

EVALUACIÓN PRELIMINAR DEL COMPORTAMIENTO A TENSIÓN DE HILOS Y
MALLAS DE FIQUE RECUBIERTOS CON NANOPARTÍCULAS DE HIERRO.

DIANA YARITH HIGUERA COGUA

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOMECAÑICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA CIVIL
BUCARAMANGA
2011

EVALUACIÓN PRELIMINAR DEL COMPORTAMIENTO A TENSIÓN DE HILOS
Y MALLAS DE FIQUE RECUBIERTOS CON NANOPARTÍCULAS DE HIERRO.

DIANA YARITH HIGUERA COGUA

Trabajo de grado
presentado para optar por el título de
Ingeniera Civil

Director:
RICARDO ALFREDO CRUZ HERNÁNDEZ
Ingeniero Civil, Ph.D.

Codirector:
LUIS OVEIMAR BARBOSA JAIMES
Químico, M.Sc.

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOMECAÑICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA CIVIL
BUCARAMANGA
2011

*A mis padres, Mario y Elsa.
Me enseñaron a soñar y
a perseguir un sueño
hasta alcanzarlo.*

AGRADECIMIENTOS

Al profesor Ricardo Cruz Hernández, por la oportunidad de explorar un nuevo campo de investigación y sus aportes al proyecto.

Al Qco. Oveimar Barbosa Jaimes, por sus enseñanzas y orientación en el desarrollo de la investigación.

A la Empresa Cooperativa de Fibras Naturales de Santander, Ecofibras S.A., por el suministro de hilos y mallas de fique requeridos por el proyecto.

Al grupo de investigación en Química y Microbiología (GIBIM) de la escuela de Química; al grupo de investigación de Biomateriales de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y a los laboratoristas de la escuela de Ingeniería Civil por su oportuna colaboración.

A quien participó en la consecución de ésta meta, *GRACIAS*.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN.....	16
OBJETIVOS.....	17
1. MARCO DE REFERENCIA.....	18
1.1 MARCO TEÓRICO.....	18
1.1.1 Naturaleza del Fique	18
1.1.1.1 Beneficio del Fique y producción industrial	19
1.1.1.2 Estructura física de la fibra de Fique	21
1.1.1.3 Estructura química de la fibra de Fique	23
1.1.2 Nanotecnología	25
1.1.2.1 Nanopartículas de hierro	25
1.1.2.2 Síntesis de nanopartículas de hierro	27
1.2 MARCO DE ANTECEDENTES	28
2. MATERIALES Y DISEÑO METODOLÓGICO.....	30
2.1 MATERIALES.....	30
2.2 METODOLOGÍA.....	31
2.2.1 Recubrimiento y prueba a tensión de hilos.....	31
2.2.2 Recubrimiento y prueba a tensión de mallas.....	35
2.2.3 Tamaño de muestra, cálculo de datos y análisis estadístico.....	36
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	38
3.1 HILOS EN ESTADO NATURAL	38
3.2 HILOS RECUBIERTOS CON TÉCNICA 1	41
3.2.1 Incidencia del tiempo de inmersión de la muestra en la resistencia a tensión.....	41

3.2.2 Incidencia de la concentración de la solución precursora en la resistencia a tensión de las muestras	44
3.3 HILOS RECUBIERTOS CON TÉCNICA 2	48
3.4 ANÁLISIS RESULTADOS DE HILOS RECUBIERTOS.....	51
3.5 MALLAS EN ESTADO NATURAL Y RECUBIERTAS	60
4. CONCLUSIONES.....	65
5. RECOMENDACIONES	66
6. BIBLIOGRAFÍA	67
ANEXOS.....	69
ANEXO A	69
ANEXO B	70

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Estructura física de la hoja de Fique.....	19
Tabla 2. Composición química de la fibra de Fique.....	23
Tabla 3. Ensayo a tensión muestra de hilo natural.....	38
Tabla 4. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación de muestra de hilo natural	40
Tabla 5. Ensayo de tensión en muestra con tiempo de inmersión (t.i.) de 6 horas.....	41
Tabla 6. Ensayo de tensión en muestra con t.i. de 24 horas.....	42
Tabla 7. Ensayo de tensión en muestra con t.i. de 72 horas.....	42
Tabla 8. Ensayo de tensión en muestra con t.i. de 120 horas.....	43
Tabla 9. Ensayo a tensión muestra recubierta 0.45 M	44
Tabla 10. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación de muestra de hilo recubierto 0.45 M	45
Tabla 11. Ensayo a tensión muestra recubierta 0.75 M	46
Tabla 12. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación de muestra de hilo recubierto 0.75 M	47
Tabla 13. Ensayo de tensión muestra 1	48
Tabla 14. Ensayo de tensión muestra 2	49
Tabla 15. Ensayo de tensión muestra 3	50
Tabla 16. Ensayo a tensión muestra natural sin grasa vegetal	54
Tabla 17. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación de muestra natural sin grasa vegetal.....	56
Tabla 18. Ensayo a tensión muestra sin grasa vegetal recubierta	56
Tabla 19. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación de muestra natural sin grasa vegetal.....	57
Tabla 20. Variación de carga última entre hilos naturales e hilos recubiertos con mejor desempeño a tensión.....	59

Tabla 21. <i>Ensayo a tensión muestra de malla natural</i>	60
Tabla 22. <i>Valores estadísticos de peso, carga última y elongación, muestra de malla natural</i>	61
Tabla 23. <i>Ensayo a tensión muestra de malla recubierta</i>	62
Tabla 24. <i>Valores estadísticos de peso, carga última y elongación, muestra de malla recubierta</i>	63

LISTA DE GRÁFICAS

Pág.

Gráfica 1. <i>Relación Peso vs. Resistencia a tensión, muestra de hilo natural</i>	39
Gráfica 2. <i>Histograma Carga vs Frecuencia, muestra de hilo natural</i>	40
Gráfica 3. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra con t.i. de 6 horas.</i>	41
Gráfica 4. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra con t.i. de 24 horas.</i>	42
Gráfica 5. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra con t.i. de 72 horas.</i>	42
Gráfica 6. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra con t.i. de 120 horas.</i>	43
Gráfica 7. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra recubierta 0.45 M</i>	45
Gráfica 8. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra recubierta 0.75 M</i>	47
Gráfica 9. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra</i> 149	
Gráfica 10. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra 2</i>	50
Gráfica 11. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra 3</i>	51
Gráfica 12. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural sin grasa vegetal</i>	55
Gráfica 13. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural sin grasa vegetal y muestra sin grasa recubierta</i>	57
Gráfica 14. <i>Relación Peso vs Resistencia a Tensión, hilos naturales e hilos recubiertos con mejor desempeño a tensión</i>	59
Gráfica 15. <i>Relación Peso vs. Resistencia a tensión, muestra de malla natural</i> ...	61

Gráfica 16. *Relación Peso vs. Resistencia a tensión, muestra de malla recubierta*
.....63

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. <i>Planta de Fique</i>	18
Figura 2. <i>(a) Fibra de fique (140x) compuesta por (b) filamentos (1120x)</i>	22
Figura 3. <i>Estructura de una fibrilla de un filamento vegetal</i>	22
Figura 4. <i>Micrografía SEM (a) de una sección transversal de una fibra de fique y sus (b) microfibrillas helicoidales</i>	23
Figura 5. <i>Estructura de la celulosa</i>	24
Figura 6. <i>Influencia del contenido de celulosa en la resistencia promedio a tensión de una fibra vegetal</i>	24
Figura 7. <i>Imagen SEM (Scanning Electron Microscope) nanopartículas de hierro</i>	25
Figura 8. <i>Hilo de fique manufacturado con un promedio de ocho filamentos</i>	30
Figura 9. <i>Malla de fique con entramado de 2 x 2</i>	30
Figura 10. <i>Síntesis de nanopartículas de hierro, técnica 1</i>	32
Figura 11. <i>Síntesis de nanopartículas de hierro soportadas in situ</i>	33
Figura 12. <i>Máquina Instron 1125</i>	34
Figura 13. <i>Espécimen tipo para ensayo de tensión y su disposición en máquina Instron</i>	35
Figura 14. <i>Fibra de fique recubierta por (a) técnica 1 y (b) técnica 2</i>	52
Figura 15. <i>Impurezas y desgarre de microfibrillas en fibras de fique</i>	53
Figura 16. <i>Variación de diámetro en hilo de fique</i>	53

RESUMEN

TÍTULO: EVALUACIÓN PRELIMINAR DEL COMPORTAMIENTO A TENSIÓN DE HILOS Y MALLAS DE FIQUE RECUBIERTOS CON NANOPARTÍCULAS DE HIERRO*

AUTOR: Diana Yarith Higuera Cogua**

PALABRAS CLAVES: nanopartículas, fique, ensayos a tensión.

DESCRIPCIÓN:

Por su naturaleza renovable y sus propiedades mecánicas, las fibras naturales constituyen un recurso biodegradable importante en la producción de nuevos materiales; sin embargo dada la descomposición y pérdida de tensión por exposición al ambiente o a agentes agresivos se requieren tratamientos que aumenten la resistencia y protejan la fibra.

Ante dicha necesidad se recubren hilos y mallas de fique con nanopartículas de hierro, y se evalúa el comportamiento a tensión de muestras en estado natural y recubiertas. Las nanopartículas se sintetizan por el método de precipitación y reducción con técnica de soporte *in situ* y de síntesis previa con recubrimiento por inmersión. Muestras de 20 especímenes se recubren variando parámetros de síntesis y mediante ensayos se identifica la técnica y los parámetros que mejor comportamiento a tensión ofrecen; con estos parámetros se recubre una muestra de 10 mallas con trama de 2x2, y se estudia el desempeño a tensión de muestras recubiertas y en estado natural.

La muestra de hilo recubierta con la técnica de síntesis previa y recubrimiento por inmersión con concentración 0.45 M del precursor y tiempo de inmersión de 120 horas presenta el mejor comportamiento a tensión, consiguiendo que el 53,85% de los especímenes fallados en la luz entre mordazas aumente su tenacidad; mientras la muestra de mallas recubierta con los mismos parámetros presenta una disminución en su resistencia a tensión. Respondiendo la pérdida de tensión en hilos y mallas a la interferencia de variables propias de la síntesis de nanopartículas, del proceso de manufactura y de la naturaleza de la fibra; recomendando la implementación de nuevos métodos de desfibrado, mejoras en el proceso de producción industrial de hilos y mallas y el estudio de otros métodos de síntesis, logrando un nuevo material con mayor resistencia útil en las diversas áreas de la Ingeniería Civil.

* Trabajo de Grado.

** Facultad de Ingenierías Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería Civil. Director: Ing. Ricardo Alfredo Cruz Hernández. Codirector: Qco. Luis Oveimar Barbosa Jaimes.

ABSTRACT

TITLE: PRELIMINARY ASSESSMENT OF TENSION BEHAVIOR OF THREAD AND MESH'S FIQUE COATED WITH IRON NANOPARTICLES*

AUTHOR: Diana Yarith Higuera Cogua **

KEYWORDS: nanoparticles, fique, stress test

DESCRIPTION:

By their renewable nature and its mechanical properties, natural fibers are a biodegradable important resource in the production of new materials, but due to the decomposition and loss of tension due to exposure to environmental agents or aggressive treatments are needed to increase its resistance and protect fiber.

Because of this need, the fique fibers are coated with iron nanoparticles, and evaluate the tensile behavior of samples in natural state and covered. The nanoparticles are synthesized by the method of precipitation and reduction with on-site technical support and synthesis prior to dip coating. Samples of 20 specimens are covered by varying synthesis parameters and are identified by testing the technique and the parameters that offer better performance to power. With these parameters is covered a sample of 10 meshes with 2x2 frame, and studies the performance voltage coated samples and in the wild.

The sample of wire is coated with the pre-synthesis technique and dip coating with 0.45 M precursor concentration and immersion time of 120 hours has the best behavior in tension, getting 53.85% of the specimens failed in the span between jaws to increase its toughness, while the sample mesh covered with the same parameters shows a decrease in tensile strength. Answering the voltage loss and mesh wireless interference variables of the synthesis of nanoparticles, the manufacturing process and the nature of the fiber, recommending the implementation of new methods of pulping, improvements in the industrial production process wire and mesh and the study of other synthesis methods, making a new material with greater resistance useful in various areas of Civil Engineering.

* Degree project.

** Physical-Mechanical Engineering Faculty. Civil Engineering Department. Directress: Ph.D. Ricardo Alfredo Cruz Hernández P.E. Codirectress: M.Sc. Luis Oveimar Barbosa Jaimes.

INTRODUCCIÓN

El desarrollo constructivo de Colombia ha encontrado sus bases en el uso del hormigón y del acero como materiales principales para la construcción tanto de edificaciones como de obras públicas. Sin embargo, ante la reciente globalización del sistema aparece el término, construcción sostenible, el cual hace necesario evaluar las técnicas constructivas y los materiales empleados, trazando nuevas rutas en la investigación de materiales económicos que mitiguen el impacto ambiental que acarrea el uso de productos contaminantes en la construcción, como es el caso del acero, recurso no renovable que requiere elevado consumo de energía en su producción y la industria del concreto que contribuye con un 5% de las emisiones anuales de CO₂ en el mundo, (Jerzy Walaszek, 2007).

Ante dicha necesidad surgen las fibras naturales como agentes reforzantes de materiales compuestos, bien sea en su estado natural o procesadas químicamente para mejorar sus propiedades, tal es el caso de las mallas de fique recubiertas con nanopartículas de hierro, las cuales, además de ayudar a resistir esfuerzos a tracción, gracias a su maleabilidad constituyen un material versátil en la construcción.

Por esta razón la malla de fique como material renovable y económico constituye una solución viable, siendo su comportamiento a tensión el objeto de estudio de la presente investigación que pretende alterar la resistencia de las fibras de fique mediante el uso de nanopartículas de hierro buscando obtener resultados viables que permitan la utilización recurrente de las mismas como material compuesto reduciendo la cantidad de hormigón requerido en el sistema tradicional, logrando disminuir el impacto ambiental y los costos de construcción, factores pilares de la construcción sostenible.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar el comportamiento a tensión de hilos y mallas de fique recubiertas con nanopartículas de hierro, comparando su desempeño con el de hilos y mallas en estado natural.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Evaluar el efecto de síntesis de nanopartículas de hierro soportadas in situ en el desempeño a tensión de hilos de fique recubiertos.
- Evaluar el efecto del recubrimiento de hilos de fique por nanopartículas de hierro sintetizadas previamente, sobre el desempeño a tensión de los mismos.
- Determinar la incidencia de la concentración de la solución precursora y del tiempo de reacción en la resistencia a tensión de los hilos de fique recubiertos con nanopartículas de hierro.
- Evaluar el comportamiento a tensión de mallas de fique recubiertas con nanopartículas de hierro utilizando el método de síntesis y las condiciones de reacción que mejor comportamiento a tensión ofrezcan.

1. MARCO DE REFERENCIA

1.1 MARCO TEÓRICO

1.1.1 Naturaleza del Fique

La planta de Fique, originaria de la región Andina, pertenece al género *Furcrae*. De sus veinte especies, cinco son cultivadas en Colombia, principalmente para la extracción de su fibra, conocida comúnmente como fique o cabuya.

La planta alcanza una altura de 2 a 7m, con un tallo pequeño y hojas verdes y carnosas de longitudes que varían entre 1m y 3m y con ancho de 10cm a 20cm, dispuestas radialmente con bordes dentados o lisos según la variedad (Ministerio de Ambiente, 2006).



Figura 1. Planta de Fique

Fuente: < http://ecofibrascuriti.hostoi.com/?page_id=48>

Los productos de la planta de fique se obtienen principalmente de la hoja (tabla 1), cuya composición física varía según la especie.

