroplet

En la *Figura 39* se muestran los resultados de los ensayos de resistencia interfacial de las muestras recubiertas con PVA con la gota de poliéster (poliéster recubierta 1- manual y poliéster recubierta 2- con control), allí se puede observar presentan una mayor resistencia al corte interfacial en comparación con la fibra sin recubrimiento, también embebida en una gota de poliéster (poliéster). Esto se debe principalmente al efecto positivo del recubrimiento con PVA sobre las fibras de fique en estado de entrega, el cual mejora la adhesión entre las fibras naturales y la matriz polimérica, lo que representa una transferencia de cargas efectiva entre la matriz y la fibra. El aumento en esta propiedad también tiene influencia directa en la longitud crítica de las fibras, longitud mínima que requiere la fibra para ser considerada un refuerzo efectivo y, además, longitud a la cual vuelve a cargar una fibra continua después de experimentar una fractura.

Esta mejora en la adherencia posiblemente esté asociada con interacciones químicas de los componentes de forma individual con el PVA. Dado que el PVA es una sustancia polar, posiblemente tenga buenas interacciones con la fibra de fique por su característica hidrófila. Por otra parte, el PVA genera una capa hidrófoba después de polimerizarse sobre la superficie del sustrato; esta capa quedaría cercana a la matriz polimérica que comparte esta misma filiación con el agua, y quizá, se puedan experimentar algunas atracciones químicas.

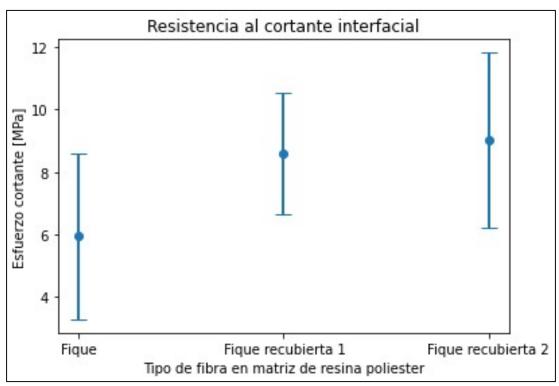


Figura 39. resultados resistencia al cortante interfacial vs tipo de fibra en resina poliéster

También puede evidenciarse que ambas formas utilizadas (manual y mecánico) para aplicar el recubrimiento, no generaron cambios significativos, esto ocurre debido a que independientemente del método que se utilice, el objetivo principal es generar una buena interfaz entre la fibra y la resina, el cual se logra con ambos métodos.

Estos resultados anteriores, fueron comparados con un proyecto de investigación que se está realizando paralelamente en la institución, en la cual se está evaluando la resistencia al cortante interfacial entre las fibras de fique y otros tipos de resina como la viniliester y epóxica, ver *Figura 40*.

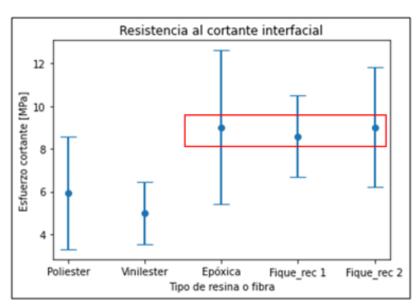


Figura 40. Comparación de resistencia al cortante interfacial de fibra de fique con poliéster vs otro tipo de resina

En esta, se puede identificar que las fibras de fique con vinilester no tienen buena resistencia al cortante interfacial, lo que sugiere una débil adherencia entre la fibra y la resina; por otro lado, se puede notar significativamente la alta resistencia interfacial entre la fibra de fique y la resina epóxica; al comparar estos resultados con los obtenidos de la fibra de fique recubierta con PVA y embebida con poliéster, se puede ver que para efectos de este trabajo, se alcanzó la resistencia interfacial obtenida con las fibras de fique embebidas con epóxica, esto significa que, con insumos más asequibles económicamente se puede llegar a una alta resistencia interfacial, por otro lado, recubrir las fibras de fique con PVA puede resultar altamente efectivo cuando se quiera fabricar un material compuesto con resina poliéster y de acuerdo a la necesidad, esta pueda suplirla, ya que mejoró significativamente la adherencia entre estas. Otro punto a favor es que el PVA, de acuerdo con su ficha técnica, es amigable con el medio ambiente, lo que la hace más llamativa a la hora de usarse como recubrimiento.

