

**EVALUACION DE SILICE Y ALMIDON DE YUCA COMO AGENTES DE
RELLENO DEL CAUCHO SBR**

**GINA PAOLA PINZÓN CASTAÑEDA
ANA MILENA TORRES GARAVITO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUIMICA
BUCARAMANGA
2007**

**EVALUACION DE SILICE Y ALMIDON DE YUCA COMO AGENTES DE
RELLENO DEL CAUCHO SBR**

**GINA PAOLA PINZON CASTAÑEDA
ANA MILENA TORRES GARAVITO**

**Trabajo de grado para optar el título de
Ingeniero Químico**

Director

**DIONISIO LAVERDE CATAÑO
Ingeniero Metalúrgico**

Codirector

**MANUEL FERNANDO VALERO
Ingeniero Químico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUIMICA
BUCARAMANGA**

2007

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCION	1
1. DESARROLLO EXPERIMENTAL	3
1.1 DESCRIPCION DE LAS MATERIAS PRIMAS	4
1.1.1 Matriz de caucho	4
1.1.2 Reforzantes	5
1.1.2.1 Sílice	5
1.1.2.2 Almidón de yuca	5
1.2 SOLUBILIDAD DEL ALMIDON DE YUCA Y LA SILICE	5
1.2.1 Sílice	5
1.2.2 Almidón de yuca	5
1.3 DISEÑO FACTORIAL DE EXPERIMENTOS	6
1.4 FORMULACION DE EXPERIMENTOS	7
1.4.1 Error relativo total	8
1.5 PROCESAMIENTO DE LA SINTESIS DEL CAUCHO VULCANIZADO	8
1.5.1 Molienda	9
1.5.2 Mezclado	10
1.5.3 Moldeado y Vulcanización	11
1.6 CARACTERIZACION DE LOS MATERIALES POR PRUEBAS FISICO-MECANICAS	12
1.6.1 Porcentaje de rebote	12
1.6.2 Dureza	12
1.6.3 Tensión-deformación	13
1.6.4 Resistencia a la abrasión	14
1.7 VALIDACION DE LOS RESULTADOS	15
2. RESULTADOS Y ANÁLISIS	16
2.1 RESULTADOS EXPERIMENTALES	16
2.1.1 Solubilidad de almidón de yuca y sílice en el caucho	16

2.1.2 Determinación del Error relativo total de las muestras	17
2.2 CARACTERIZACION DE LOS MATERIALES POR PRUEBAS FISICO-MECANICAS	19
2.2.1 Porcentaje de rebote	19
2.2.2 Dureza	21
2.2.3 Tensión-deformación	22
2.2.4 Resistencia a la abrasión	24
2.3 ANÁLISIS DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS	25
2.3.1 Efectos estimados para la abrasividad	26
2.3.2 Modelo estadístico	28
2.4 CARACTERIZACION DEL MATERIAL	29
2.5 VALIDACION DE RESULTADOS	29
3. CONCLUSIONES	31
4. RECOMENDACIONES	32
BIBLIOGRAFIA	33
ANEXOS	34

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Ingredientes para la vulcanización del patrón de experimentación.	4
Tabla 2. Configuración y distribución del diseño de experimentos.	7
Tabla 3. Cantidades teóricas de ingredientes de Vulcanización para mezclas con niveles altos y bajos de SBR.	8
Tabla 4. datos de solubilidad de almidón de yuca y sílice en caucho SBR.	17
Tabla 5. factores y niveles del diseño de experimentos.	17
Tabla 6. Cantidades de ingredientes para vulcanización.	18
Tabla 7. Resultados ensayos esfuerzo-deformación	22
Tabla 8. Análisis de varianza del diseño de experimentos.	26
Tabla 9. Efectos estimados para la abrasividad.	27
Tabla 10. Caracterización del material.	29

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Diagrama de la metodología a realizar.	3
Figura 2. Procesamiento del caucho vulcanizado.	9
Figura 3. Molino de bolas	9
Figura 4. Molino de rodillos.	10
Figura 5. corte de $\frac{3}{4}$ de ancho en el malaxador.	10
Figura 6. Moldes de abrasividad, resiliencia y tensión.	11
Figura 7. Prensa de vulcanización.	11
Figura 8. Resiliómetro y probeta de resiliencia.	12
Figura 9. Durómetro.	13
Figura 10. Autograph AG-1.	13
Figura 11. Abrasímetro.	14
Figura 12. Probetas prueba de abrasividad.	15
Figura 13. Solubilidad versus cantidad de reforzante.	16
Figura 14. Error relativo total versus muestra.	19
Figura 15. Resiliencia versus muestra.	20
Figura 16. Dureza versus muestra.	21
Figura 17. Máxima deformación versus muestra.	22
Figura 18. Esfuerzo a 194.17 % de deformación versus muestra.	23
Figura 19. Índice de Taber versus muestra.	24
Figura 20. Diagrama Pareto estandarizado para abrasividad.	27
Figura 21. Efectos principales para abrasividad	28
Figura 21. Índice de Taber versus muestra.	27
Figura 22. Índice de Taber versus muestra reforzantes.	30

LISTA DE ANEXOS.