Tabla 1. Estructura física de la hoja de Fique

Componente	Porcentaje en la hoja	Porcentaje Útil	Usos
Fibra	5	4	En la industria textil, empaques
Jugo	70	40	Extracción de esteroides
Estopa	8	3	Pulpa de papel
Bagazo	17	10	Material de construcción, abono

Fuente: Arroyave y Velásquez, 2001

La fibra de fique representa máximo el 4% del peso total de la hoja y dadas las bondades que posee ha sido empleada en el territorio nacional desde tiempos inmemorables para la fabricación de utensilios y empaques.

El proceso para la obtención de ésta fibra es conocido como beneficio del fique; de él depende en alto grado la calidad de la fibra.

1.1.1.1 Beneficio del Fique y producción industrial

Beneficio del fique: la extracción de la fibra de fique se logra por medios mecánicos, comprendiendo las siguientes labores:

Época y corte: desprendimiento y recolección periódica de hojas en estado maduro, evitando cortar hojas sobremaduras y que no hayan alcanzado su estado de maduración; los dos estados causan pérdida en la tenacidad de la fibra.

Desfibrado: las fibras son separadas de la corteza de la hoja por medios manuales o con desfibradora portátil de motor. El desfibrado manual proporciona fibra de mayor longitud, calidad y suavidad; sin embargo, dada su baja producción

y la exposición de quien realiza esta labor a enfermedades cutáneas y laceraciones en las manos (Ministerio de Ambiente, 2006), éste método ha entrado en desuso en la producción industrial, implementándose el método de desfibrado mecánico; el cual expone la fibra a sobreesfuerzos mecánicos que afectan drásticamente propiedades mecánicas como resistencia a tensión y a compresión (Bismarck, Mishra y Lampke, 2005).

Fermentado y lavado: la fibra se sumerge en agua, retirando los residuos de la hoja por descomposición orgánica de la materia en el proceso de fermentación.

Secado y sacudido: la fibra es extendida en prados o colgada en secadores; obteniéndose con los secadores una fibra más limpia, libre de residuos orgánicos y con el porcentaje de humedad adecuado para sacudirla, desprendiendo los residuos que aún contenga (Ministerio de Ambiente, 2006).

Empacado: la fibra seca con humedad máxima del 12% se separa en primera, segunda y en algunos casos tercera calidad, según parámetros establecidos por el productor, agrupándola en manojos de un Kilo aproximadamente (Ecofibras Ltda. et al., 2005), para ser trasladados a mercados locales y a industrias del sector.

Producción industrial de hilo y tela de Fique: la calidad de la fibra de fique se supervisa según parámetros internos de cada empresa y/o parámetros establecidos por la Norma Técnica Colombiana NTC 992. El proceso de producción se describe a continuación:

Preparación de la fibra: la fibra se lubrica con grasa de origen animal (cebo) o vegetal (estearina de palma), proporcionando la textura necesaria para el peinado o escarmenado, evitando el deterioro de la fibra durante el proceso.

Escarmenado y remojo: manualmente la fibra pasa entre un peine de barras puntiagudas, desenredándola y quitándole impurezas (restos de corteza de la

hoja, hierba, etc.), formando una mecha uniforme y continua, la cual se remoja en agua con detergente en polvo por un período de 12 a 24 horas para retirar impurezas adheridas (polvo, grasa, mugre, etc.); finalmente se enjuaga con abundante agua.

Hilado: la mecha es procesada mediante torsión sacando de ella haces de fibra que se van estirando y calibrando en el torno de la máquina Hiladora formando un hilo continuo y uniforme del calibre deseado.

Bobinado y urdido: el hilo pasa a la fase de enconado, del cual se surte la máquina Urdidora, la cual enrolla el hilo en enjulos para alimentar luego el proceso de tejeduría como Urdimbre, mientras el hilo de trama va directamente del enconado a los telares (Ministerio de Ambiente, 2006).

Tejido: usando telares planos o semicirculares se entrelazan perpendicularmente hilos de urdimbre, dispuestos en dirección horizontal, e hilos de trama, dispuestos en dirección vertical, formando un tejido plano según especificaciones.

Calandro: el tejido pasa a través de una máquina llamada Calandra, la cual lo impregna con agua-algodón, lo seca y lo prensa; dándole buen acabado y buena textura.

1.1.1.2 Estructura física de la fibra de Fique

La fibra extraída, cuyo porcentaje útil representa el 4% del peso de la hoja, constituye la estructura principal de las paredes celulares del tejido vegetal.

“Cada filamento está constituido por fibrillas elementales soldadas con lignina. Los extremos de las fibrillas se sobreponen para formar filamentos multicelulares a lo largo de la hoja, y son éstos los que conforman la fibra de fique” (Ministerio de Ambiente, 2006, p. 25).

Las imágenes obtenidas por estereoscopía de la figura 2 muestran la fibra de fique y los filamentos que la componen.

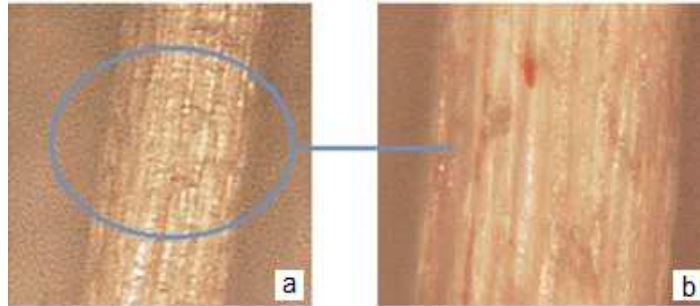


Figura 2. (a) Fibra de fique (140x) compuesta por (b) filamentos (1120x).

Las fibrillas elementales, que conforman los filamentos, están constituidas por microfibrillas helicoidales de celulosa embebidas en una matriz amorfa de lignina y hemicelulosa, formando paredes celulares no homogéneas dispuestas alrededor del lumen (Bismarck et al., 2005); como lo ilustra la figura 3.

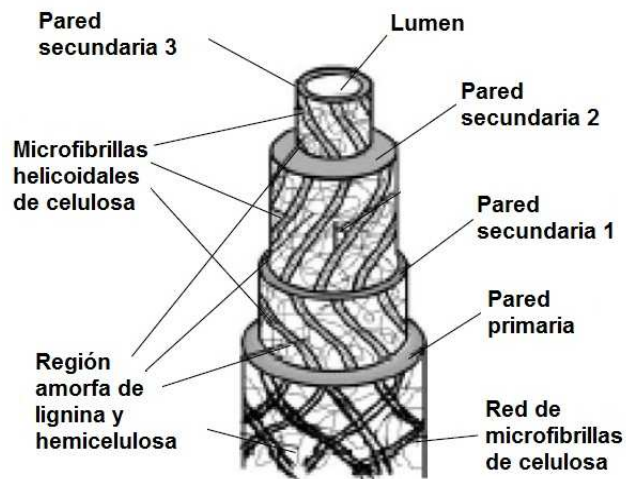


Figura 3. Estructura de una fibrilla de un filamento vegetal. [Adaptado de: (Bismarck, Mishra, & Lampke, 2005)]

Entre las funciones de la hemicelulosa (Delvasto, Toro, Perdomo y Mejía de Gutiérrez, 2009) y el lumen (Bismarck et al., 2005) está responder por la absorción de agua.

Las microfibrillas helicoidales aportan un carácter elástico a la fibra de fique (Contreras, Hormaza y Maraón, 2009), gracias a su orientación espiral alrededor del eje de la fibra.

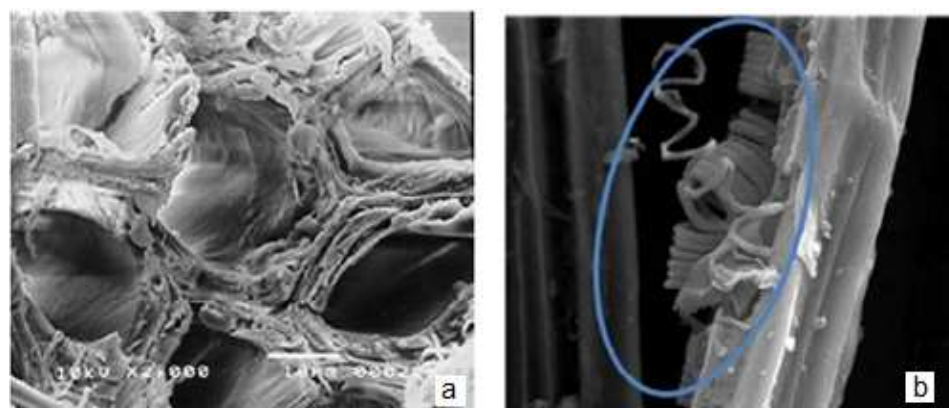


Figura 4. Micrografía SEM (a) de una sección transversal de una fibra de fique y sus (b) microfibrillas helicoidales.

Fuente: (a) Delvasto et al., 2009, p.188 (b) Contreras et al., 2009, p. 61.

En la figura 4(a) se evidencia el diámetro del lumen, aproximadamente 20µm, al igual que la forma hexagonal y la capa interna de la pared secundaria de la fibrilla de fique (Delvasto et al., 2009); así como la estructura helicoidal de las microfibrillas (figura 4(b)).

1.1.1.3 Estructura química de la fibra de Fique

La estructura química del fique, como se describió anteriormente, está compuesta principalmente por celulosa, lignina y hemicelulosa.

Tabla 2. Composición química de la fibra de Fique

Componente	Porcentaje
Celulosa	70
Lignina	10.1
Agua	12

La celulosa, componente principal de la fibra de fique, es una macromolécula lineal constituida por unidades repetitivas de glucosa. Cada unidad repetitiva contienen tres grupos hidroxilo libres (OH), los que intervienen en las características físicas de la fibra y en la capacidad de las mismos para formar enlaces de hidrógeno.

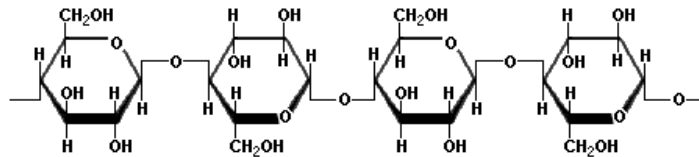


Figura 5. Estructura de la celulosa

Fuente: <<http://www.scientificpsychic.com/fitness/carbohidratos2.html>>

El porcentaje de celulosa en las fibras naturales influye en su comportamiento. El incremento en el contenido de celulosa de una fibra vegetal produce un aumento en la resistencia a tensión de la fibra y del valor del módulo de Young (Bismarck et al., 2005).

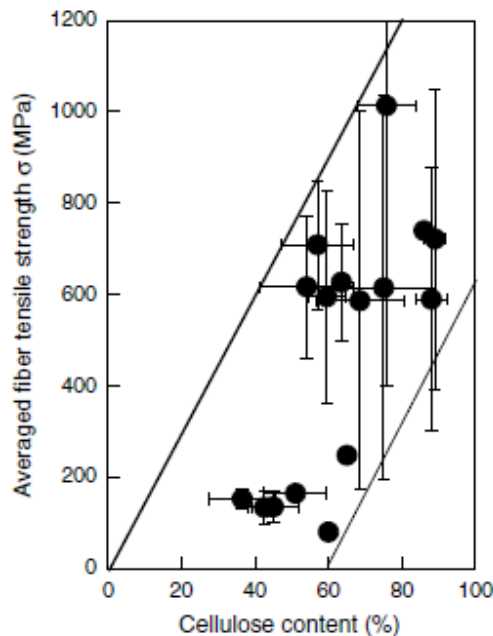


Figura 6. Influencia del contenido de celulosa en la resistencia promedio a tensión de una fibra vegetal.

Fuente: Bismarck et al., 2005, p. 14

1.1.2 Nanotecnología

La Sociedad Americana de Prueba de Materiales (ASTM E2456-06) define la nanotecnología como un amplio rango de técnicas que miden, manipulan o integran materiales y/o características con al menos una dimensión entre 1 y 100 nanómetros (nm); estudiando aquellas propiedades que difieren entre sistemas macroscópicos y estructuras a nanoescala.

Las propiedades de un sólido dependen de la escala a la que se midan; el estudio de cuerpos a escala macro asigna propiedades físicas resultado del promedio de detalles microscópicos, como la densidad y el módulo de elasticidad.

El estudio a escala nanométrica indica diferencias en las propiedades físicas y químicas de los materiales (Poole Jr. y Owens, 2007); las cuales surgen en la transición entre las propiedades de átomos y moléculas, estudiadas por la mecánica cuántica, y las macro-propiedades descritas por la mecánica clásica; constituyendo el foco de investigación de las nanociencias.

1.1.2.1 Nanopartículas de hierro

Decenas a millares de átomos conforman una nanopartícula con dimensiones mayores a 1nm y menores a 100nm ($1\text{nm} = 1 \times 10^{-9}\text{m}$); cuya aplicación depende de sus propiedades físicas y químicas, determinadas por el tamaño, la forma y la distribución de las nanopartículas.

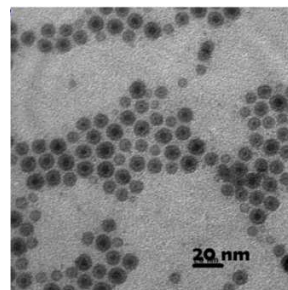


Figura 7. Imagen SEM (Scanning Electron Microscope) nanopartículas de hierro.
Fuente: Huber, 2009, p. 1683

El comportamiento a tensión de un material nanoestructurado, según la relación empírica de Hall-Petch, lo determina el tamaño de grano que constituye el material: a menor tamaño de grano mayor resistencia a tensión.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}$$

Donde σ_y es el esfuerzo de cedencia, σ_0 y k son constantes empíricas y d es el tamaño de grano.

La disminución de tamaño de grano alrededor de 10nm representa un aumento en la resistencia a tensión, comportamiento que se invierte para valores inferiores a este tamaño (Mantilla, 2005).

La superficie específica de las nanopartículas, al igual que la morfología, constituye otra de sus propiedades fundamentales; las nanopartículas de hierro presentan una superficie específica del orden de 30gr/m² (Martínez, 2006), propiedad clave en el desarrollo del campo de aplicación de éstas nanopartículas metálicas; además de sus propiedades magnéticas, su habilidad para atravesar barreras fisiológicas, sus bajos costos y su naturaleza no tóxica (Zhang, 2003; López y Gally).

Éstas características posibilitan la aplicación de nanopartículas de hierro principalmente en la industria de medios de grabación magnética y permiten potenciales aplicaciones que se encuentran bajo investigación, como el uso en biomédica, almacenamiento de datos, núcleos de transformadores entre otros. También son útiles en el campo de remediación ambiental, recuperando suelos, aguas freáticas contaminadas y corrientes residuales de plantas industriales, entre otros; encontrándose actualmente en investigación estas aplicaciones ambientales (Huber, 2009; Lee et al., 2008; Zhang, 2003).

1.1.2.2 Síntesis de nanopartículas de hierro

La síntesis de nanopartículas se divide en dos grupos, según el proceso de obtención; métodos físicos y métodos químicos. En los métodos físicos se subdividen materiales en volumen, obteniendo nanopartículas de gran dimensión y con un amplio intervalo de distribución de tamaño; mientras en los métodos químicos el proceso se da por crecimiento de nanopartículas a partir de precursores moleculares, con dimensiones menores que las obtenidas por métodos físicos y con un estrecho intervalo de distribución de tamaño.

Los métodos químicos presentan diferentes procesos de síntesis variando parámetros y condiciones, buscando un producto homogéneo en tamaño y forma; y con fiabilidad en reproductibilidad; describiendo a continuación el método clásico de síntesis de nanopartículas, empleado en este proyecto.

Síntesis por precipitación y reducción

La reducción química de sales metálicas ha sido el método más común en la síntesis de nanopartículas metálicas dada la sencillez del método.