5. Conclusiones

- ✓ El sistema de inmersión de fibra para la generación de recubrimientos cumplió su propósito, sin embargo, debe ser sometido a algunas mejoras, en especial se debe mejorar el control de las variables para lograr una eficiencia del recubrimiento de un 100% de ambos lados o cobertura total de la fibra.
- ✓ De acuerdo con los resultados es importante tener en cuenta variables como la velocidad de inmersión y extracción de la fibra en la solución; mucha velocidad genera que la fibra quede con una película de recubrimiento muy delgada o incluso zonas sin recubrimiento, por el contrario, si la velocidad es baja, la fibra puede que quedar con una película gruesa. Otra variable por considerar es el tiempo que permanecerá la fibra sumergida, tiempo de secado a temperatura ambiente, y boquilla a implementar; mientras más pequeña es la poquilla, más delgada es la película que se crea en la fibra, generando dificultad en el equipo para observar y garantizar una cobertura uniforme y constante.
- ✓ De acuerdo a la gráfica de resultados resistencia al cortante interfacial vs tipo de fibra en resina poliéster obtenida de las pruebas de microdroplet, lo primero que se puede afirmar es que sí se dio un recubrimiento de la fibra, ya que se requiere más esfuerzo para extraer la gota de la fibra recubierta y embebida con poliéster que, la fibra solo embebida con poliéster, lo que evidencia que, las fibras recubiertas con PVA generan una buena adherencia entre la fibra y la resina, lo que significa una transmisión de cargas a través de una interface fuerte presentando una mayor resistencia al corte interfacial.
- ✓ Luego de hacer la comparación entre la fibra recubierta con PVA embebida con poliéster, y fibra de fique embebida con epóxica, y ver qué ambas llegan a una alta resistencia interfacial, se llega a la conclusión de que se puede llegar a obtener una altas resistencia interfacial con insumos más económicos y amigables con el medio ambiente como lo es el PVA.

6. Bibliografía

- [1] "Tipos de plasticos, aditivación y mezclado."
- [2] P. Luna and J. M. Lizarazo-Marriaga, "Fibras naturales como refuerzo en materiales compuestos de matriz polimérica," Momento, vol. 2022, no. 65, pp. 65–79, 2022, doi: 10.15446/mo.n65.103151.
- [3] O. Alejandro et al., "Polímeros reforzados con fibras naturales para su aplicación en la industria automotriz."
- (4) "Caracterización mecánica del material compuesto de matriz poliéster con fibra de coco para la determinación de propiedades mecánicas en aplicaciones industriales."
- [5] P. Luna and J. M. Lizarazo-Marriaga, "Natural fibers as reinforcement in polymer matrix composite materials," Momento, vol. 2022, no. 65, pp. 65–79, 2022, doi: 10.15446/mo.n65.103151.
- [6] G. Antonio, "Diseño y Fabricación de un Equipo de Laboratorio para el Estudio de Procesamiento de Termoplásticos."
- [7] "Evaluación a través de un análisis bibliográfico del posible reúso del plástico termoestable en la industria".
- [8] "Estudio mediante caracterización térmica y mecánica de un polímero termoestable de origen bio obtenido a partir de aceite de chía."
- [9] G. V. Cornejo Reyes, E. A. Marinero-Orantes, C. R. Funes-Guadrón, and P. J. Toruño, "Biopolímeros para uso agro industrial: Alternativa sostenible para la elaboración de una película de almidón termo plástico biodegradable," Rev. iberoam. bioecon. cambio clim., vol. 6, no. 11, pp. 1359–1382, Jul. 2020, doi: 10.5377/ribcc.v6i11.9824.
- [10] L. Q. N. Tran, C. A. Fuentes, I. Verpoest, and A. W. Van Vuure, "Interfacial Compatibility and Adhesion in Natural Fiber Composites," in Natural Fiber Composites, R. D. S. G. Campilho, Ed., Boca Raton, FL: CRC Press, 2016, pp. 127–156.
- [11] I. Aeronáutico, Á. Renato, P. Morales, A. Güemes, and A. Fernández López, "Materiales Compuestos de Fibras Naturales," 2019.
- [12] L. Pupure, J. Varna, and R. Joffe, "Modeling of Natural Fiber Composites," in Natural Fiber Composites, R. D. S. G. Campilho, Ed., Boca Raton, FL: CRC Press, 2016, pp. 221–253.
- [13] S. A. Gómez-Suarez and E. Córdoba-Tuta, "Composite materials reinforced with fique fibers a review," Revista UIS Ingenierías, vol. 21, no. 1, Jan. 2022, doi: 10.18273/revuin.v21n1-2022013.
- [14] J. K. Kim and Y. W. Mai, Engineered Interfaces in Fiber Reinforced Composites. Oxford, United Kingdom: Elsevier, 1998.
- [15] K. K. Chawla, Composite Materials. New York, NY: Springer New York, 2012. doi: 10.1007/978-0-387-74365-3.
- [16] J. Vargas, "Interfacial analysis of a composite material made out of polymeric matrix reinforced with fique fibers to enhance its mechanical properties," Universidad Nacional de Colombia, Medellín, 2020.