	Pág.
ANEXO A. GRAFICAS DE ESFUERZO – DEFORMACIÓN.	34



UNIVERSIDAD
INDUSTRIAL DE
SANTANDER

NOTA DEL PROYECTO DE GRADO

NOMBRE DEL ESTUDIANTE ANA MILENA TORRES GARAVITO		CÓDIGO 2013183
TÍTULO DEL PROYECTO "EVALUACIÓN DE SÍLICE Y ALMIDÓN DE YUCA COMO AGENTES DE RELLENO DEL CAUCHO SBR"		
CODIGO	FACULTAD INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS	CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA
CALIFICACIÓN Cuatro Ocho (4.8)		
DIRECTOR DEL PROYECTO		
NOMBRE DIONISIO LAVERDE CATAÑO		FIRMA
CALIFICADORES		
F N DIONISIO LAVERDE CATAÑO	F N ALVARO RAMÍREZ GARCÍA	FECHA A 07 M 02 D 26



UNIVERSIDAD
INDUSTRIAL DE
SANTANDER

NOTA DEL PROYECTO DE GRADO

NOMBRE DEL ESTUDIANTE ANA MILENA TORRES GARAVITO		CÓDIGO 2013183
TÍTULO DEL PROYECTO "EVALUACIÓN DE SÍLICE Y ALMIDÓN DE YUCA COMO AGENTES DE RELLENO DEL CAUCHO SBR"		
CODIGO	FACULTAD INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS	CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA
CALIFICACIÓN APROBADO		
DIRECTOR DEL PROYECTO		
NOMBRE DIONISIO LAVERDE CATAÑO		FIRMA
CALIFICADORES		
F N DIONISIO LAVERDE CATAÑO	F N ALVARO RAMÍREZ GARCÍA	FECHA A 07 M 02 D 26

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus agradecimientos a:

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

WILSON Y EDUARDO CARREÑO. Técnicos del laboratorio de operaciones unitarias, Porque nos brindaron los medios para realizar la investigación y el desarrollo de la metodología presentada a lo largo del proyecto.

Dr. ALVARO RAMIREZ GARCÍA. Ingeniero Químico y director de la Escuela de Ingeniería Química Universidad Industrial de Santander.

DIONISIO LAVERDE CATAÑO. Ingeniero metalúrgico. Director de proyecto

MANUEL FERNANDO VALERO. Por su colaboración y asesoría a lo largo de la investigación.

FREDY RINCON. Ingeniero mecánico, y coordinador del Laboratorio de Resistencia de materiales de la Universidad Santo Tomás, por su colaboración y apoyo a lo largo de la investigación.

RICARDO PINZÓN. Ingeniero Industrial, Universidad Industrial de Santander

LABORATORIO DE PLASMA ESCUELA DE FISICA UIS.

A todas aquellas personas que de una u otra manera contribuyeron a la realización de este proyecto.

DEDICATORIA

A Dios por las bendiciones recibidas
A mis padres, hermanos y sobrinos por el esfuerzo y apoyo
A mis amigos y en especial a Robinsón Dueñas
por su compañía, para hacer realidad este sueño.

Milena

A Dios.
A mi Madre por sus sabios consejos.
A mi Padre por su apoyo incondicional.
A mi hermana y mejor amiga por escucharme y
estar conmigo desde el día en que nacimos.
A David y a mis amigos por ayudarme a cumplir mis metas.

Gina

RESUMEN

TITULO: "EVALUACION DE SÍLICE Y ALMIDÓN DE YUCA COMO AGENTE DE RELLENO DEL CAUCHO SBR".*

AUTORES: GINA PAOLA PINZÓN CASTAÑEDA.
ANA MILENA TORRES GARAVITO.**

PALABRAS CLAVES: caucho SBR, abrasión, reforzantes, almidón de yuca, sílice, sellos de ventosas.

DESCRIPCION:

En la industria de transporte de fluidos se usan válvulas de succión de aire (ventosas). Las ventosas están compuestas de carcaza y empaque, se utilizan para eliminar las bolsas de aire de los fluidos, que provocan el golpe de ariete. Este fenómeno produce la ruptura de los accesorios de las tuberías.

En este proyecto se desarrolla una metodología que parte de una selección sistemática de ingredientes con el fin de obtener un material candidato para el sello de ventosas, con las propiedades de resistencia al desgaste por abrasión.

Con el fin de mejorar estas propiedades se escogieron dos clases de reforzantes. El almidón de yuca y la sílice, con estos se realizó una prueba de solubilidad. La prueba se hizo agregando 6g de sílice a la muestra patrón, después de la solubilización completa de la dosis anterior se agregaban otros 6g y así sucesivamente. Para el almidón de yuca se hizo el proceso descrito para la sílice. Encontrar los valores permisibles para la adición del almidón de yuca fue un aporte de este proyecto de grado.

Las propiedades que se midieron fueron: porcentaje de rebote, dureza, tensión-deformación, y desgaste por abrasión (variable respuesta).

El análisis estadístico muestra que el almidón de yuca mejora la resistencia a la abrasión en una mayor proporción que la sílice. El tratamiento obtenido presentó mejores resultados con respecto a sus propiedades físico-mecánicas, especialmente la resistencia al desgaste por abrasión aumentaron con respecto a la mezcla referenciada bibliográficamente.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas, Ingeniería Química, Ing. Químico. Manuel Fernando Valero. Ing. Metalúrgico. Dionisio Laverde Cataño.

ABSTRACT

TITLE : “ EVALUATION OF SILICE AND YUCCA STARCH AS FILLING AGENT OF SBR RUBBER”.^{*}

AUTHORS: GINA PAOLA PINZÓN CASTAÑEDA.
ANA MILENA TORRES GARAVITO.^{**}

KEY WORDS: SBR Rubber, Abrassion, reinforcers, yucca starch, silice, windies seals.

Description:

In the fluid transport industry is used air suction valves (windies).

The windies are composed of a cover and wrapper, that are used for to eliminate the air bags of the fluids, that makes the ram beat. This phenomena produces rupture of tubing accesories.

In this project, is developed a methodology that parts from a systematic selection of ingredients with the aim to get a cast material for the windies sealing, with resistency properties to waste by abrasion.

With the purpose to improve these properties were chosen two kind of reinforcers. Yucca starch and silice, with those was realized a solubility test. The test was done adding 6 g of silice to the pattern sample, after completing solubilization of the previous dode, it was added others 6 g over and over. For yucca starch was done the described process for silice. To find allowables values for addition of yucca starch was a contribution to this degree project.