En el proceso de síntesis de nanopartículas de hierro, una solución precursora como cloruro de hierro (FeCl_2 o FeCl_3) es disuelta en un solvente común, generalmente agua, añadiendo posteriormente un agente reductor, siendo el borohidruro de sodio el agente más usado, para producir partículas nanométricas cuya morfología y tamaño es controlado por parámetros como la concentración y la velocidad de adición del agente reductor y el pH de la reacción durante el proceso de síntesis y de purificación.

Aunque es un proceso sencillo, durante la síntesis las nanopartículas tienden a agregarse, lo que requiere el uso de un surfactante que prevenga la formación de clusters que se acercan al tamaño de micrones e invaliden las propiedades de la nanodimensión.

1.2 MARCO DE ANTECEDENTES

Investigaciones recientes han señalado los nanotextiles como una aplicación importante de la nanotecnología gracias a las nuevas propiedades que desarrollan las fibras al modificar sus estructuras moleculares.

Entre los métodos desarrollados se encuentra el recubrimiento de fibras con nanopartículas soportadas *in situ*; método investigado inicialmente por Toyoki Kunitake et al. durante la última década; quien reportó en 2003 la síntesis de nanopartículas de metales nobles como plata, oro y platino entre otros, soportada en fibras porosas de celulosa bajo condiciones ambientales; actuando las fibras como nanoreactores eficaces durante la reacción gracias a la estructura de los nanoporos, los que permiten la entrada de iones metálicos y de agentes reductores y a su vez la eliminación de subproductos innecesarios contenidos dentro de la fibra.

Igualmente se reporta el recubrimiento de fibras de celulosa con nanopartículas magnéticas, sintetizando previamente las nanopartículas y sumergiendo posteriormente las fibras dentro de la suspensión. En 2009 Aaron Small y James Johnston sintetizaron nanopartículas de magnetita recubriendo exitosamente fibras de papel, obteniendo hojas magnéticas; afirmando que las nanopartículas se unieron firmemente a la superficie de las fibras y a sus filamentos internos.

Sobre estos métodos de recubrimiento se han reportado algunas investigaciones en las que se crea gel de celulosa en laboratorio y se modifican ciertas condiciones de síntesis, siendo las investigaciones mencionadas anteriormente las de mayor utilidad al desarrollo de la investigación por el uso de celulosa natural.

Destacando que en la literatura estudiada, tanto nacional como internacional, no se encontró reporte alguno sobre investigaciones enfocadas en el mejoramiento de propiedades mecánicas de fibras naturales haciendo uso de la nanotecnología.

Acerca del fique se han publicado diversas investigaciones sobre propiedades de la fibra y sus derivados al igual que su uso como geotextil y en la producción de materiales compuestos, temas de interés para el proyecto; lideradas por universidades nacionales, el gobierno y el sector privado.

En 1997 Delvasto reporta en su tesis doctoral titulada "Investigación de los mecanismos de adherencia en la interface del material compuesto hormigón-fibra natural de fique y de la optimización de su comportamiento a la tenacidad en servicio", el desempeño eficiente que presentan fibras de fique embebidas en el hormigón en la resistencia a tensión, en la absorción de energía y la resistencias a acciones dinámicas del hormigón fibro-reforzado; lo que permite, según el autor, la incorporación de éste al conjunto de materiales compuestos que presentan gran integridad y durabilidad.

Adicionalmente la literatura reporta investigaciones realizadas por la Escuela de Ingeniería Civil de la Universidad Industrial de Santander sobre mallas de fique. En 1998 Bolaño y Zapata investigan el uso de la malla de fique como geotextil para control de erosión y el uso en drenajes superficiales, obteniendo un buen comportamiento gracias a las propiedades mecánicas comprobadas con ensayos de resistencia a tensión y a punzonamiento, entre otros.

Investigándose también en 1999 por Combariza y Martínez el uso de la malla de fique como refuerzo externo de elementos de concreto sometidos a compresión, reportando que el uso de la malla como refuerzo externo puede aumentar la resistencia a compresión de un elemento en un porcentaje del 30% al 35% de su capacidad normal.

En el 2000 se realizó la caracterización mecánica a tensión de hilos y mallas de fique producidos por Ecofibras Ltda. y la Compañía de Empaques de Medellín, identificando el hilo y la malla que mayor tenacidad y elongación presentaba del lote de cada empresa. Investigación adelantada por Arango, Cruz y Latorre.

2. MATERIALES Y DISEÑO METODOLÓGICO

2.1 MATERIALES

Hilo de fique

El hilo, proporcionado por la Empresa Cooperativa de Fibras Naturales de Santander, Ecofibras Ltda., del municipio de Curití, ha sido manufacturado con un promedio de ocho filamentos, mínimo número para la producción de hilos de fique en dicha empresa; consiguiendo un hilo de torsión media que presenta diferentes densidades (g/m) y algunos filamentos sueltos.

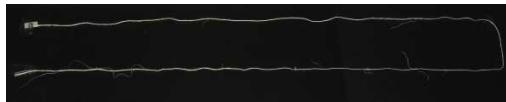


Figura 8. Hilo de fique manufacturado con un promedio de ocho filamentos.

Malla de fique

La malla, proporcionada por Ecofibras Ltda., ha sido tejida con el hilo descrito anteriormente; con un entramado de 2X2, entrelazando dos hilos de urdimbre con dos hilos de trama, siguiendo un patrón tafetán de tejido; consiguiendo una malla con una densidad de 60 hilos/10cm y un peso promedio de 215,65 g/m².

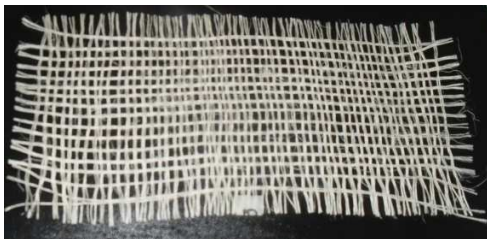


Figura 9. Malla de fique con entramado de 2 x 2.

Reactivos

Los reactivos, proporcionados por el Laboratorio de Bioquímica de la Escuela de Química de la Universidad Industrial de Santander, se relacionan en la descripción metodológica de la síntesis de nanopartículas.

2.2 METODOLOGÍA

En la fase inicial de la investigación se determinaron los parámetros experimentales de síntesis que mejor resistencia a tensión proporcionan a los hilos con el recubrimiento de nanopartículas de hierro. Posteriormente se adelantó la segunda fase, recubriendo mallas según los parámetros definidos y evaluando su comportamiento a tensión. A continuación se describen las fases de la investigación:

2.2.1 Recubrimiento y prueba a tensión de hilos

El hilo se limpió con ultrasonido sumergiéndolo en agua durante una hora y secándolo posteriormente a temperatura ambiente. Muestras de 20 especímenes de un metro de longitud se recubrieron con nanopartículas de hierro siguiendo dos técnicas de síntesis y variando la concentración de la solución precursora y el tiempo de reacción en cada técnica.

Síntesis de nanopartículas de hierro y recubrimiento con técnica 1

Reactivos

- Cloruro de hierro (III) FeCl_3
- Sulfito de sodio Na_2SO_3
- Hidróxido de amonio NH_4OH
- Ácido clorhídrico HCl
- Polietilenglicol (PEG). Surfactante

Método

Se sintetizaron nanopartículas con concentraciones de cloruro de hierro de 0.45 M y 0.75 M y una relación molar de 1:5 entre el cloruro de hierro y el sulfito de sodio, siguiendo el proceso descrito a continuación:

Determinada cantidad de FeCl_3 se diluyó en ácido clorhídrico, agregando posteriormente, bajo agitación, los gramos necesarios de PEG y la cantidad

correspondiente de Na_2SO_3 con concentración de 1 M, reduciendo el cloruro de hierro a sales ferrosas; presentándose justo después de la mezcla de Fe^{3+} y SO_3^{2-} un cambio de color de amarillo a naranja, indicando la formación de iones complejos; una vez el color cambia de naranja a amarillo nuevamente, se agrega una solución de hidróxido de amonio diluido en agua desionizada bajo una agitación vigorosa, hasta conseguir, un pH igual a 11; formándose un precipitado negro que permanece en agitación por 30 minutos (Fig. 10). Finalmente el vaso que contiene la suspensión se colocó sobre una placa magnética, recolectando así las nanopartículas para desechar el sobrenadante y verter agua, repitiendo el proceso hasta conseguir un pH de 7 en el sobrenadante.

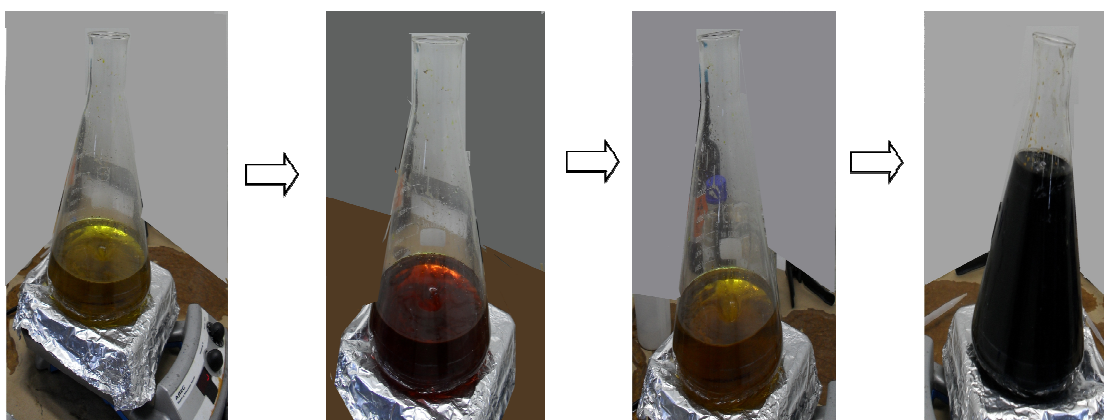


Figura 10. Síntesis de nanopartículas de hierro, técnica 1.

Se disponen los hilos en un recipiente de manera que estén separados y se vierte el fluido que contiene las nanopartículas de hierro en suspensión; disponiendo luego el recipiente en un shaker de agitación orbital bajo agitación vigorosa, variando los tiempos de recubrimiento de las diferentes muestras. Una vez los filamentos internos y externos de los hilos son recubiertos, la muestra es puesta dentro de agua y sonificada durante 5 minutos, cambiando el agua y repitiendo el procedimiento hasta que ésta quede limpia, removiendo nanopartículas de enlaces débiles, secando los hilos posteriormente a temperatura ambiente.

Síntesis de nanopartículas de hierro y recubrimiento con técnica 2

Reactivos

- Cloruro de hierro (III) FeCl_3
- Borohidruro de sodio NaBH_4
- Polietilenglicol (PEG). Surfactante

Método

En la síntesis de nanopartículas de hierro soportadas *in situ* se varió el tiempo de sumergimiento de la muestra tanto en el cloruro de hierro como en el borohidruro de sodio, siguiendo el proceso descrito a continuación:

Se preparó la solución precursora con una concentración de 0.045 M diluyendo determinada cantidad de cloruro de hierro (III) en agua desionizada y el agente reductor de concentración 0.25 M diluyendo la cantidad necesaria de borohidruro de sodio en agua desionizada; agregando el surfactante a la solución precursora. Posteriormente los hilos se sumergieron en la solución precursora y luego en el agente reductor, sintetizándose de esta manera nanopartículas de hierro tanto en la superficie del hilo como en sus filamentos internos (Fig. 11). Repitiendo finalmente el proceso de lavado y secado de los hilos descrito en la síntesis por técnica 1.

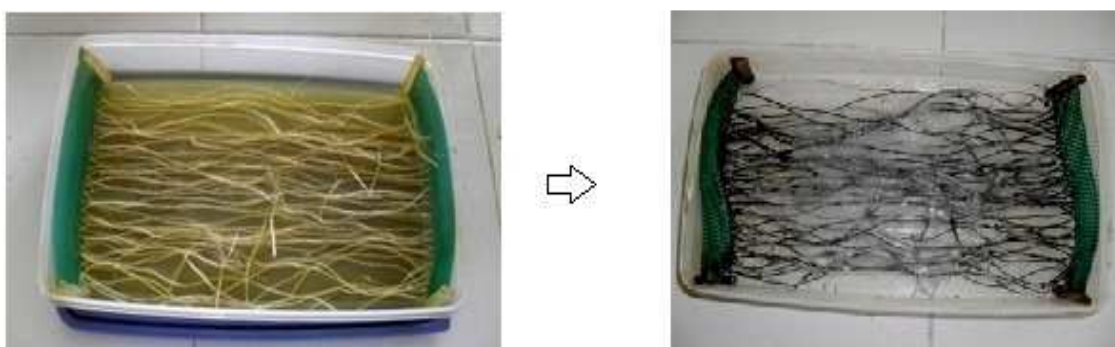


Figura 11. Síntesis de nanopartículas de hierro soportadas *in situ*.

Prueba a tensión de hilos

Los ensayos a tensión se realizaron según los parámetros establecidos por la norma NTC 992, de Textiles, Fibras naturales, Cabuyas para hilados y tejidos, la cual especifica los requisitos a los que se debe someter la fibra natural para hilados y tejidos. Sin embargo la norma no hace referencia sobre la velocidad, distancia entre mordazas y otras especificaciones de ensayo, las cuales se definieron realizando pruebas sobre los hilos y determinando las condiciones apropiadas para los ensayos, definiendo los siguientes valores:

Velocidad de aplicación de carga	40 mm/min
Separación entre mordazas	200 mm
Humedad relativa	65 ± 5%
Temperatura del cuarto de ensayo	20°C

Dichos ensayos se realizaron con la máquina Instron 1125 del laboratorio de resistencia de materiales de la Escuela de Ingeniería Civil, empleando mordazas cilíndricas apropiadas para una aplicación de carga axial, como lo ilustra la fig. 12.



Figura 12. Máquina Instron 1125

2.2.2 Recubrimiento y prueba a tensión de mallas

Las mallas fueron lavadas con ultrasonido sumergiéndolas durante tres horas en agua. Se recubrió posteriormente una muestra de 10 especímenes, cada uno de ellos con dimensiones aproximadas de 10x20 cm, empleando la técnica y los parámetros de síntesis que mejor comportamiento a tensión ofrecían a las muestras de hilos siguiendo el proceso descrito en el numeral anterior.

Los ensayos a tensión de las dos muestras, mallas recubiertas y mallas en estado natural, se realizaron bajo los parámetros establecidos en la norma del Instituto Nacional de Vías I.N.V. E-901, Método para la determinación de la carga de rotura y la elongación de geotextiles, la cual tiene como objeto describir la preparación de los especímenes y el procedimiento a seguir para realizar ensayos de tensión a geotextiles tejidos y no tejidos.

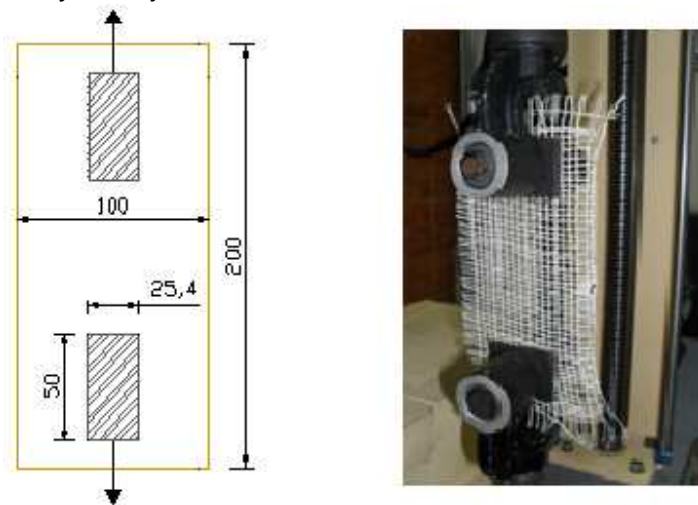


Figura 13. *Especímen tipo para ensayo de tensión y su disposición en máquina Instron.*

Los ensayos se realizaron en la maquina Instron 1125, usando mordazas metálicas planas, cuyas dimensiones expresadas en mm se señalan en la fig. 13. La velocidad se definió realizando algunas pruebas y observando el comportamiento de las curvas de deformación vs fuerza aplicada se estableció una velocidad de 70 mm/min con una separación entre mordazas de 75 mm en un cuarto de ensayos con temperatura de 20 °C y humedad relativa de $65 \pm 5\%$.