- [17] D. Hull and T. W. Clyne, An introduction to composite materials. New York: Press Syndicate of the University of Cambridge, 1996.
- [18] P. Sahu and M. K. Gupta, "Eco-friendly treatment and coating for improving the performance of sisal composites," Polym Test, vol. 93, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.polymertesting.2020.106923.
- [19] C. Hu, Y. Zhou, T. Zhang, T. Jiang, and G. Zeng, "Effect of fiber modified by alkali/polyvinyl alcohol coating treatment on properties of sisal fiber plastic composites," Journal of Reinforced Plastics and Composites, vol. 39, no. 23–24, pp. 880–889, Jun. 2020, doi: 10.1177/0731684420934866.
- [20] Z. Liu and B. H. Tisserat, "Coating applications to natural fiber composites to improve their physical, surface and water absorption characters," Ind Crops Prod, vol. 112, pp. 196–199, Feb. 2018, doi: 10.1016/j.indcrop.2017.12.002.
- [21] N. Vellguth, M. Shamsuyeva, H.-J. Endres, and F. Renz, "Accelerated ageing of surface modified flax fiber reinforced composites," Composites Part C: Open Access, vol. 6, Oct. 2021, doi: 10.1016/j.jcomc.2021.100198.
- [22] J. A. Ospina-Calderón, C. A. Lota-Mendoza, B. S. Betin-Bohórquez, C. A. García-Gómez, R. J. Rincón-Ortiz, and D. Llamosa-Pérez, "Diseño y construcción de una máquina Dip Coater para la obtención de recubrimientos de SiO2 mediante la técnica sol-gel," Revista Ontare, vol. 7, pp. 72–96, Jul. 2020, doi: 10.21158/23823399.v7.n0.2019.2577.
- [23] J. André, M. Taborda, and I. Física, "Diseño y construcción de un sistema para el crecimiento de películas delgadas por el método de recubrimiento por inmersión o Dip Coating," 2012.
- [24] E. Shim, "Coating and laminating processes and techniques for textiles," in Smart Textile Coatings and Laminates, Elsevier, 2019, pp. 11–45. doi: 10.1016/B978-0-08-102428-7.00002-X.
- [25] A. C. Diaz Ramírez, "Aplicación de PVC por aspersión," 2023. [Online]. Available: www.udea.edu.co
- [26] F. De, I. Quimica, Y. Manufacturera, C. Florencio, and S. Atanacio, "Evaluación técnica económica para la implementación del moldeo por aspersión en la fabricación de tinas a base de resinas poliésteres reforzadas con fibra de vidro," 2002.
- [27] "Motorreductor De Metal 12v 300rpm N20", Accessed: Jun. 15, 2023. [Online]. Available: https://articulo.mercadolibre.com.co/MCO-608201414-motorreductor-de-metal-12v-300rpm-n20-_JM
- [28] "F.T Alcohol polivinilico".
- [29] "Ultracryl 101 APF TC134".
- [30] J. L. Thomason and J. L. Rudeiros-Fernández, "Characterization of interfacial strength in natural fibre–polyolefin composites at different temperatures," Compos Interfaces, vol. 29, no. 2, pp. 175–196, 2022, doi: 10.1080/09276440.2021.1913901.