The properties measured were: rebound percentage, hardness, strain-deformation, and waste by abrasion.

The statistical analysis shows that yucca starch improves resistance to abrasion in a major rate than silice. The obtained treatment showed better results with respect to its physical-mechanicals properties, specially the resistency to waste by abrasion increased with respect to the bibliografically reference mixture.

^{*} Degree Work

^{**} Faculty of Physical-Chemistry Engineerings, Chemical Engineer. Manuel Fernando Valero. Metallurgic Engineer. Dionisio Laverde Cataño.

INTRODUCCION

En la industria de transporte de fluidos se usan válvulas de succión de aire (ventosas) las cuales están compuestas de carcaza y empaque. Normalmente la carcaza está elaborada de hierro gris o acero al carbono, entre otros, mientras que, el sello está hecho de acero inoxidable. Elaborar los sellos de este material es muy costoso, por esta razón, se han buscado otras alternativas de fabricación. Algunas de estas alternativas han sido utilizar, sellos de silicona industrial o mezclas de elastómeros. Sin embargo, los sellos obtenidos a partir de silicona presentan un rápido desgaste por la fricción con la pared, y las altas presiones que soporta el empaque cuando llega el fluido a la válvula de succión. Este fenómeno se presenta debido a que este material presenta baja resistencia a la abrasión, en el momento de poner en funcionamiento la ventosa el sello se desgasta y se rompe (tiempo de funcionamiento aproximadamente 1 día). Por este motivo la eficiencia del proceso de transporte de fluidos disminuye, debido al tiempo y dinero que se gasta en desarmar el montaje de tuberías, cambiar el empaque y volver a colocar en marcha el sistema.

Con base en lo mencionado anteriormente, en este trabajo de grado se evaluó un material a partir del caucho vulcanizado con o sin relleno, como posible candidato para la obtención del sello de ventosas. Se probaron dos tipos de relleno: la sílice por su buena resistencia al desgaste por abrasión y el almidón de yuca, reportado en la literatura por ser utilizado como relleno en trabajos con poliuretanos y del que no se tiene referencia de ser utilizado como relleno en cauchos vulcanizados.

Los materiales obtenidos fueron caracterizados en sus propiedades físico-mecánicas: tensión-deformación, resistencia a la abrasión, dureza y porcentaje de rebote. Debido a las condiciones a las que es expuesto el sello, durante el

funcionamiento de la ventosa, se tomó como variable de selección la resistencia a la abrasión.

Para la síntesis del caucho se tuvieron en cuenta tres variables: cantidad de caucho, cantidad de sílice y cantidad de almidón de yuca. Para estudiar estas variables se realizó un diseño de experimentos en dos niveles. Se utilizó como variable respuesta la abrasividad, propiedad que se consideró la mas importante para determinar la mejor mezcla.

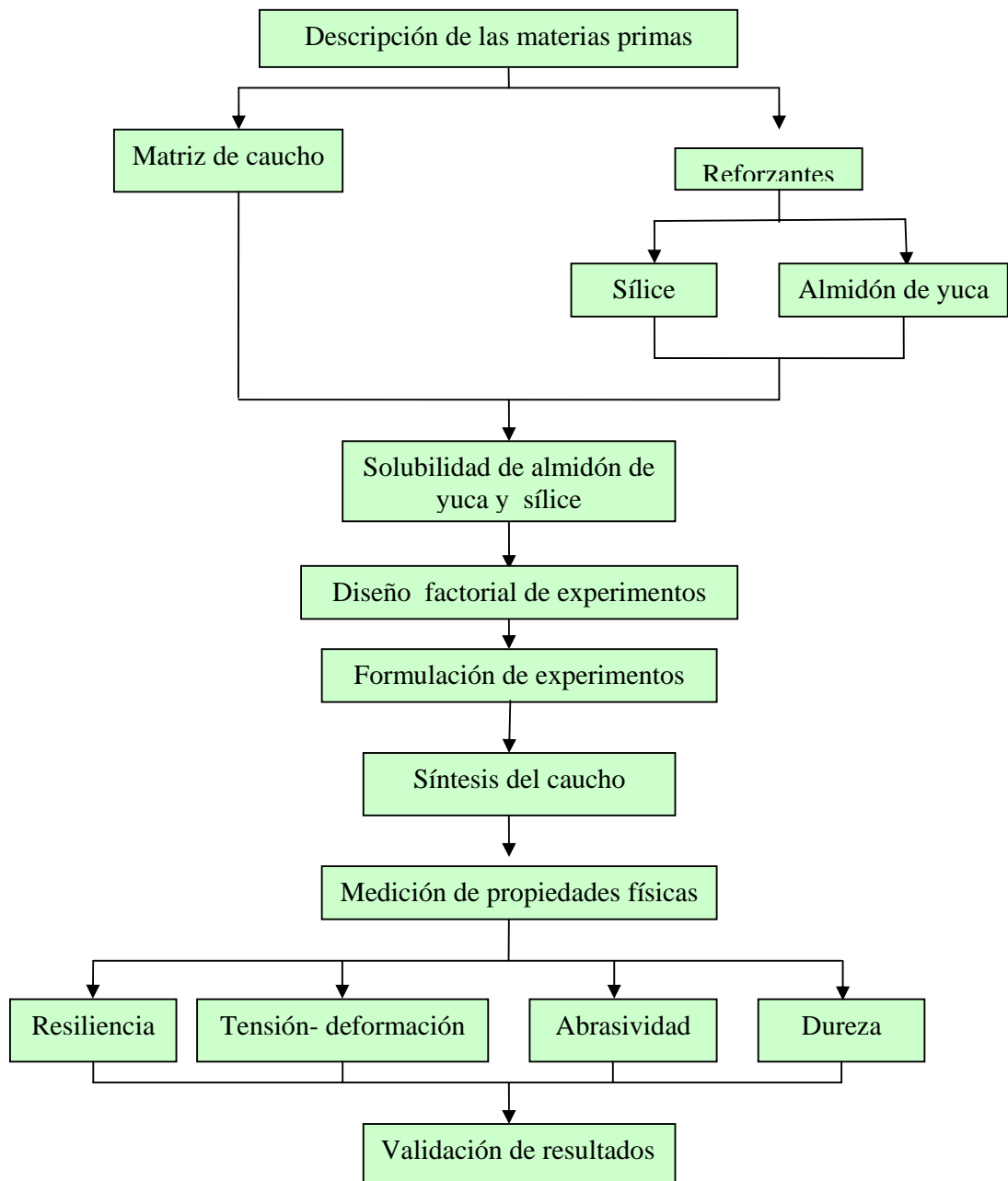
Este trabajo de grado esta dividido en tres capítulos. En el primer capitulo se muestra el diseño de los experimentos, las formulaciones de las mezclas de caucho y por ultimo se presentan los equipos, normas y condiciones de las pruebas de caracterización.