2.2.3 Tamaño de muestra, cálculo de datos y análisis estadístico

Tamaño de muestra

El tamaño de muestra para hilos se definió según la investigación adelantada por el grupo INME (referenciada en el marco de antecedentes), en la que se calcularon parámetros estadísticos que definieron la aplicación de muestreo aleatorio simple (MAS), escogiendo como tamaño de muestra 20 especímenes para la investigación.

El número de especímenes de la muestra de mallas se definió según el numeral 5.3.1 de la norma I.N.V. E-901, que especifica un número de 10 mallas para los ensayos en dirección de la máquina.

Cálculo de datos

El cálculo de tenacidad para hilos se realiza aplicando las especificaciones de la norma de textiles NTC 992, hallando los siguientes valores:

$$T = 1000 \times m$$

Donde:

T: título de las fibras de fique en tex

m: masa de un metro de espécimen en gramos

El título es la unidad de medida empleada para expresar el diámetro de un hilo en tex y representa el diámetro de un hilo de 1000 metros de longitud que pesa un gramo.

$$t = \frac{1000 \times R}{T}$$

Donde:

t: tenacidad en cN/tex

R: valor de la resistencia a tensión en daN

La resistencia a tensión de las mallas corresponde al valor registrado durante el ensayo como la máxima fuerza con la que el espécimen alcanza la rotura expresado en Newtons (N), según la norma I.N.V. E-901.

Análisis estadístico

El análisis estadístico de los datos se realizó según los parámetros establecidos por la norma NTC 2062-1, excluyendo de cada muestra los datos de hilos con región de falla fuera de la luz entre mordazas; empleando las hojas de cálculo de Microsoft Excel.

El coeficiente de variación (CV) se empleó para determinar el grado de homogeneidad de la resistencia de los hilos; teniendo presente que un CV menor o igual que 30% certifica el uso de muestreo aleatorio simple.

$$CV = \left(\frac{S}{x} \right) \times 100$$

Donde:

S: desviación estándar de la muestra
x: media de la muestra

Tomando por buen criterio que el 60% de los datos de una muestra estén comprendidos por una desviación estándar (S) a lado y lado de la media (x), es decir en un rango de (x-S) a (x+S); según estudios adelantados anteriormente sobre el comportamiento a tensión de hilos y mallas de fique por el grupo INME.

La correlación entre los datos de peso y carga última requiere una regresión polinómica con grado superior a 6 y con valores R inferiores a 0,7 dada la dispersión de los resultados por tratarse de ensayos en fibras naturales. Obedeciendo a los bajos valores de R y por tanto a la baja confiabilidad de los valores obtenidos con la correlación, ésta no se realiza.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 HILOS EN ESTADO NATURAL

Cada espécimen fue medido y pesado previo al ensayo de tensión, tomando los valores de peso, carga última y deformación como parámetro de comparación para evaluar la resistencia a tensión y la deformación de los hilos recubiertos.

Adicionalmente con un micrómetro se midió el diámetro de cada espécimen, midiéndolo en tres zonas y promediando estos valores. La media de los 20 valores obtenidos anteriormente representa el diámetro promedio del hilo con el que se realizaron los demás ensayos y se confecciono la malla (ver anexo A).

Diámetro promedio del hilo: 0,758 mm

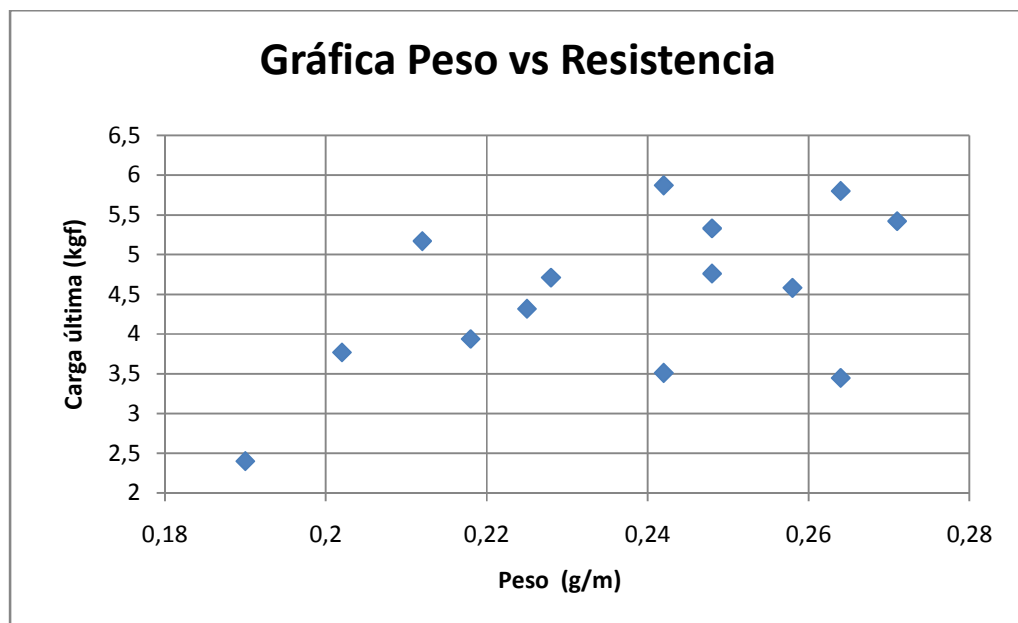
Tabla 3. *Ensayo a tensión muestra de hilo natural*

MUESTRA	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	RESISTENCIA daN	TÍTULO tex	TENACIDAD cN / tex	ELONG. mm	ELONG. %
1	0,258	4,58	4,492	258,0	17,409	32,21	16,11
2	0,228	4,71	4,619	228,0	20,259	36,29	18,15
3	0,212	5,17	5,070	212,0	23,916	40,82	20,41
4	0,242	5,87	5,757	242,0	23,788	33,61	16,81
5*	0,166	3,35	3,285	166,0	19,791	26,542	13,27
6	0,271	5,42	5,315	271,0	19,614	41,15	20,58
7*	0,231	3,69	3,619	231,0	15,666	30,54	15,27
8	0,218	3,94	3,864	218,0	17,725	25,89	12,95
9*	0,246	3,43	3,364	246,0	13,674	22,50	11,25
10	0,202	3,77	3,697	202,0	18,303	30,59	15,30
11	0,242	3,51	3,442	242,0	14,224	25,48	12,74
12	0,264	5,8	5,688	264,0	21,546	31,21	15,61
13	0,190	2,4	2,354	190,0	12,388	21,55	10,78

MUESTRA	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	RESISTENCIA daN	TÍTULO tex	TENACIDAD cN / tex	ELONG. mm	ELONG. %
14	0,225	4,32	4,237	225,0	18,829	34,80	17,40
15	0,248	4,76	4,668	248,0	18,823	25,1	12,55
16*	0,227	3,27	3,207	227,0	14,127	13,71	6,86
17	0,248	5,33	5,227	248,0	21,077	19,69	9,85
18*	0,263	4,012	3,935	263,0	14,960	27,54	13,77
19	0,264	3,45	3,383	264,0	12,816	30,12	15,06
20*	0,194	4,60	4,511	194,0	23,254	32,51	16,26

* Zona de falla fuera de luz entre mordazas.

Gráfica 1. Relación Peso vs. Resistencia a tensión, muestra de hilo natural



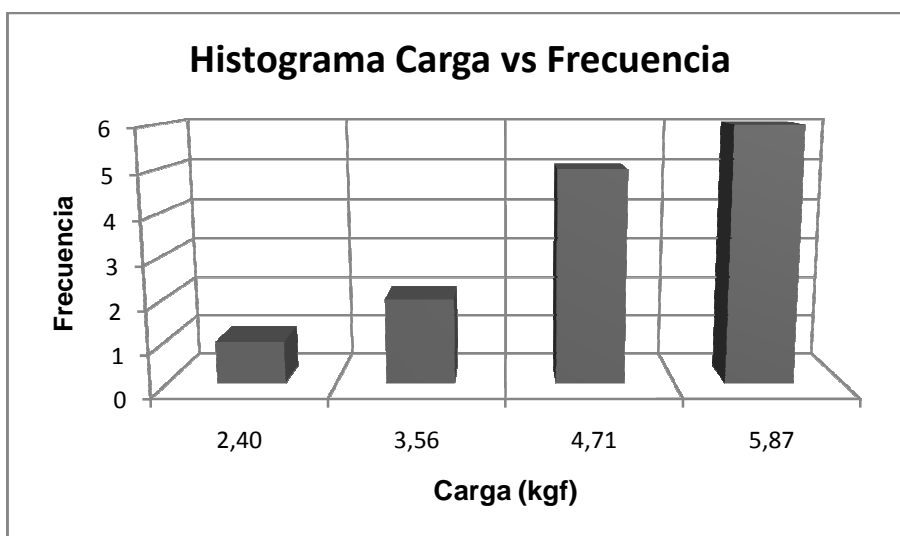
De la muestra de 20 especímenes 6 fallaron fuera de la luz entre mordazas, representando el 30% de la muestra.

Para el análisis del 70% de la muestra se presentan a continuación los valores estadísticos representativos y el histograma.

Tabla 4. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación de muestra de hilo natural

	PESO	CARGA ÚLTIMA	ELONGACIÓN
Media (X)	0,237	4,502	30,608
Varianza (S^2)	6,146E-04	1,003	42,892
Desviación estándar (S)	0,025	1,002	6,549
Coefficiente de Variación (%)	10,479	22,246	21,397
Rango	0,081	3,470	21,460
Mínimo	0,190	2,400	19,690
Máximo	0,271	5,870	41,150
X - S	0,212	3,501	24,059
X + S	0,261	5,504	37,157
Rango (X-S, X+S) %	52,940	70,590	64,700

Gráfica 2. Histograma Carga vs Frecuencia, muestra de hilo natural



Clase	F/cia
2,40	1
3,56	2
4,71	5
5,87	6

Los valores de peso presentan una distribución poco homogénea con un porcentaje de 52,9% comprendido en el intervalo [0,212; 0,261] dada la naturaleza de la fibra de fique y la producción manual del hilo. Mientras los valores de carga última presentan mayor homogeneidad con un 70,6% en un rango de 3,501kgf a 5.504 kgf, como lo señala el histograma.

3.2 HILOS RECUBIERTOS CON TÉCNICA 1

3.2.1 Incidencia del tiempo de inmersión de la muestra en la resistencia a tensión

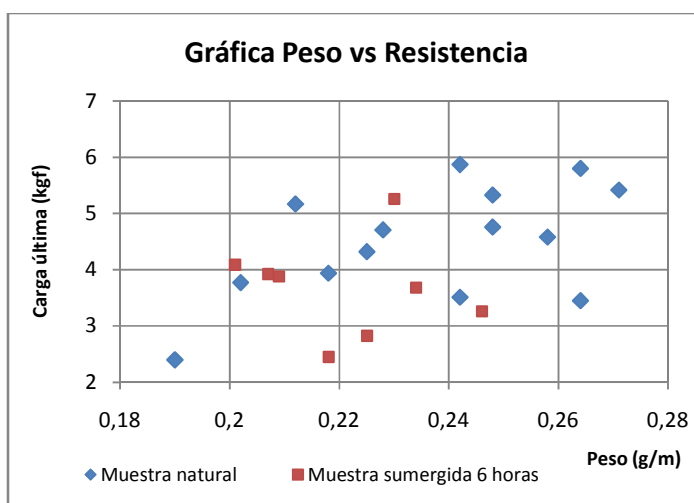
Para determinar el tiempo necesario de recubrimiento se sintetizaron nanopartículas con concentración de FeCl_3 de 0.45 M y se varió el tiempo de inmersión de los hilos evaluando el comportamiento a tensión de cada muestra en relación con la resistencia a tensión de la muestra natural.

Tiempo de inmersión de la muestra: 6 horas

Tabla 5. Ensayo de tensión en muestra con tiempo de inmersión (t.i.) de 6 horas

Gráfica 3. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra con t.i. de 6 horas.

#	PESO g/m	CARGA ULTIMA Kgf	ELONG. mm
1*	0,210	3,20	15,41
2*	0,192	4,73	18,27
3	0,225	2,82	18,43
4	0,201	4,09	17,18
5	0,234	3,68	21,02
6	0,218	2,45	16,68
7	0,209	3,88	26,19
8	0,246	3,26	17,63
9	0,230	5,26	27,78
10	0,207	3,92	19,65



* Zona de falla fuera de luz entre mordazas

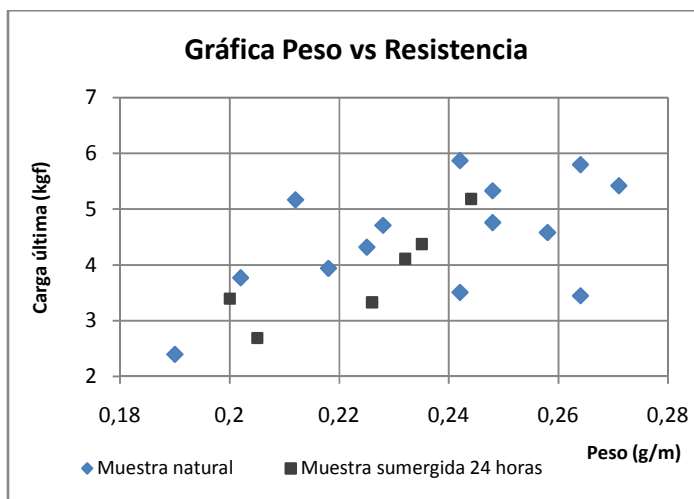
Con tiempo de inmersión de 6 horas el 75% de los hilos tiene una resistencia a tensión menor que 4kgf, presentando pérdida de resistencia en relación con la muestra natural más del 50% de los hilos fallados en la luz.

Tiempo de inmersión de la muestra: 24 horas

Tabla 6. Ensayo de tensión en muestra con t.i. de 24 horas

Gráfica 4. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra con t.i. de 24 horas.

#	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	ELONG. mm
1*	0,212	4,57	16,27
2	0,235	4,37	17,35
3	0,226	3,33	14,70
4	0,232	4,11	18,97
5	0,205	2,69	13,74
6	0,200	3,36	13,35
7*	0,210	4,21	11,59
8	0,244	5,18	17,26
9	0,179	2,77	10,30
10*	0,192	1,50	2,70



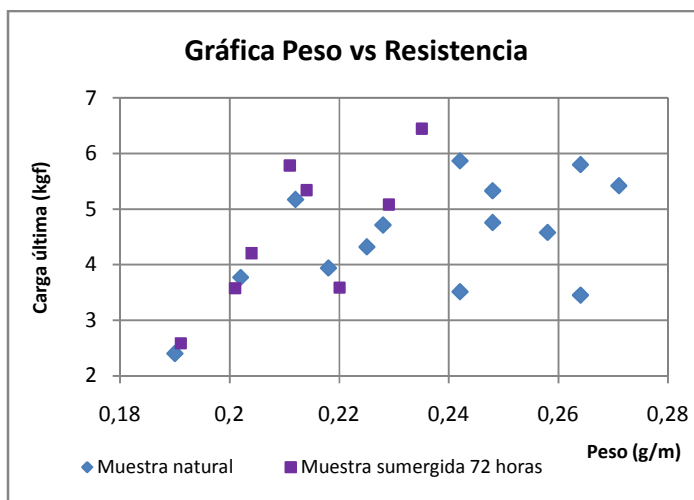
* Zona de falla fuera de luz entre mordazas.