7. Anexos

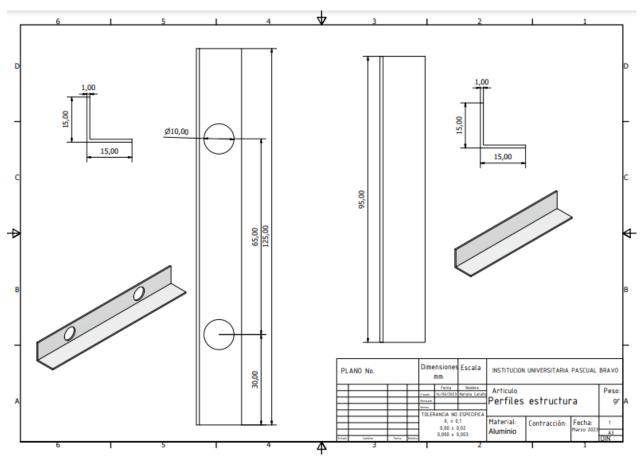
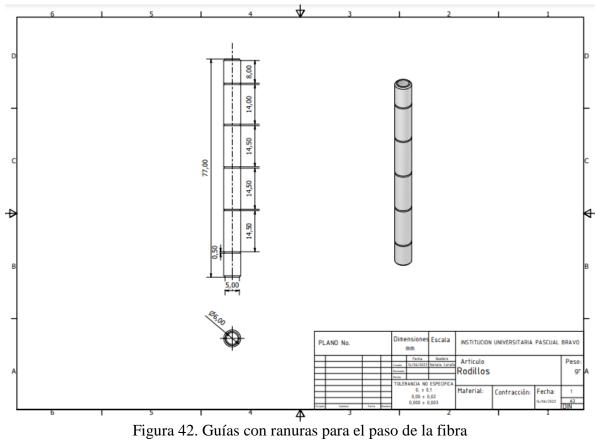
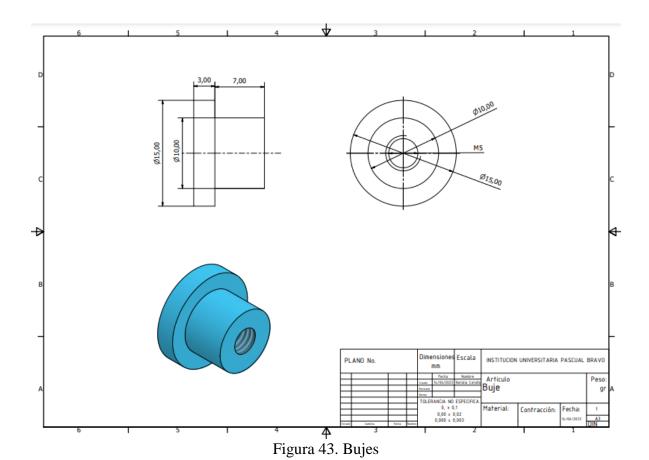
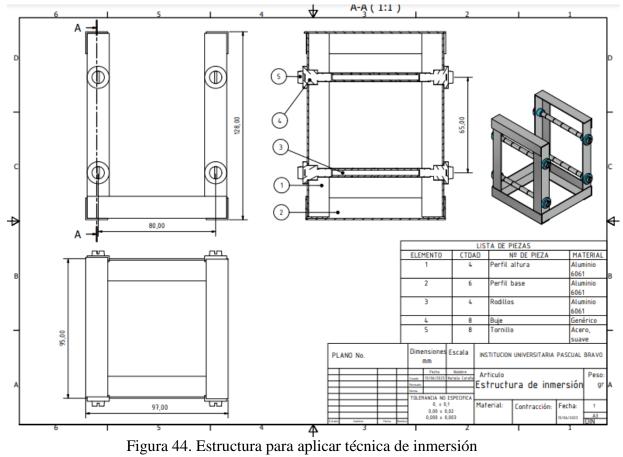


Figura 41. Perfil para estructura







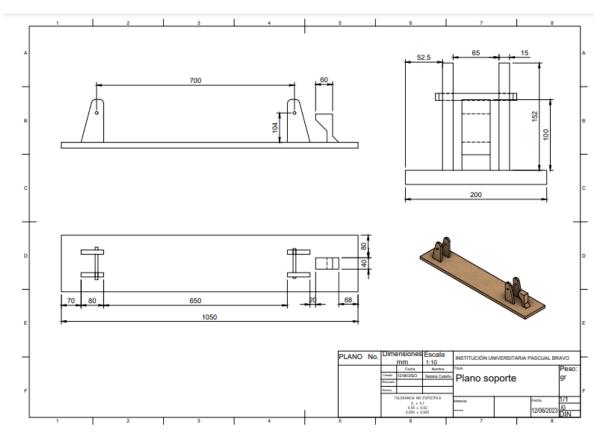


Figura 45. Soporte de sistema de recubrimiento