En el segundo capitulo, se muestra el análisis y discusión de resultados de las pruebas realizadas. En el último capitulo, se presenta las conclusiones, recomendaciones, las referencias bibliograficas utilizadas y los anexos.

1. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

En la siguiente figura se presenta un desarrollo metodológico detallado de la parte experimental de este trabajo de grado.

Figura 1. Diagrama de la metodología a realizar.



1.1 DESCRIPCION DE LAS MATERIAS PRIMAS.

1.1.1 Matriz de caucho. El caucho vulcanizado se sintetizó de acuerdo a la formulación de la tabla 1; al material obtenido de esta formulación se le denominó muestra patrón:

Tabla 1. Ingredientes para vulcanización del patrón de experimentación.

Ingredientes	PHR*	Especificaciones
SBR	100	Contiene una unidad de estireno por cada seis unidades de butadieno.
Oxido de Zinc	5	Activador, permite al acelerador ejercer su máximo efecto.
Caolín	30	Reforzante, proporciona mejor resistencia al desgarró.
Acido Esteárico	1	Plastificante, reduce la viscosidad del caucho durante el mezclado, reduce el gasto de trabajo mecánico, facilita la adición de reforzantes.
Acido Benzoico	0,5	Retardante, evita una prevulcanización en el momento de mezclado debido a la temperatura que aumenta en los rodillos del molino.
Azufre	3	Agente Vulcanizante
MBT	1	Acelerante, disminuye el tiempo de vulcanización y aumentan la temperatura de reacción.
TMQ	1	Antioxidante, retarda el deterioro del caucho vulcanizado, causado por la oxidación, por lo tanto prolonga la vida útil del material.

* PHR significa parts of ingredient per hundred of rubber, partes de aditivo por cada 100 partes de caucho.

El orden de mezclado escogido se presenta a continuación³:

Ácido esteárico.

Ácido Benzoico.

Oxido de Zinc.

Azufre.

Caolín.

Almidón de yuca.

³ LE BRAS, Jean. Fundamentos de ciencia y tecnología del caucho, Editorial Gustavo Gil, Barcelona 1960. Pág. 165

Sílice.

TMQ.

BMT.

1.1.2 Reforzantes.

En este trabajo de grado se utilizaron dos clases de reforzantes:

1.1.2.1 Sílice. Tamaño de partícula entre 15 y 25 μm , este reforzante proporciona un aumento en la resistencia a la abrasión; la cual es importante para el material que posiblemente se utilizara en los sellos de ventosas. Cuando las cargas de sílice son altas, mejora la dureza, el modulo y el alargamiento a la ruptura de las mezclas de caucho vulcanizado. Tiene una tendencia a adsorber los acelerantes y de esta forma retardar la vulcanización. Esta dificultad puede eliminarse mediante el aumento del contenido de acelerantes hasta aproximadamente el 3%.

1.1.2.2 Almidón de yuca. Tamaño de partícula entre 5 y 35 μm , sus gránulos tienen forma redonda u ovalada. Está constituido por amilosa que constituye cerca del 80-85% en peso del almidón, y amilopeptina que ocupa entre el 15 y el 20% del peso del almidón.

1.2 SOLUBILIDAD DEL ALMIDÓN DE YUCA Y LA SÍLICE.

1.2.1 Sílice. La incorporación de la sílice dentro de la matriz se hizo de la siguiente manera: inicialmente se agregaron 6g del reforzante a la mezcla patrón, después de la solubilización completa de la dosis anterior se agregaban otros 6 g y así sucesivamente. Este ensayo se realizó con el fin de validar los datos de solubilidad encontrados en la búsqueda bibliográfica .

1.2.2 Almidón de yuca. Aunque el almidón de yuca ha sido utilizado como relleno en sistemas poliméricos⁴, no se encontraron referencias sobre el

⁴ Grupo de polímeros de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander

almidón de yuca utilizado en el caucho vulcanizado, por lo que un aporte de este trabajo de grado, fue encontrar los valores permisibles para la adición del almidón de yuca. La prueba se realizó según el procedimiento descrito para la sílice.

1.3 DISEÑO FACTORIAL DE EXPERIMENTOS.

El diseño factorial de experimentos utilizado en el presente trabajo se obtuvo por medio de la siguiente expresión:

$$(n) = 2^k$$

Donde n es el número de experimentos, 2 es el número de niveles, uno máximo (1) y uno mínimo (-1) y k es el número de variables.

Las variables que se modificaron durante la síntesis del caucho fueron:

- Cantidad de almidón de yuca.
- Cantidad de sílice.
- Cantidad de caucho.