Tiempo de inmersión de la muestra: 72 horas

Tabla 7. Ensayo de tensión en muestra con t.i. de 72 horas

Gráfica 5. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra con t.i. de 72 horas.

#	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	ELONG. mm
1	0,214	5,34	21,56
2	0,229	5,08	17,21
3	0,204	4,21	17,08
4	0,235	6,44	19,97
5	0,201	3,58	16,28
6*	0,240	4,85	15,99
7	0,211	5,78	16,66
8	0,220	3,59	16,69
9*	0,214	2,77	13,27
10*	0,196	4,11	19,35



En la muestra con tiempo de inmersión de 24 horas el 50% de los espécimenes tiene una resistencia a tensión menor que 4kgf, presentándose además pérdida de resistencia en la totalidad de la muestra.

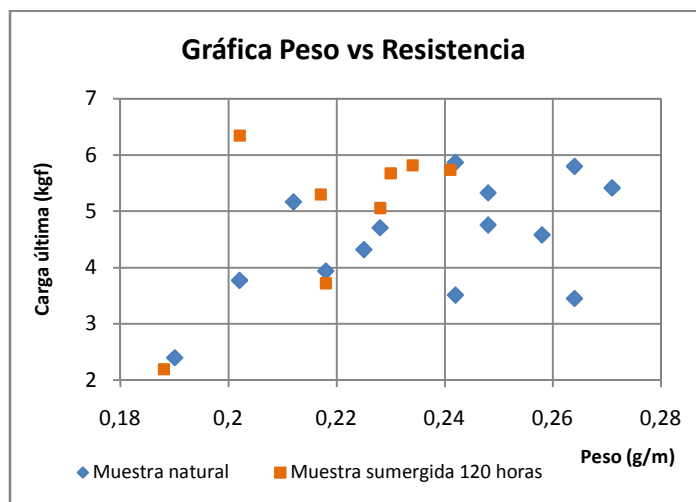
Para la muestra con tiempo de inmersión de 72 horas el 62,5% de los hilos presentan una resistencia a tensión superior a 4kgf y el 50% aumenta su resistencia.

Tiempo de inmersión de la muestra: 120 horas

Tabla 8. Ensayo de tensión en muestra con t.i. de 120 horas

Gráfica 6. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra con t.i. de 120 horas.

#	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	ELONG. mm
1	0,202	6,35	19,24
2	0,230	5,68	12,13
3	0,218	3,72	18,45
4*	0,228	4,91	12,58
5	0,217	5,30	17,29
6	0,234	5,82	16,49
7	0,241	5,74	17,86
8*	0,246	3,94	17,33
9	0,228	5,06	16,48
10	0,188	2,19	5,23



* Zona de falla fuera de luz entre mordazas

En la muestra con tiempo de inmersión de 120 horas el 75% de los espécimenes tiene una resistencia a tensión superior a 4kgf y el 62,5% aumenta su resistencia. Con este tiempo de inmersión se da el mejor comportamiento a tensión de hilos recubiertos en relación al desempeño de hilos en estado natural, presentándose un aumento considerable en la resistencia (ver gráfica 6).

3.2.2 Incidencia de la concentración de la solución precursora en la resistencia a tensión de las muestras

La incidencia de la concentración se estudió recubriendo dos muestras, una con nanopartículas sintetizadas con concentraciones de 0.45 M y la segunda con concentración de 0.75 M.

Concentración de solución precursora (FeCl₃): 0.45 M

Tabla 9. Ensayo a tensión muestra recubierta 0.45 M

MUESTRA	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	RESISTENCIA daN	TÍTULO tex	TENACIDAD cN / tex	ELONG. mm	ELONG. %
1	0,187	2,84	2,788	187,0	14,910	23,63	11,82
2	0,200	3,02	2,961	200,0	14,804	23,20	11,60
3	0,204	4,18	4,100	204,0	20,100	14,74	7,37
4	0,209	4,54	1,508	209,0	7,217	6,30	3,15
5	0,213	3,73	3,657	213,0	17,169	19,16	9,58
6	0,223	4,90	4,806	223,0	21,553	18,39	9,20
7*	0,194	2,43	2,379	194,0	12,264	14,03	7,02
8	0,287	6,52	6,391	287,0	22,269	16,64	8,32
9	0,220	4,58	4,495	220,0	20,430	21,45	10,73
10	0,198	3,79	3,721	198,0	18,792	21,65	10,83
11*	0,206	3,81	3,739	206,0	18,152	18,39	9,20
12*	0,219	4,74	4,650	219,0	21,235	25,07	12,54
13	0,250	2,87	2,818	250,0	11,270	18,15	9,08
14	0,245	4,69	4,600	245,0	18,777	21,05	10,53
15*	0,237	6,75	6,621	237,0	27,935	21,91	10,96
16*	0,224	3,53	3,461	224,0	15,450	19,76	9,88
17	0,217	2,88	2,826	217,0	13,025	22,09	11,05
18*	0,210	3,08	3,023	210,0	14,398	14,32	7,16
19*	0,239	3,62	3,549	239,0	14,850	15,81	7,91
20	0,257	5,07	4,972	257,0	19,347	17,77	8,89

* Zona de falla fuera de luz entre mordazas

De la muestra el 65% de los hilos fallo en la luz entre mordazas.

Gráfica 7. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra recubierta 0.45 M

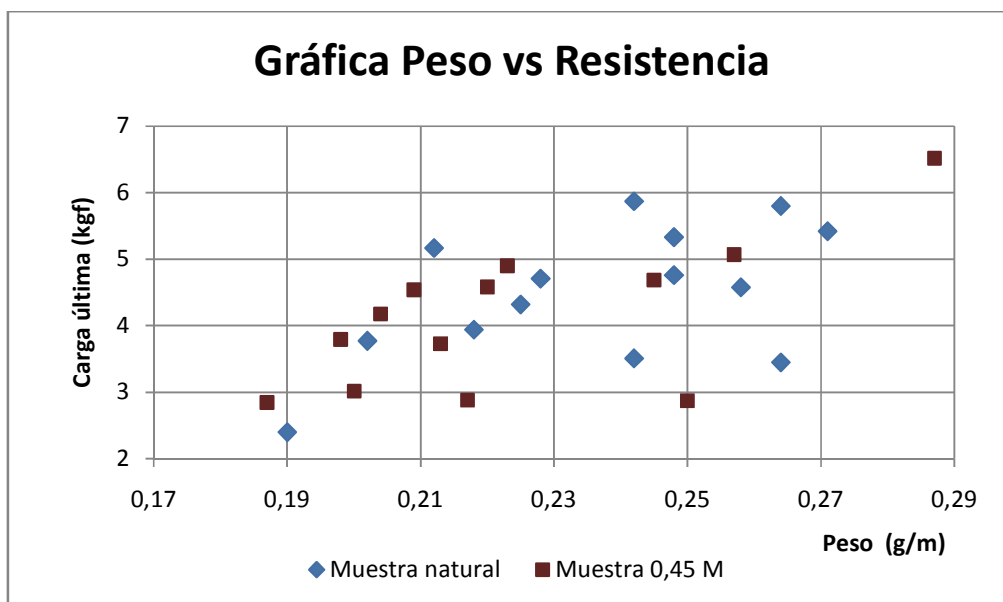


Tabla 10. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación de muestra de hilo recubierto 0.45 M

	PESO	CARGA ÚLTIMA	ELONGACIÓN
Media (X)	0,224	4,125	18,786
Varianza (S^2)	8,01E-04	1,181	21,075
Desviación estándar (S)	0,028	1,087	4,591
Coefficiente de Variación (%)	12,641	26,342	24,437
Rango	0,100	3,674	17,330
Mínimo	0,187	2,843	6,300
Máximo	0,287	6,517	23,630
X - S	0,196	3,038	14,195
X + S	0,252	5,211	23,377
Rango (X-S, X+S) %	76,920	61,540	84,620

De los hilos que fallaron en la luz entre mordazas el 53,85% aumento la resistencia.

Los datos de peso, carga última y deformación presentan una distribución homogénea, destacando la pérdida de capacidad de elongación de los hilos recubiertos con una variación en la media de la muestra natural y la muestra recubierta superior al 30%. La media del peso y de la carga última no presentó variación considerable.

Concentración de solución precursora ($FeCl_3$): 0.75 M

Tabla 11. Ensayo a tensión muestra recubierta 0.75 M

MUESTRA	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	RESISTENCIA daN	TÍTULO tex	TENACIDAD cN / tex	ELONG. mm	ELONG. %
1	0,204	4,25	4,165	204,0	20,417	22,84	11,42
2*	0,206	3,11	3,048	206,0	14,796	18,20	9,10
3	0,200	3,00	2,942	200,0	14,711	15,33	7,67
4*	0,197	2,05	2,007	197,0	10,190	14,78	7,39
5	0,194	3,18	3,117	194,0	16,065	18,88	9,44
6	0,207	3,97	3,889	207,0	18,790	23,23	11,62
7*	0,237	3,40	3,334	237,0	14,069	15,51	7,76
8*	0,244	5,81	5,695	244,0	23,340	19,26	9,63
9*	0,198	2,20	2,160	198,0	10,912	16,26	8,13
10	0,227	2,67	2,614	227,0	11,514	14,28	7,14
11*	0,232	4,60	4,511	232,0	19,445	20,23	10,12
12*	0,232	3,75	3,681	232,0	15,865	17,26	8,63
13	0,254	4,40	4,313	254,0	16,981	21,58	10,79
14	0,212	3,36	3,297	212,0	15,552	19,62	9,81
15	0,219	4,32	4,240	219,0	19,359	18,26	9,13
16*	0,275	3,88	3,805	275,0	13,837	17,68	8,84
17	0,210	4,28	4,199	210,0	19,997	17,98	8,99
18	0,228	3,95	3,874	228,0	16,990	17,85	8,93
19	0,263	5,40	5,298	263,0	20,144	19,20	9,60
20	0,234	4,98	4,884	234,0	20,871	17,93	8,97

* Zona de falla fuera de luz entre mordazas

De la muestra el 60% de los hilos fallo en la luz entre mordazas, siendo éste el menor porcentaje entre la muestra en estado natural y de 0.45 M.

Gráfica 8. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra recubierta 0.75 M

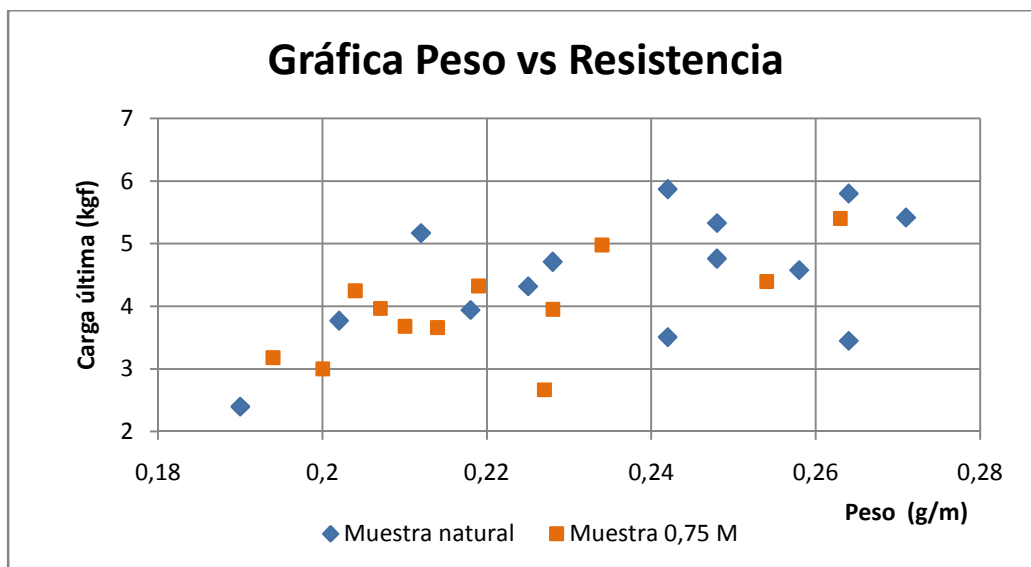


Tabla 12. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación de muestra de hilo recubierto 0.75 M

	PESO	CARGA ÚLTIMA	ELONGACIÓN
Media (X)	0,221	3,954	18,915
Varianza (S ²)	4,487E-04	0,627	7,223
Desviación estándar (S)	0,021	0,792	2,688
Coefficiente de Variación (%)	9,578	20,031	14,208
Rango	0,069	2,737	8,950
Mínimo	0,194	2,665	14,280
Máximo	0,263	5,402	23,230
X - S	0,200	3,162	16,228
X + S	0,242	4,747	21,603
Rango (X-S, X+S) %	75,000	66,670	84,620

De los especímenes que fallaron en la luz entre mordazas el 41,67% aumento la resistencia.

Los valores de peso, carga última y deformación presentan mayor homogeneidad que la muestra recubierta 0.45 M; sin embargo la muestra presenta el menor porcentaje de hilos fallados en la luz entre mordazas y el menor porcentaje de especímenes que aumenten resistencia. Señalando además que la media de la carga última disminuyó con respecto a la media de la muestra recubierta 0.45 M en un 4,15%.

Concluyendo que la muestra recubierta con nanopartículas sintetizadas con FeCl_3 0.45 M presenta mejor desempeño a tensión que la muestra 0.75 M.

3.3 HILOS RECUBIERTOS CON TÉCNICA 2

Para determinar el tiempo de inmersión necesario de la muestra en la solución precursora (FeCl_3) y en el agente reductor (NaBH_4) se sintetizaron nanopartículas variando los intervalos, como se muestra a continuación:

Muestra 1

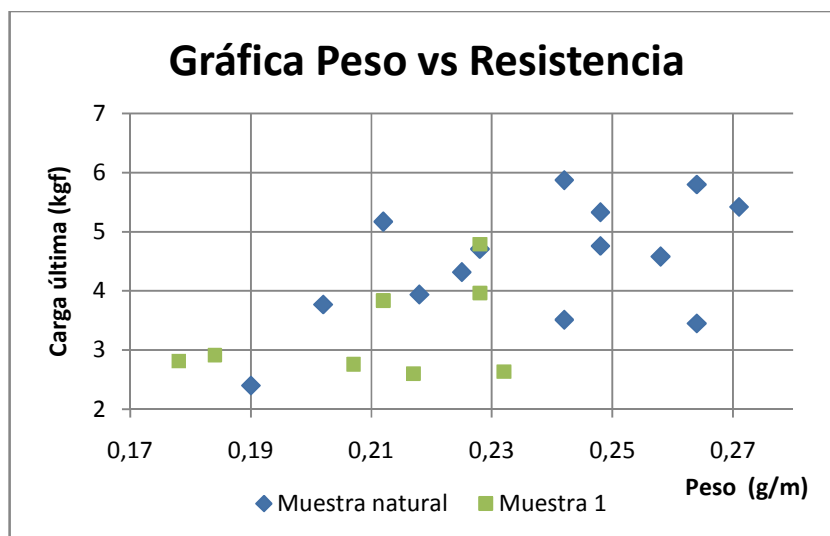
Tiempo de inmersión FeCl_3 : 20 minutos

Tiempo de inmersión NaBH_4 : 60 minutos

Tabla 13. Ensayo de tensión muestra 1

MUESTRA	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	RESISTENCIA daN	TÍTULO tex	TENACIDAD cN / tex	ELONG. mm	ELONG. %
1	0,207	2,757	2,704	207,0	13,062	18,71	9,36
2	0,178	2,818	2,764	178,0	15,526	26,86	13,43
3	0,217	2,600	2,550	217,0	11,750	23,63	11,82
4	0,228	3,967	3,890	228,0	17,063	24,93	12,47
5	0,232	2,639	2,588	232,0	11,155	26,39	13,20
6*	0,194	2,690	2,638	194,0	13,598	21,07	10,54
7	0,184	2,919	2,863	184,0	15,558	21,33	10,67
8	0,228	4,795	4,702	228,0	20,625	29,48	14,74
9*	0,237	3,299	3,235	237,0	13,651	15,21	7,61
10	0,212	3,837	3,763	212,0	17,750	25,32	12,66

Gráfica 9. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra 1



El 80% de los hilos fallo en la luz entre mordazas y de estos hilos el 62,5% disminuyo su resistencia a tensión en relación a la muestra en estado natural.

Muestra 2

Tiempo de inmersión FeCl_3 : 10 minutos

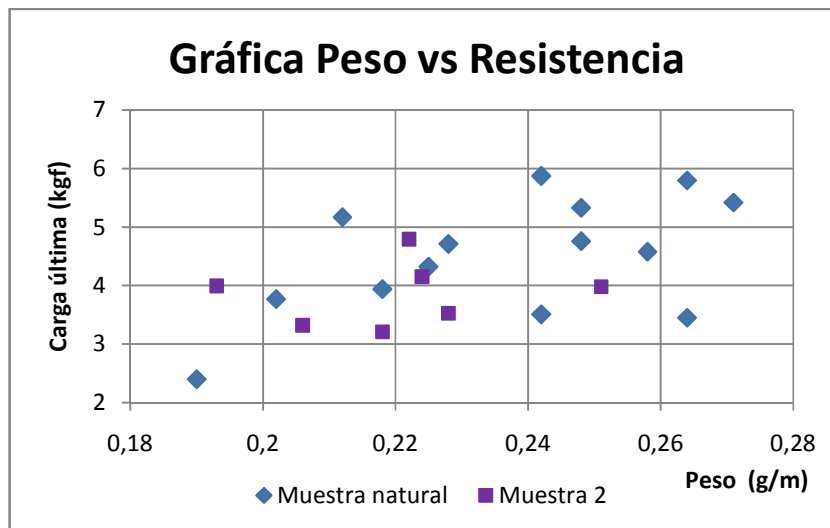
Tiempo de inmersión NaBH_4 : 30 minutos

Tabla 14. Ensayo de tensión muestra 2

MUESTRA	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	RESISTENCIA daN	TÍTULO tex	TENACIDAD cN / tex	ELONG. mm	ELONG. %
1*	0,184	3,542	3,474	184,0	18,878	24,36	12,18
2	0,206	3,319	3,255	206,0	15,801	21,82	10,91
3	0,228	3,531	3,463	228,0	15,188	19,64	9,82
4*	0,262	5,092	4,994	262,0	19,060	28,37	14,19
5	0,222	4,789	4,697	222,0	21,156	31,62	15,81
6	0,193	3,991	3,914	193,0	20,280	31,62	15,81
7	0,224	4,151	4,071	224,0	18,174	24,03	12,02
8	0,251	3,983	3,906	251,0	15,562	31,60	15,80
9	0,218	3,208	3,146	218,0	14,432	21,59	10,80
10*	0,234	5,137	5,038	234,0	21,529	27,75	13,88

* Zona de falla fuera de luz entre mordazas

Gráfica 10. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra 2



El 70% de los hilos fallo en la luz entre mordazas y de estos hilos el 71,43% disminuyó su resistencia a tensión en relación a la muestra en estado natural.

Muestra 3

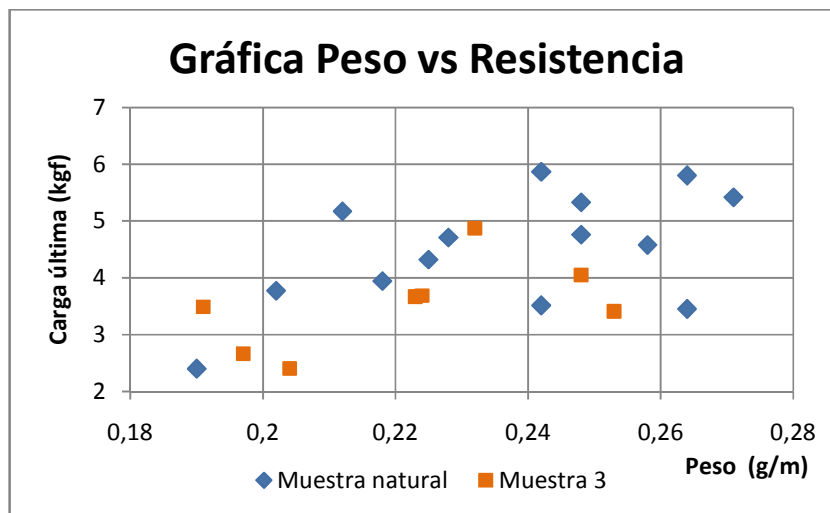
Tiempo de inmersión FeCl₃: 5 minutos
 Tiempo de inmersión NaBH₄: 20 minutos

Tabla 15. Ensayo de tensión muestra 3

MUESTRA	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	RESISTENCIA daN	TÍTULO tex	TENACIDAD cN / tex	ELONG. mm	ELONG. %
1	0,191	3,493	3,426	191,0	17,935	24,71	12,36
2	0,204	2,406	2,360	204,0	11,566	24,53	12,27
3	0,197	2,660	2,609	197,0	13,242	23,4	11,70
4	0,223	3,665	3,594	223,0	16,118	34,97	17,49
5	0,248	4,053	3,975	248,0	16,027	27,36	13,68
6*	0,201	2,232	2,189	201,0	10,890	20,92	10,46
7	0,232	4,875	4,781	232,0	20,607	31,59	15,80
8	0,224	3,690	3,619	224,0	16,155	24,67	12,34
9	0,253	3,406	3,340	253,0	13,203	27,05	13,53
10*	0,271	5,863	5,750	271,0	21,217	27,49	13,75

* Zona de falla fuera de luz entre mordazas

Gráfica 11. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural y muestra 3



El 80% de los hilos fallo en la luz entre mordazas y de estos hilos el 62,5% disminuyó su resistencia a tensión en relación a la muestra en estado natural.

En cada una de las muestras recubiertas por la segunda técnica más del 50% de los especímenes fallados en la luz entre mordazas presentan una disminución en la resistencia a tensión, mientras que la elongación presenta un incremento en relación con los datos de la muestra recubierta por técnica 1.

3.4 ANÁLISIS RESULTADOS DE HILOS RECUBIERTOS

Según la caracterización mecánica de resistencia a tensión la muestra recubierta con técnica 1, concentración FeCl_3 de 0.45 M y 120 horas de inmersión presentan mejor desempeño a tensión que las demás muestras.

Las imágenes obtenidas por estereoscopía de la figura 14 muestran una fibra de fique recubierta con los parámetros descritos anteriormente y una fibra recubierta con la segunda técnica de la muestra 3; muestra con la menor pérdida de resistencia.

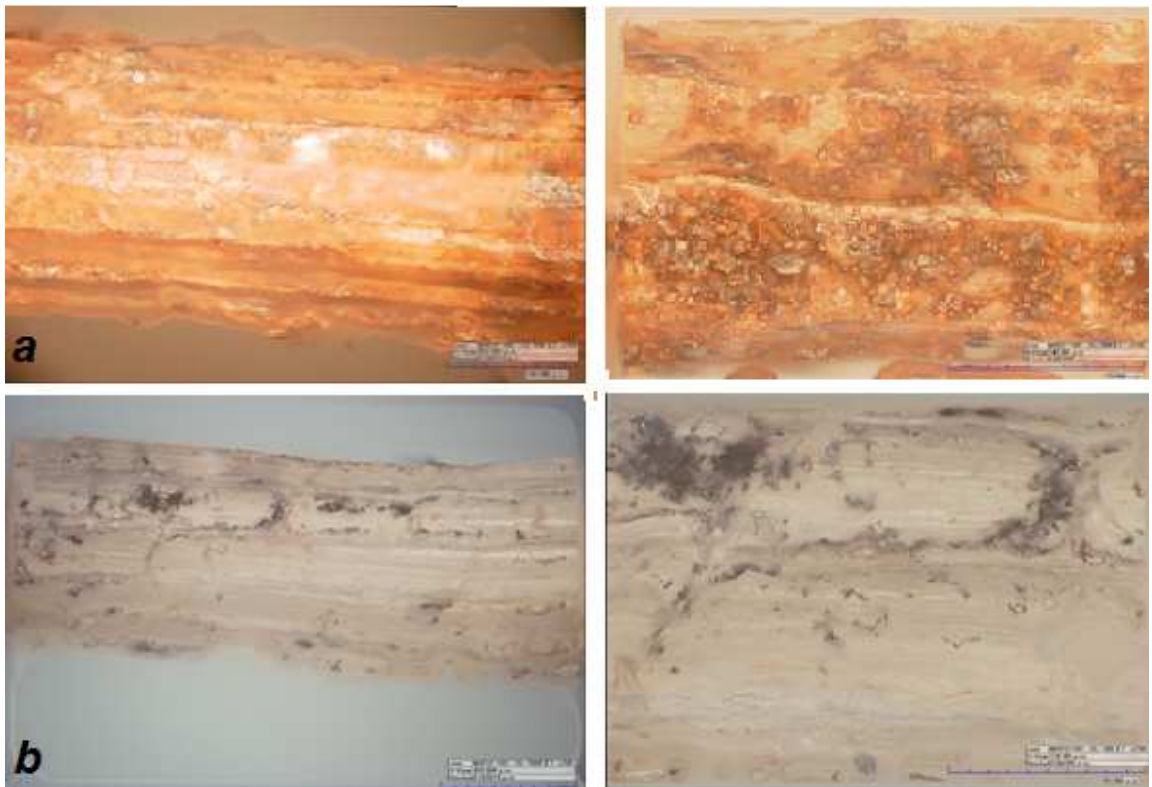


Figura 14. Fibra de fique recubierta por (a) técnica 1 y (b) técnica 2.

La superficie de las fibras recubiertas presenta ciertas diferencias según la técnica empleada, logrando mayor homogeneidad en el recubrimiento de la técnica 1, según lo señalan las imágenes.

Entre las variables que influyen en el recubrimiento homogéneo se tiene el fenómeno de aglomeración de nanopartículas en los nanoporos superficiales, lo que impide la entrada de las nanopartículas sintetizadas previamente o la entrada de los reactivos en la síntesis soportada *in situ*. Para estudiar la influencia de esta variable se debe contar con imágenes TEM (Transmission Electron Microscope) y SEM (Scanning Electron Microscope) las que permiten observar la superficie y el interior de los filamentos recubiertos a escala nanométrica.

Presentándose también la influencia de variables derivadas del proceso de manufactura de los hilos y de la naturaleza de la fibra.

Como se menciona en el numeral 1.1 el proceso de beneficio y principalmente la técnica de desfibrado dejan ciertas impurezas en la fibra de fique y el desgarre de algunas microfibrillas; presentándose una disminución de la resistencia a tensión de los hilos con un porcentaje elevado de falla en dichas regiones, como se observa en la figura 15.



Figura 15. Impurezas y desgarre de microfibrillas en fibras de fique.

Adicionalmente del proceso de producción se obtienen hilos con una variación considerable de diámetro y peso, como lo señala el Anexo A y los datos correspondientes a peso por metro de longitud registrados anteriormente, en los que se encuentran variaciones de peso de 0,180 g/m a 0,270 g/m en una misma muestra.

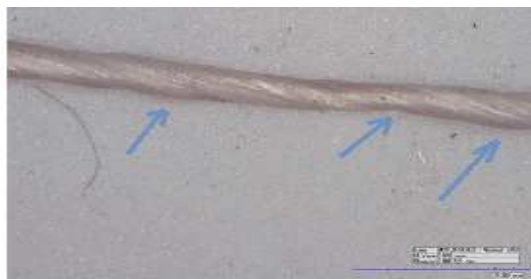


Figura 16. Variación de diámetro en hilo de fique

Éstas variables propias de la naturaleza de la fibra y del proceso de manufactura causan fallas fuera de la luz entre mordazas y reducen considerablemente la resistencia de los hilos, tanto en muestras naturales como en muestras recubiertas, como lo señalan los resultados de los ensayos.

Otra de las variables propias del proceso de producción es la modificación de la superficie de la fibra de fique al lubricarla con grasa de origen animal o vegetal para proporcionarle la textura necesaria para el proceso de hilado, empleándose estearina de palma en las fibras del proyecto.

Los filamentos guardan cierta cantidad de ésta grasa, la cual interactúa con los reactivos durante la síntesis soportada *in situ* interviniendo en la reacción de reducción e interactúa igualmente con la solución de nanopartículas sintetizadas previamente durante el tiempo de inmersión.

Como tratamiento previo al recubrimiento se realizó una prueba de lavado con una solución ácida y una base de bajas concentraciones, causando grandes pérdidas de resistencia a tensión y trozando algunos filamentos.

Para estudiar la influencia de la estearina de palma en los procesos de recubrimiento se trabajó con una muestra de hilo sin grasa vegetal.

Dicha muestra se recubrió bajo los parámetros que mejor resistencia a tensión ofrecían a las fibras, mencionados anteriormente; obteniendo los siguientes resultados.

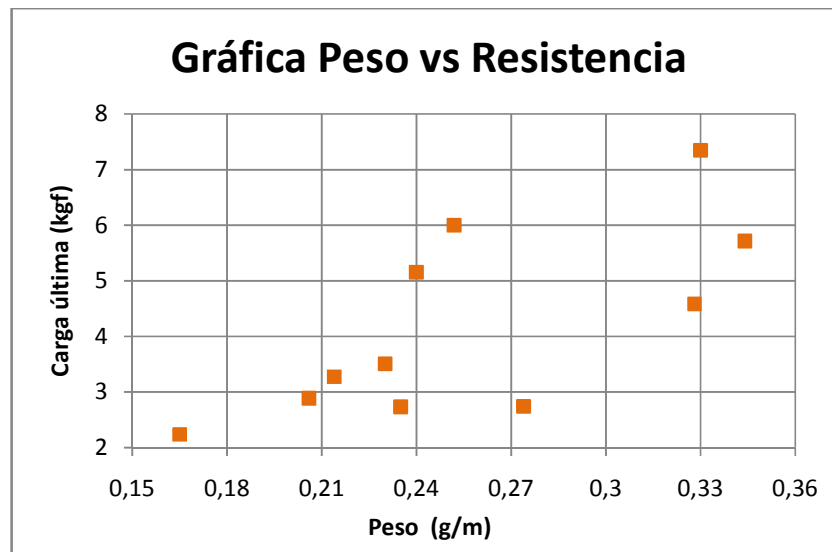
Tabla 16. Ensayo a tensión muestra natural sin grasa vegetal

MUESTRA	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	RESISTENCIA daN	TÍTULO tex	TENACIDAD cN / tex	ELONG. mm	ELONG. %
1	0,328	4,589	4,500	328,0	13,721	25,38	12,69
2*	0,229	3,534	3,466	229,0	15,134	35,7	17,85
3	0,23	3,514	3,446	230,0	14,983	29,654	14,83
4	0,165	2,244	2,201	165,0	13,338	23,521	11,76
5*	0,228	3,402	3,336	228,0	14,633	23,68	11,84
6*	0,212	2,915	2,859	212,0	13,485	24,58	12,29
7*	0,308	5,451	5,346	308,0	17,356	40,56	20,28
8*	0,292	6,084	5,967	292,0	20,433	34,21	17,11
9	0,33	7,351	7,209	330,0	21,846	33,25	16,63
10*	0,236	6,609	6,481	236,0	27,464	34,92	17,46

MUESTRA	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	RESISTENCIA daN	TÍTULO tex	TENACIDAD cN / tex	ELONG. mm	ELONG. %
11	0,252	6,000	5,884	252,0	23,350	44,25	22,13
12	0,240	5,152	5,053	240,0	21,052	34,62	17,31
13	0,235	2,734	2,681	235,0	11,410	28,29	14,15
14	0,344	5,712	5,602	344,0	16,284	31,29	15,65
15*	0,338	5,265	5,163	338,0	15,276	48,91	24,46
16	0,274	2,748	2,695	274,0	9,836	22,59	11,30
17*	0,287	4,890	4,796	287,0	16,709	34,63	17,32
18*	0,297	3,245	3,182	297,0	10,715	22,51	11,26
19	0,206	2,890	2,834	206,0	13,758	27,93	13,97
20	0,214	3,280	3,217	214,0	15,031	28,04	14,02

* Zona de falla fuera de luz entre mordazas

Gráfica 12. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural sin grasa vegetal



De la muestra el 45% de los especímenes fallaron fuera de la luz entre mordazas, valor superior al de la muestra en estado natural con grasa vegetal, cuyo valor fue del 30%.