Los niveles altos de almidón de yuca y sílice se escogieron por medio de las pruebas de solubilidad. Los niveles de caucho ya estaban determinados en estudios realizados anteriormente⁵: nivel bajo de caucho 150 gramos y nivel alto de caucho 250 gramos de caucho.

Para el diseño factorial en dos niveles con 3 factores requiere de, $n = 2^3 = 8$ experimentos.

⁵ CASTRO, Camilo y CASTRO, Lilibiana, obtención de un material SBR, nylon y sílice con característica de resistencia al desgaste por abrasión. Trabajo de grado (Ingeniería Química), Universidad Industrial de Santander. 2005.

Para un modelo experimental 2^3 se requieren al menos dos replicas ($n \geq 2$) para poder calcular el cuadrado medio del error; en este trabajo de grado se hicieron 3 replicas. Estas replicas se realizaron de manera aleatoria para asegurar reproducibilidad y repetitividad. Las replicas quedaron en el siguiente orden.

Tabla 2. Configuración y distribución del diseño de experimentos.

A	B	C	Replicas		
-1	-1	-1	22	2	14
1	-1	-1	5	15	21
-1	1	-1	10	3	9
1	1	-1	8	17	19
-1	-1	1	4	6	13
1	-1	1	24	23	18
-1	1	1	1	20	12
1	1	1	7	16	11

1.4 FORMULACION DE EXPERIMENTOS.

Partiendo de la mezcla patrón, se realizó una relación para determinar las cantidades de los ingredientes necesarios dependiendo del nivel alto o bajo de SBR. Se agregó un 40% aproximadamente a cada ingrediente, debido a que hay una pérdida considerable de cada uno de estos en el momento del mezclado.

Tabla 3. Cantidades teóricas de ingredientes de vulcanización para mezclas con niveles alto y bajo de SBR.

INGREDIENTES	PATRÓN	150 SBR	250 SBR
		(nivel bajo)	(nivel alto)
	PHR	PHR	PHR
SBR	100	150	250
Oxido de Zinc	5	7,5	12,5
Caolín	30	30	50
Acido esteárico	1	3,75	6,25
Acido Benzoico	0,5	0,75	1,25
Azufre	3	4,5	7,5
MBT	1	1,5	2,5
TMQ	1	3	5

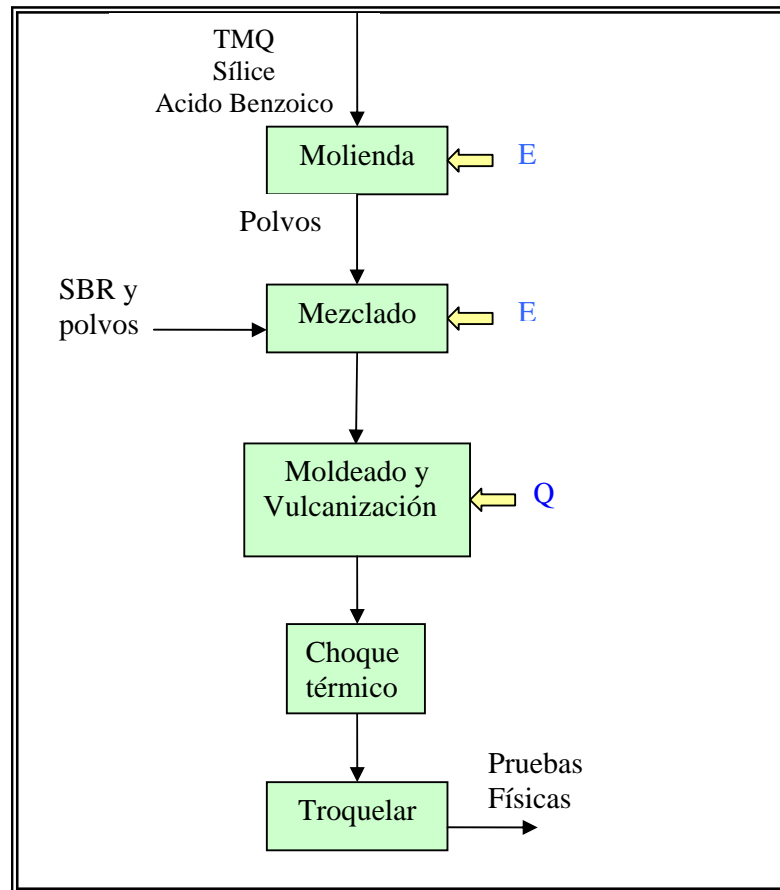
1.4.1 Error relativo total.

El error relativo total es la suma de dos errores. El error de pesaje; un error en la exactitud de la medida respecto de la formulación teórica. El error de mezclado es el que se manifiesta por la diferencia entre el peso final y el peso de los polvos antes de ser incorporados a la mezcla, este error se presenta debido a la baja densidad aparente de los polvos que permite su fluidización por las corrientes de aire en movimiento y hace que la pérdida de estos sea inevitable.

1.5 PROCESAMIENTO DE LA SINTESIS DEL CAUCHO VULCANIZADO.

A continuación se describe detalladamente el procedimiento para obtener caucho vulcanizado:

Figura 2. Procesamiento de caucho vulcanizado.



1.5.1 Molienda. Se utilizó un molino de bolas de tipo cerámico (figura 3) con esferas de porcelana para moler el TMQ y la sílice por su presentación cristalina.

Figura 3. Molino de bolas.



1.5.2 Mezclado. En esta operación unitaria se integran los ingredientes (polvos) a la matriz de caucho. El equipo que se utiliza para el mezclado se conoce como malaxador o molino de rodillos (Figura 4).

Figura 4. Molino de rodillos.