Los datos de peso y carga última presentan una dispersión mayor que los de la muestra en estado natural con grasa como lo señala la gráfica y los parámetros estadísticos calculados a continuación.

Tabla 17. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación de muestra natural sin grasa vegetal

	PESO	CARGA ÚLTIMA	ELONGACIÓN
Media (X)	0,256	4,201	29,892
Varianza (S ²)	0,003	2,763	36,591
Desviación estándar (S)	0,057	1,662	6,049
Coefficiente de Variación (%)	22,309	39,564	20,236
Rango	0,179	5,107	21,660
Mínimo	0,165	2,244	22,590
Máximo	0,344	7,351	44,250
X - S	0,199	2,539	23,843
X + S	0,313	5,863	35,941
Rango (X-S, X+S) %	63,630	72,730	72,730

La media de peso es superior a la de la muestra natural con grasa presentando sin embargo una media menor de carga última y el coeficiente de variación de peso y carga última es superior al de la muestra natural con grasa, lo que representa una mayor dispersión de datos.

Tabla 18. Ensayo a tensión muestra sin grasa vegetal recubierta

MUESTRA	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	RESISTENCIA daN	TÍTULO tex	TENACIDAD cN / tex	ELONG. mm	ELONG. %
1*	0,250	4,045	3,967	250,0	15,868	18,18	9,09
2*	0,193	4,224	4,142	193,0	21,464	12,6	6,30
3	0,248	3,729	3,657	248,0	14,746	12,87	6,44
4*	0,225	3,941	3,865	225,0	17,178	10,63	5,32
5*	0,230	2,953	2,896	230,0	12,591	12,91	6,46
6	0,250	4,277	4,194	250,0	16,778	16,74	8,37
7	0,259	3,805	3,732	259,0	14,408	16,59	8,30
8	0,225	3,276	3,213	225,0	14,279	10,01	5,01
9	0,255	6,446	6,322	255,0	24,791	18,63	9,32
10*	0,172	2,53	2,481	172,0	14,425	12,48	6,24
11	0,228	2,607	2,557	228,0	11,214	7,9	3,95
12*	0,307	4,658	4,568	307,0	14,880	19,86	9,93
13*	0,236	4,478	4,392	236,0	18,608	14,65	7,33
14*	0,262	2,934	2,877	262,0	10,982	14,79	7,40

MUESTRA	PESO g/m	CARGA ÚLTIMA kgf	RESISTENCIA daN	TÍTULO tex	TENACIDAD cN / tex	ELONG. mm	ELONG. %
15	0,280	5,442	5,337	280,0	19,061	13,75	6,88
16*	0,291	3,149	3,088	291,0	10,612	13,16	6,58
17*	0,275	7,655	7,507	275,0	27,299	18,77	9,39
18	0,237	3,926	3,850	237,0	16,246	12,69	6,35
19	0,270	5,377	5,273	270,0	19,530	14,94	7,47
20	0,212	3,321	3,257	212,0	15,363	17,89	8,95

* Zona de falla fuera de luz entre mordazas

Gráfica 13. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, muestra natural sin grasa vegetal y muestra sin grasa recubierta

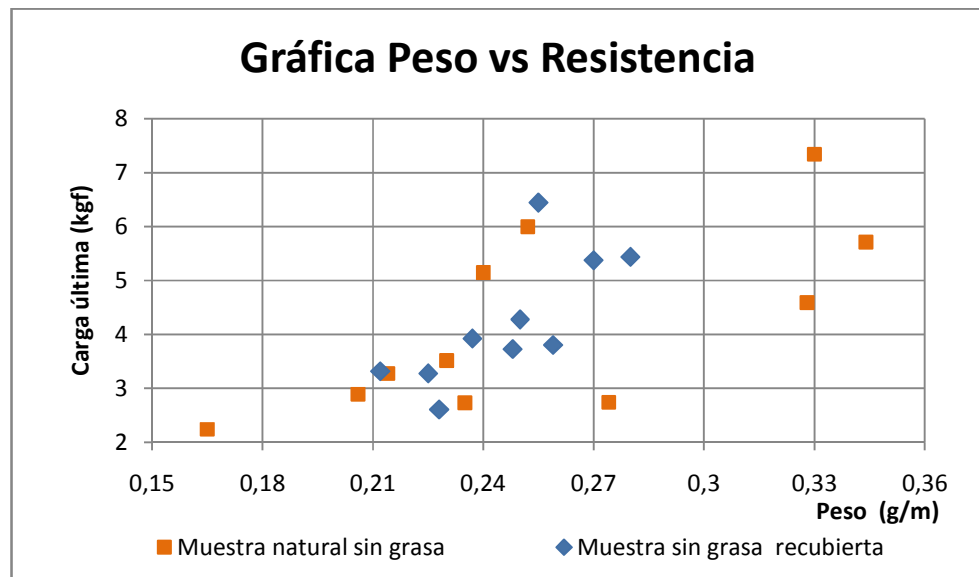


Tabla 19. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación de muestra natural sin grasa vegetal

	PESO	CARGA ÚLTIMA	ELONGACIÓN
Media (X)	0,246	4,221	14,201
Varianza (S^2)	4,447E-04	1,399	11,939
Desviación estándar (S)	0,021	1,183	3,455
Coefficiente de Variación (%)	8,559	28,024	24,331
Rango	0,068	3,839	10,730
Mínimo	0,212	2,607	7,900

	PESO	CARGA ÚLTIMA	ELONGACIÓN
Máximo	0,280	6,446	18,630
X – S	0,267	5,403	17,656
X + S	0,267	5,403	17,656
Rango (X-S, X+S) %	70,000	70,000	60,000

De la muestra el 50% de los hilos fallo en la luz entre mordazas, presentando el 90% de los especímenes pérdida de resistencia en relación con la muestra natural.

Tanto la muestra natural como la muestra recubierta presentan un alto porcentaje de hilos fallados fuera de la luz, lo cual obedece a la variación de diámetros y peso. Las fibras no lubricadas con estearina de palma presentan menor flexibilidad dificultando el proceso de hilado, obteniendo un hilo de menor torsión y con cambios considerables de diámetros en relación al hilo compuesto por fibras lubricadas; variables que influyen directamente en la resistencia a tensión de un espécimen, causando pérdidas considerables como lo señalan los resultados obtenidos.

La muestra ensayada no solo presenta la variación del uso de grasa vegetal en los especímenes que la componen, también se modifican las variables mencionadas durante el proceso de producción de los hilos, lo que impide el análisis de la influencia de la lubricación de las fibras en su resistencia; definiendo el uso de fibras lubricadas para las siguientes muestras del proyecto, dados los problemas de producción ocasionados por el uso de fibras no lubricadas y la disminución de resistencia experimentada por los hilos.

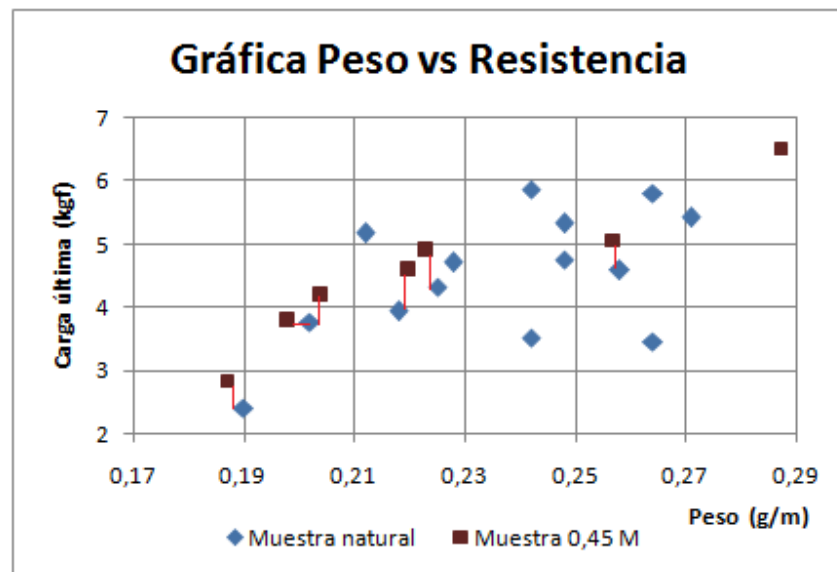
Señalando la muestra de hilos lubricados con estearina de palma recubiertos por la técnica de síntesis previa y recubrimiento por inmersión con concentración 0.45 M de FeCl₃ y tiempo de inmersión de 120 horas (tabla 9), como la que mejor comportamiento a tensión presenta. Se describe a continuación la relación de los resultados con incremento de tensión y los resultados en estado natural.

Tabla 20. Variación de carga última entre hilos naturales e hilos recubiertos con mejor desempeño a tensión

MUESTRA NATURAL			MUESTRA RECUBIERTA			
PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	ELONG. mm	PESO g/m	CARGA ULTIMA kgf	ELONG. mm	Δ CARGA %
0,190	2,4	21,55	0,187	2,84	23,63	18,46
0,202	3,77	30,59	0,198	3,79	21,65	0,64
0,218	3,94	25,89	0,204	4,18	14,74	10,90
0,225	4,32	34,80	0,220	4,58	21,45	16,32
0,228	4,71	36,29	0,223	4,90	18,39	13,45
0,258	4,58	32,21	0,257	5,07	17,77	10,70
0,271	5,42	41,15	0,287	6,52	16,64	20,24

De la tabla 9 que relaciona los resultados de la muestra con mejor desempeño a tensión se toman los datos que presentan incremento de carga con relación a los valores de carga de hilos naturales y relacionando esos dos valores de carga según el peso de espécimen recubierto y en estado natural se obtiene un porcentaje aproximado del incremento de carga, como le señala la tabla 20 y la gráfica 14.

Gráfica 14. Relación Peso vs Resistencia a Tensión, hilos naturales e hilos recubiertos con mejor desempeño a tensión



Como lo indican los porcentajes más de la mitad de los hilos presentan un incremento de carga superior al 10%, llegando a un máximo de 18,46% en el hilo de menor peso, despreciándose el hilo con incremento del 20,24% dada la diferencia de peso entre el espécimen recubierto y el de mayor peso natural.

Señalando con esta pequeña muestra un estimativo del incremento de tensión que alcanzan los hilos con el recubrimiento de nanopartículas, el cual está entre el 10% y el 20% de su resistencia en estado natural.

3.5 MALLAS EN ESTADO NATURAL Y RECUBIERTAS

Mallas en estado natural

Cada espécimen fue medido y pesado previo al ensayo de tensión, tomando los valores de peso, carga última y deformación como parámetro de comparación para evaluar la resistencia a tensión y la deformación de las mallas recubiertas.

Tabla 21. *Ensayo a tensión muestra de malla natural*

MUESTRA	PESO g	CARGA ULTIMA kgf	CARGA ULTIMA N	ELONG. mm	ELONG. %
1	4,532	51,59	505,928	9,110	12,147
2	4,306	62,93	617,136	10,150	13,533
3	4,477	52,59	515,734	8,130	10,840
4	4,291	64,17	629,296	6,550	8,733
5	3,868	61,50	603,112	5,367	7,156
6	4,084	56,14	550,548	7,230	9,640
7	4,721	67,18	658,814	9,104	12,139
8	4,198	62,08	608,800	7,210	9,613
9	3,908	54,32	532,700	6,490	8,653
10	4,069	54,01	529,660	7,830	10,440

Para el ensayo de mallas se hace necesario forrar el borde de las mordazas con una delgada capa de silicona evitando la falla de los especímenes en esa zona,

asegurando una región de falla en los 75 mm de luz entre mordazas. Recubrimiento permitido por la norma I.N.V. E-901 en el numeral 7.6, en el que aclara que se puede proteger las mordazas o la tela sin modificar sus dimensiones

Gráfica 15. Relación Peso vs. Resistencia a tensión, muestra de malla natural

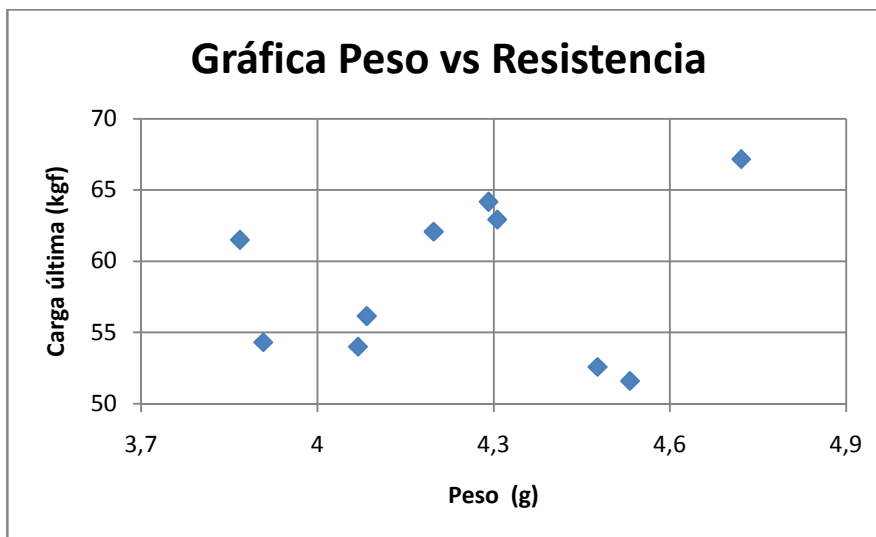


Tabla 22. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación, muestra de malla natural

	PESO	CARGA ÚLTIMA	ELONGACIÓN
Media (X)	4,245	58,651	7,717
Varianza (S^2)	0,076	30,509	2,095
Desviación estándar (S)	0,276	5,524	1,447
Coefficiente de Variación (%)	6,491	9,418	18,754
Rango	0,853	15,590	4,783
Mínimo	3,868	51,590	5,367
Máximo	4,721	67,180	10,150
X - S	3,970	53,127	6,270
X + S	4,521	64,175	9,164
Rango (X-S, X+S) %	60,000	70,000	70,000

Los datos presentan una distribución homogénea, según el coeficiente de variación y el porcentaje de especímenes en el rango (X-S, X+S).

Mallas recubiertas

El recubrimiento de las mallas se realizo bajo los parámetros definidos en el numeral 3.4, obteniendo espécimenes con el recubrimiento señalado en la fig. 17.

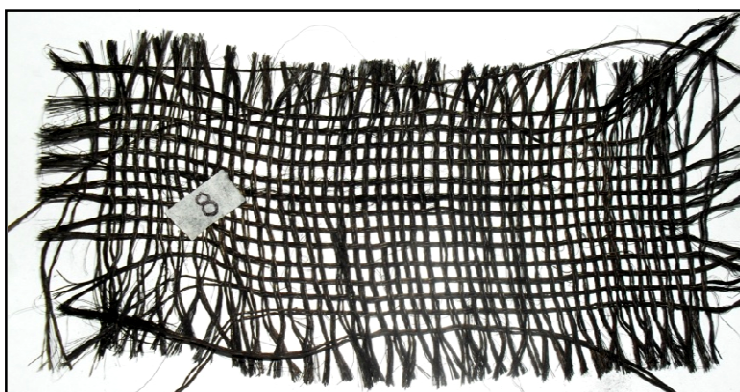


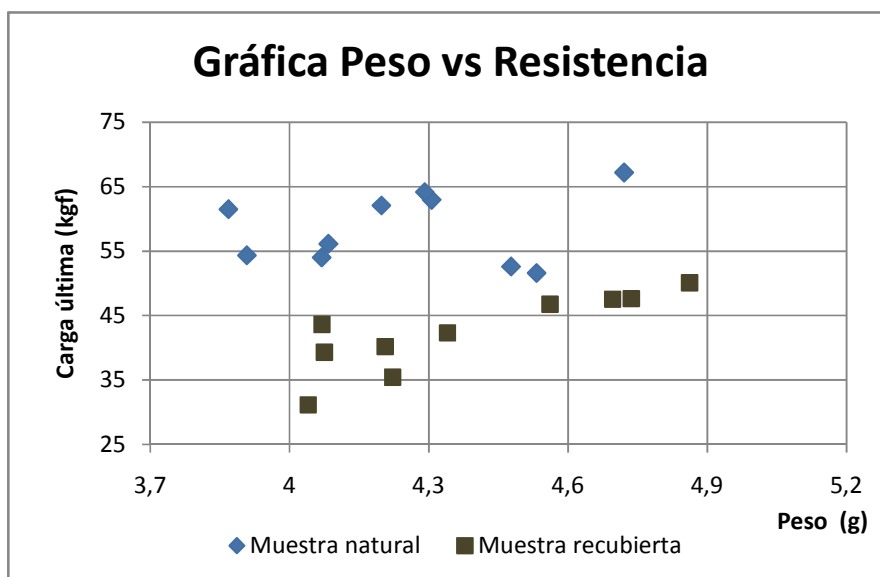
Figura 17. Malla de fique recubierta con nanopartículas de hierro

Los bordes de las mordazas se forraron con una capa delegada de silicona, evitando la falla de las mallas en esa zona.

Tabla 23. Ensayo a tensión muestra de malla recubierta

MUESTRA	PESO g	CARGA ULTIMA kgf	CARGA ULTIMA N	ELONG. mm	% ELONG. %
1	4,070	43,63	427,817	6,16	8,215
2	4,222	35,45	347,677	10,28	13,705
3	4,040	31,15	305,459	10,06	13,417
4	4,075	39,29	385,305	8,44	11,253
5	4,206	40,19	394,161	11,02	14,693
6	4,561	46,75	458,463	7,90	10,533
7	4,340	42,31	414,921	10,66	14,213
8	4,862	50,09	491,218	10,87	14,496
9	4,696	47,51	465,916	9,28	12,373
10	4,736	47,60	466,819	6,94	9,247

Gráfica 16. Relación Peso vs. Resistencia a tensión, muestra de malla recubierta



Como lo señala la gráfica las mallas recubiertas experimentan una pérdida en su resistencia a tensión. Previamente en el análisis de hilos se mencionaron las variables que intervienen en el comportamiento de los especímenes a tensión, tanto en el proceso de síntesis como en el de recubrimiento.

Tabla 24. Valores estadísticos de peso, carga última y elongación, muestra de malla recubierta

	PESO	CARGA ÚLTIMA	ELONGACIÓN
Media (X)	4,381	42,397	9,161
Varianza (S^2)	0,095	35,795	2,975
Desviación estándar (S)	0,308	5,983	1,725
Coefficiente de Variación (%)	7,028	14,111	18,827
Rango	0,822	18,942	4,859
Mínimo	4,040	31,148	6,161
Máximo	4,862	50,090	11,020
X - S	4,073	36,414	7,436
X + S	4,689	48,380	10,886
Rango (X-S, X+S) %	60,000	70,000	70,000

La elongación de los hilos que conforman la malla presenta una disminución considerable con respecto al hilo como unidad, obedeciendo a la restricción a la deformación que causan los hilos transversales sobre los hilos de urdimbre.

Como se menciono anteriormente la pérdida de tensión obedece a la influencia de las variables identificadas, teniendo presente que en el recubrimiento de mallas por inmersión las nanopartículas en solución acuosa entran al interior de los filamentos por los nanoporos, proceso que se dificulta aún más en hilos de mallas dada la superposición de éstos en el entramado, ocasionando un recubrimiento pobre en la longitud superpuesta de hilos de trama y urdimbre.

Adicionalmente el uso de grasa vegetal como lubricante toma mayor relevancia en mallas, dada la cantidad de hilos de trama y urdimbre dispuestos en una muestra, interfiriendo en la interacción entre la fibra y las nanopartículas. Siendo ésta una de las variables que mayor influencia presenta en el recubrimiento de hilos y mallas y en el desempeño a tensión de los mismos.

4. CONCLUSIONES

- Se evaluó el efecto de síntesis de nanopartículas de hierro soportadas *in situ* en el desempeño a tensión de hilos de fique recubiertos.
- Se evaluó el efecto del recubrimiento de hilos de fique con nanopartículas de hierro sintetizadas previamente, sobre el desempeño a tensión de los mismos; obteniendo mejor desempeño que con síntesis *in situ*.
- Se determinó la incidencia de la concentración de la solución precursora y del tiempo de reacción en la resistencia a tensión de los hilos de fique recubiertos con nanopartículas de hierro; identificando una concentración 0.45 M de la solución precursora (FeCl_3) y un tiempo de inmersión de 120 horas como los parámetros de síntesis que ofrecen mejor desempeño a tensión en los hilos.
- Se evaluó la resistencia a tensión de hilos sin lubricación en estado natural y recubiertos, identificando una disminución en la misma, ocasionada por las variaciones de diámetro y por la torsión menor en el proceso de producción.
- De la muestra que presento mejor comportamiento a tensión el 53,85% de los espécimenes que fallaron en la luz entre mordazas obtuvo un incremento de carga del 10% y al 20% de la resistencia en estado natural.
- Se evaluó el comportamiento a tensión de mallas de fique recubiertas con nanopartículas de hierro utilizando el método de recubrimiento por inmersión y las condiciones de reacción que mejor comportamiento a tensión ofrecieron, presentándose una disminución en la resistencia a tensión de la muestra.

5. RECOMENDACIONES

- Estudiar los avances alcanzados en métodos biológicos, químicos y físicos de desfibrado, dada la calidad de fibra que se consigue con éstos métodos.
- Buscar un medio alternativo de lubricación de la fibra que ofrezca la flexibilidad necesaria para la producción de hilo y que a su vez se retire en su totalidad con un tratamiento químico superficial sin que afecte propiedades mecánicas.
- Dadas las impurezas de las fibras y la falta de uniformidad del hilo se hacen necesarios métodos de producción industrializados que obtengan hilos y mallas con características estandarizadas.
- Estudiar el efecto causado por cada reactivo empleado en la síntesis de nanopartículas sobre la resistencia a tensión de la fibra; por su composición son reactivos fuertes que podrían disminuir por sí solos la tenacidad.
- Evaluar otros métodos de síntesis de nanopartículas.
- Estudiar el proceso de sobre escalamiento de síntesis de nanopartículas y recubrimiento de fibras, buscando obtener hilos a partir de las fibras ya forradas.
- Adelantar proyectos de investigación con grupos de la Escuela de Química de la Universidad Industrial de Santander que permitan optimizar procesos de síntesis y recubrimiento de fibras de fique que mejoren su comportamiento mecánico.
- Adelantar investigaciones conjuntas con dichos grupos sobre las aplicaciones de la fibra de fique recubierta con nanopartículas en el área de Ingeniería Civil, según las recomendaciones planteadas en la resolución 1083 de 1996 del Ministerio de Medio Ambiente (Ver anexo B).

6. BIBLIOGRAFÍA

ARANGO, Jorge; CRUZ, Ricardo y LATORRE, Guillermo. Ensayos de tensión en fibras y mallas orgánicas optimizando en trenzado. Trabajo de investigación grupo INME. Bucaramanga. Facultad de Ingenierías Físico–mecánicas. Escuela de Ingeniería Civil, 2000. 187p.

ASTM INTERNATIONAL. Standard Terminology Relating to Nanotechnology. E 2456 – 06. Pennsylvania: ASTM International, 2006. 4p.

BAE, Sung–Jin y PARK, Ji–Ae. Ultrasmall iron oxide nanoparticles: Synthesis, physicochemical, and magnetic properties. [Base de datos en línea], Septiembre de 2008 [citado en 26 de Julio de 2010] Disponible en: SCIENCE DIRECT.

BISMARCK, Alexander; MISHRA, Supriya; y LAMPKE, Thoma. Plants Fibers as Reinforced for Green Composites, En: Natural Fibers, biopolymers and their biocomposites. Taylor and Francis, 2005.

COMBARIZA, Edgar Alfonso y MARTINEZ, Julio Alfonso. Uso de la malla de fique como refuerzo externo de elementos de concreto sometidos a compresión. Trabajo de grado Ingeniería Civil. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físico–mecánicas. Escuela de Ingeniería Civil, 1999. 63p.

DELVASTO, Silvio; e.t. An appropriate vacuum technology for manufacture of corrugated fique fiber reinforced cementitious sheets.[Base de datos en línea], Septiembre de 2009 [citado en 26 de Julio de 2010] Disponible en: SCIENCE DIRECT.

HUBER, Dale. Iron nanoparticles, En: *Nanostructures and Advanced Materials*. New Mexico: Taylor and Francis Group, 2009.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS. Textiles: Fibras naturales, cabuya para hilados y tejidos. Segunda revisión. Santafé de Bogotá D.C.: ICONTEC, 1995. 6p. NTC 992.

INSTITUTO NACIONAL DE VIAS. Método para la determinación de la caga de rotura y la elongación de geotextiles (Método Grab). I.N.V E-901. Bogotá D.C.: INVIAS, 1998. 3p

KOCH, Carl C. Nanostructured Materiales: Processing, Properties and Poetencial Applications. New York: Noyes Publications, 2002.

MINISTERIO DE AMBIENTE. *Guía Ambiental del Subsector Fiquero*. Bogotá D.C.: Panamericana Formas e Impresos S.A, 2006.

QU, Shengchun. Magnetite nanoparticles prepades by precipitation from partially reduces ferric chloride aqueous solutions [Base de datos en línea], Feb–Mar1999 [citado en 26 de Julio de 2010] Disponible en: SCIEDIRECT.

SMALL, Aaron y JOHNSTON, James. Novel hybrid materials of magnetic nanoparticles and cellulose fibers. [Base de datos en línea], Noviembre de 2008 [citado en 26 de Julio de 2010] Disponible en: SCIEDIRECT.

YONG, Yang y BAI Yongxiao. Preparation and application of polymer–grafted magnetic nanoparticles for immobilization. [Base de datos en línea], Mayo de 2008 [citado en 26 de Julio de 2010] Disponible en: SCIEDIRECT.

ANEXOS

ANEXO A

DIÁMETRO PROMEDIO DE HILO DE FIQUE COMPUESTO APROXIMADAMENTE POR OCHO FILAMENTOS

MUESTRA	\varnothing_1	\varnothing_2	\varnothing_3	\varnothing Promedio
	mm	mm	mm	mm
1	0,853	0,732	0,783	0,789
2	0,806	0,804	0,789	0,800
3	0,801	0,660	0,804	0,755
4	0,718	0,794	0,844	0,785
5	0,720	0,756	0,786	0,754
6	0,789	0,669	0,836	0,765
7	0,639	0,817	0,742	0,733
8	0,676	0,732	0,770	0,726
9	0,795	0,854	0,829	0,826
10	0,689	0,757	0,742	0,729
11	0,779	0,677	0,773	0,743
12	0,721	0,789	0,773	0,761
13	0,814	0,744	0,850	0,803
14	0,824	0,681	0,840	0,782
15	0,657	0,640	0,809	0,702
16	0,851	0,679	0,682	0,737
17	0,681	0,826	0,848	0,785
18	0,698	0,833	0,795	0,775
19	0,640	0,776	0,649	0,688
20	0,670	0,739	0,728	0,712
			DIÁMETRO PROMEDIO	0,758

ANEXO B

MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE RESOLUCION 1083 DEL 4 DE OCTUBRE DE 1996

Por la cual se ordena el uso de fibras naturales en obras, proyectos o actividades objeto de Licencia Ambiental.

EL MINISTRO DEL MEDIO AMBIENTE,
en ejercicio de sus funciones constitucionales y legales, en especial las asignadas por la Ley 99 de 1993, y

CONSIDERANDO:

Que en virtud de lo dispuesto en el artículo 2 de la Ley 99 de 1993, el Ministerio del Medio Ambiente como órgano rector de la gestión del medio ambiente y de los recursos naturales renovables, es la entidad encargada de impulsar una relación de respeto y armonía del hombre con la naturaleza, que garantice que el proceso de desarrollo económico y social del país se oriente según el principio universal de desarrollo sostenible.

Que de acuerdo con el artículo 5 de la citada Ley, corresponde al Ministerio del Medio Ambiente regular las condiciones generales para el saneamiento del medio ambiente, y el uso, manejo, aprovechamiento, conservación, restauración y recuperación de los recursos naturales, a fin de impedir, reprimir, eliminar o mitigar el impacto de actividades contaminantes, deteriorantes o destructivas del entorno o patrimonio natural.

Que la Ley 99 de 1993, otorga al Ministerio del Medio Ambiente la facultad de dictar regulaciones de carácter general tendientes a controlar y reducir la contaminación geosférica, hídrica, del paisaje, sonora y atmosférica, en todo el territorio nacional.

Que el principio de la sostenibilidad resalta la necesidad de orientar los esfuerzos de la competitividad hacia la reconversión económica en la utilización de los recursos naturales y hacia la conservación de la diversidad étnica y cultural de la nación, de tal manera que avancemos en la ruta de un desarrollo humano sostenible.

Que las fibras naturales presentan ventajas ecológicas como la biodegradabilidad o capacidad de las sustancias de reintegrarse en los ciclos biológicos naturales del suelo y del agua; que aporta al suelo nutrientes mayores y menores; que ayuda al crecimiento de la vegetación y que actúa como material facilitador para germinación y el desarrollo vegetativo.

Que el Plan Nacional de Desarrollo Ambiental o Salto Social Hacia el Desarrollo Humano Sostenible, determina como una estrategia de producción limpia el propender por la utilización de productos biodegradables y ambientalmente sanos.

Que el Ministerio del Medio Ambiente, debe propender por la introducción de la dimensión ambiental en los sectores productivos y reorientarlos hacia el uso de tecnologías ambientalmente sanas que aumenten la eficiencia en el uso de recursos, sustituyan insumos, optimicen procesos y/o modifiquen productos y reduzcan la producción de desperdicios.

Que en mérito de lo expuesto,

RESUELVE:

Artículo 1: Exigir el uso de fibras naturales para el desarrollo y/o ejecución de las siguientes actividades:

1. Utilización de sacos para el relleno con diferentes mezclas para la conformación de bolsacretos.
2. Obras de revegetalización y/o empradización para la protección de taludes.
3. Construcción de obras de protección geotécnica.
4. Actividades de tendido y bajado de tubería en proyectos de construcción de gasoductos, oleoductos, poliductos y relacionados.
5. Estabilización, protección y recuperación del suelo contra la erosión.
6. Reconformación y/o recuperación del derecho de vía en proyectos lineales.
7. Construcción de estructuras para el manejo de aguas.
8. Las demás que se determinen en la licencia ambiental por parte de la autoridad ambiental competente.

Artículo 2: La autoridad ambiental competente, con base en los estudios ambientales presentados, podrá autorizar que en ciertas áreas del respectivo proyecto, obra o actividad se utilicen de manera alterna fibras diferentes a la natural.

Artículo 3: En los proyectos, obras o actividades que se haya exigido la utilización de fibras naturales, deberá entenderse que su uso se hará en los lugares donde sea técnicamente viable.

Artículo 4: La presente Resolución rige a partir de la fecha de su publicación.

PUBLÍQUESE Y CÚMPLASE.

Dada en Santafé de Bogotá, D.C., a los 4 días de octubre de 1996.