Se obtuvo una banda en rodillos a 1 mm. Cada medio minuto se hizo cortes de $\frac{3}{4}$ de ancho alternos (figura 5). Se agregaron los ingredientes en el orden mencionado anteriormente, después de agregar cada reactivo se hicieron 2 cortes de $\frac{3}{4}$ de ancho. Cuando se incorporó la mitad del caolín se separaron los rodillos a 1.35 mm y se hizo un corte de $\frac{3}{4}$ a cada lado. Se pesó la cochada y se registró el peso, por último, se laminó la carga, se dejó enfriar sobre una superficie metálica, limpia y lisa y se dejó reposar 24 horas a 23 ± 3 °C.

Figura 5. Corte de $\frac{3}{4}$ de ancho en el malaxador.



1.5.3 Moldeado y vulcanización. El moldeado se hace dependiendo del tipo de prueba que se va a realizar: abrasividad, resiliencia y tensión. La prueba de dureza se puede realizar en las probetas de tensión.

Figura 6. Moldes abrasividad, resiliencia y tensión.



En la prensa que se usó para la obtención de los cauchos vulcanizados (figura 7), inicialmente se precalentaron los moldes (figura 6). Las condiciones de operación de este equipo para esta reacción, fueron: temperatura 150°C, presión 50 kgf/cm², durante 30 minutos.

Una vez terminada la vulcanización, se retiró la muestra y se sometió a un choque térmico con agua a 25° C, con el propósito de detener la reacción de vulcanización.

Figura 7. Prensa de vulcanización.



1.6 CARACTERIZACION DE LOS MATERIALES CON PRUEBAS FISICO-MECANICAS.

1.6.1 Porcentaje de rebote. Para valorar esta propiedad se usó un resiliómetro (figura 8) ubicado en el laboratorio de operaciones unitarias, Ingeniería Química Universidad Industrial de Santander. En el resiliómetro un péndulo móvil se deja caer libremente sobre la muestra. La altura del rebote, expresada como un porcentaje de la altura de caída, se acepta como resiliencia. La medida correspondiente se toma de una escala graduada paralela al eje que guía el péndulo.

Figura 8. Resiliómetro y probetas de resiliencia.



1.6.2 Dureza. Se obtuvo utilizando un durómetro Shore A (figura 9) ya que su escala es la más suave. Esta prueba se realizó según la norma ASTM D2240-04e1: Standard Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness.

La medida de dureza se tomó en al menos diez partes de la muestra.

Figura 9. Durómetro Shore A



1.6.3 Tensión-deformación. La resistencia a la tracción y al alargamiento, se hizo usando la norma ASTM D412-98:Standard Test Method for Vulcanized Rubber and Thermoplastic Elastomers- Tensión. Para realizar estas pruebas se utilizó un equipo llamado Autograph AG-1 Shimadzu Corporation, “Testing and Weighing Equipment División”, Kyoto, Japón.Laboratorio de Resistencia de Materiales Universidad Santo Tomas. (figura 10). Las condiciones de operación del equipo fueron: carga máxima de 2.5 N, aplicada a la probeta. Velocidad 2.5 cm / min.

La temperatura del laboratorio fue 25 ± 3 °C.

Figura 10. Autograph AG-1.



1.6.4 Resistencia a la abrasión. Para la medición de esta prueba, se empleó el abrasímetro TABER 5130 equipo del laboratorio de plasma de la escuela de Física de la Universidad Industrial de Santander (figura 11), para esta prueba se usaron ruedas Abrasivas H-18 calibradas con 1 Kg de peso, especificadas para este tipo de material según la norma ISO/DIS 5470.

Figura 11. Abrasímetro.



El índice de abrasión de TABER es la pérdida de peso en mg por 1000 ciclos de abrasión bajo condiciones específicas. Un menor índice de abrasión indica que el material tiene mayor resistencia al desgaste.

Para evaluar el índice de Taber⁶ se utilizó la siguiente expresión:

Ecuación 1. Índice de Taber.

$$IndiceTaber = \frac{(w_i - w_f) * 1000}{Cp}$$

Donde:

$w_i - w_f$; es la diferencia entre peso inicial y el peso final de la muestra.

Cp ; el número de ciclos a los que fue expuesta la probeta.

Se utilizaron probetas de 10.9 cm de diámetro, 4 mm de espesor y una abertura en el centro de 8mm de diámetro (figura 12).

⁶ Operating Instructions for Taber Models 5130 & 5150 Digital Abrasers with LED Readouts, TABER Industries.1994.

Figura 12. Probetas prueba abrasividad.



1.7 VALIDACIÓN DE LOS RESULTADOS.

Se encontró el tratamiento que presentó mejores propiedades físico-mecánicas con respecto a las demás muestras, principalmente la que presentó menor índice de Taber. Partiendo de la formulación de la muestra patrón mencionada anteriormente, se realizaron dos mezclas. La primera, reforzada únicamente con almidón de yuca, y la segunda, reforzada con sílice. Los niveles utilizados de cada uno de los reforzantes se tomaron de los arrojados por la muestra escogida como la que tuvo mayor resistencia al desgaste. Se realizó a cada una de ellas el ensayo de resistencia a la abrasión para determinar el comportamiento de los reforzantes por separado.

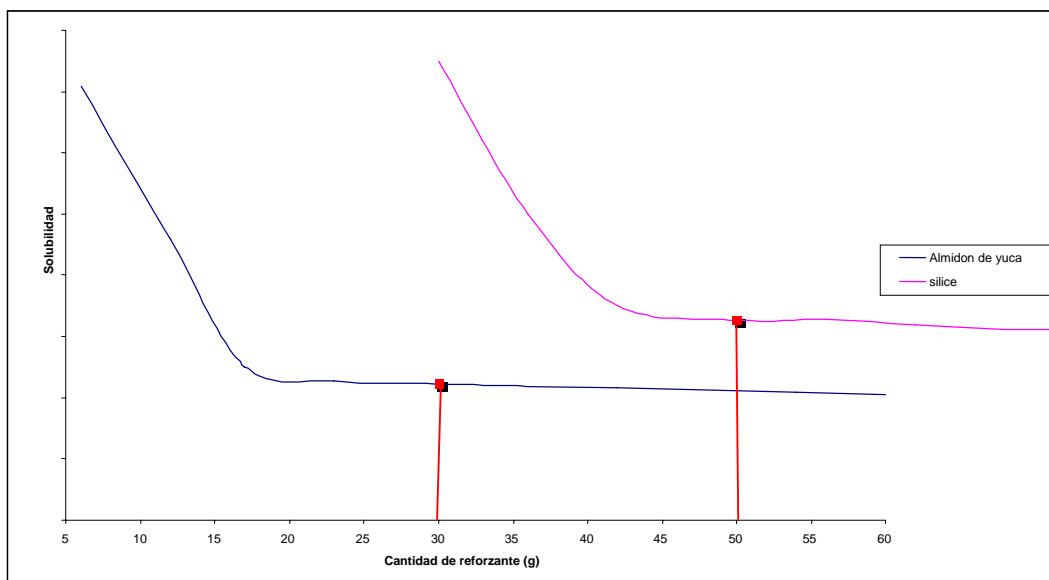
2. RESULTADOS Y ANÁLISIS

2.1 RESULTADOS EXPERIMENTALES.

2.1.1 Solubilidad de Almidón de yuca y Sílice en el caucho. La máxima solubilidad del reforzante dentro de la mezcla, se tomó en el punto en que el procesamiento del caucho se dificultó, debido a que se deformó excesivamente la mezcla, y existió una importante pérdida de polvos de reforzante y de material de mezcla.

Se prepararon 2 mezclas con 150 g de caucho base y se procedió como está descrito en el desarrollo experimental. El comportamiento de los reforzantes se muestra en la siguiente figura:

Figura 13. Solubilidad versus cantidad de reforzante.



Como se puede observar en la figura 13, la sílice solubiliza en mayor cantidad que el almidón de yuca en la mezcla del caucho, esto es debido, a que el tamaño de partícula de la sílice es menor, comparada con el tamaño de partícula del almidón de yuca. Los resultados obtenidos finalmente fueron:

Tabla 4. Datos de solubilidad de Almidón de yuca y sílice en caucho SBR.

Reforzante	Cantidad solubilizada (g)
Sílice	50
Almidón de yuca	30

A partir de los datos de solubilidad, se conocieron los niveles altos y bajos de sílice y almidón de yuca para el diseño de experimentos:

Tabla 5. Factores y niveles del diseño de experimentos.

Factores		Niveles	
		Bajo(-1)	Alto(1)
A	SBR	150	250
B	Sílice	30	50
C	Almidón	5	30

2.1.2 Determinación del Error Relativo Total de las muestras.

Las cantidades de ingredientes pesados en cada mezcla, así como los errores en que se incurrió en cada una de ellas se presentan a continuación:

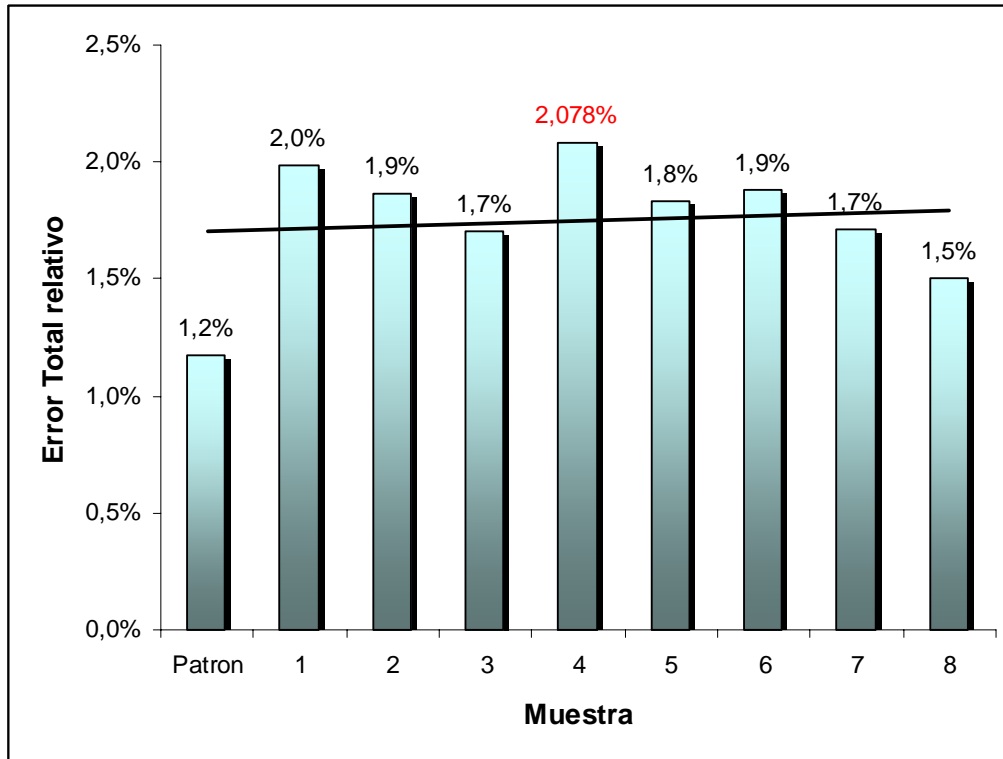
Tabla 6. Cantidades de ingredientes para vulcanización

EXPERIMENTO INGREDIENTES	M1	M2	M3	M4
SBR	150	250,00	150,00	250,00
ACIDO ESTEARICO	3,76	6,28	3,80	6,34
ACIDO BENZOICO	0,78	1,33	0,78	1,33
OXIDO DE ZINC	7,71	12,55	7,78	12,62
AZUFRE	4,67	7,60	4,60	7,62
CAOLIN	31,16	52,60	30,24	50,74
ALMIDON DE YUCA	5,47	5,48	5,17	5,21
TMQ	3,17	5,14	3,34	5,35
MBT	1,62	2,16	1,65	2,58
SILICE	30,90	32,50	51,47	51,33
Total experimental	239,25	375,64	258,83	393,12
Total teórico	236,00	370,00	256,00	390,00
Peso final mezcla	237,75	374,26	257,26	388,07
Error Relativo de Mezclado	0,63%	0,37%	0,61%	1,29%
Error Relativo de Pesaje	1,36%	1,50%	1,09%	0,79%
Error Total	1,987%	1,868%	1,704%	2,078%

EXPERIMENTO INGREDIENTES	M5	M6	M7	M8
SBR	150,00	250,00	150,00	250,00
ACIDO ESTEARICO	3,76	6,29	3,78	6,37
ACIDO BENZOICO	0,77	1,33	0,80	1,30
OXIDO DE ZINC	7,65	12,53	7,72	12,73
AZUFRE	4,63	7,64	4,66	7,61
CAOLIN	32,03	51,29	30,80	50,78
ALMIDON DE YUCA	30,72	30,96	30,29	30,53
TMQ	3,09	5,24	3,14	5,25
MBT	1,55	2,10	1,68	2,43
SILICE	32,37	33,75	51,40	51,53
Total experimental	266,57	401,13	284,27	418,54
Total teórico	261,00	395,00	281,00	415,00
Peso final mezcla	265,61	399,72	282,67	415,78
Error Relativo de Mezclado	0,36%	0,35%	0,56%	0,66%
Error Relativo de Pesaje	1,48%	1,53%	1,15%	0,84%
Error Total	1,835%	1,878%	1,712%	1,503%

A continuación se presenta un error promedio de las réplicas de cada tratamiento:

Figura 14. Error relativo total Versus Número de muestra.

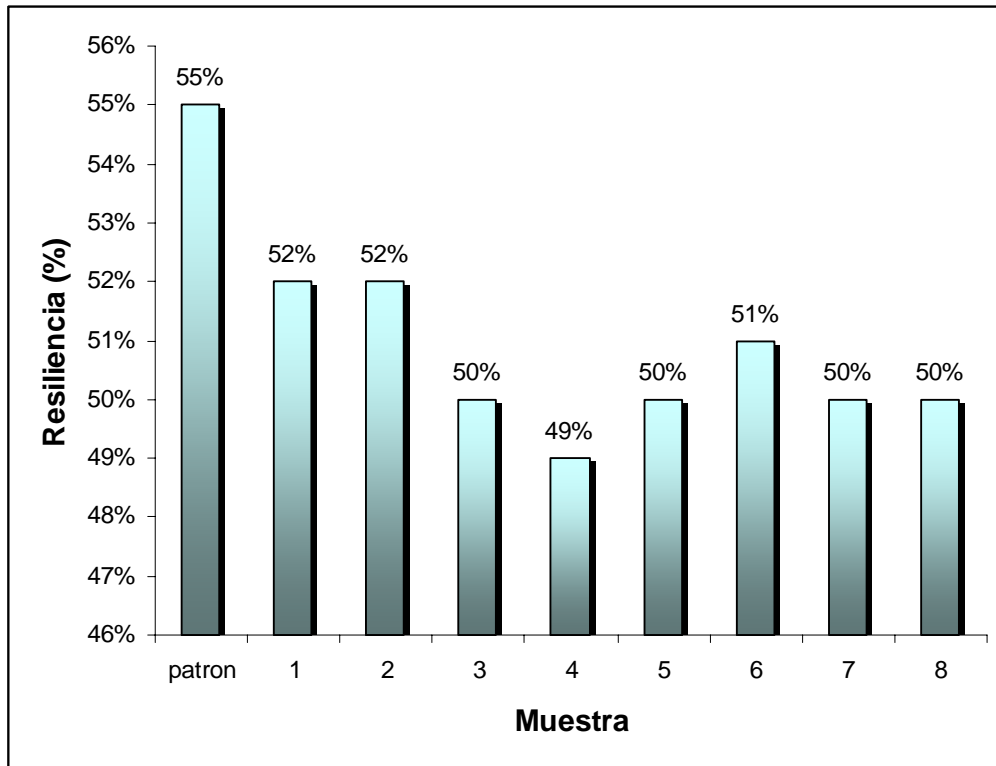


Como se puede observar en la tabla 6 y en la figura anterior, la muestra 4 tiene un error relativo mayor comparado con las otras muestras, seguida de la muestra 1, el error pudo aparecer por que no se pesaron correctamente los reactivos o porque en el momento del mezclado se perdieron muchos polvos. Este comportamiento afectará los resultados de las pruebas físico mecánicas, como se verá mas adelante.

2.2 CARACTERIZACION DE LOS MATERIALES POR PRUEBAS FISICO-MECÁNICAS.

2.2.1 Porcentaje de rebote. Los resultados de porcentaje de rebote se presentan en la siguiente figura:

Figura 15. Resiliencia versus muestra.



La muestra patrón presenta un porcentaje de resiliencia mayor, éste comportamiento era de esperarse debido a que las cadenas de elastómeros tienen mayor movilidad, pues con más partículas de reforzante se dificulta el desplazamiento de las cadenas poliméricas en las mezclas reforzadas (entanglement⁷). Por esta razón se esperaba que un aumento en las cargas reforzantes mostrara una disminución en los valores de resiliencia. Sin embargo, se puede observar que la diferencia de valores entre muestra y muestra no es muy significativa. Las muestras 3, 5 y 7 tienen el mismo valor de resiliencia, a pesar de que la cantidad de relleno es mayor en cada una de ellas respectivamente como se puede observar en la tabla 6.

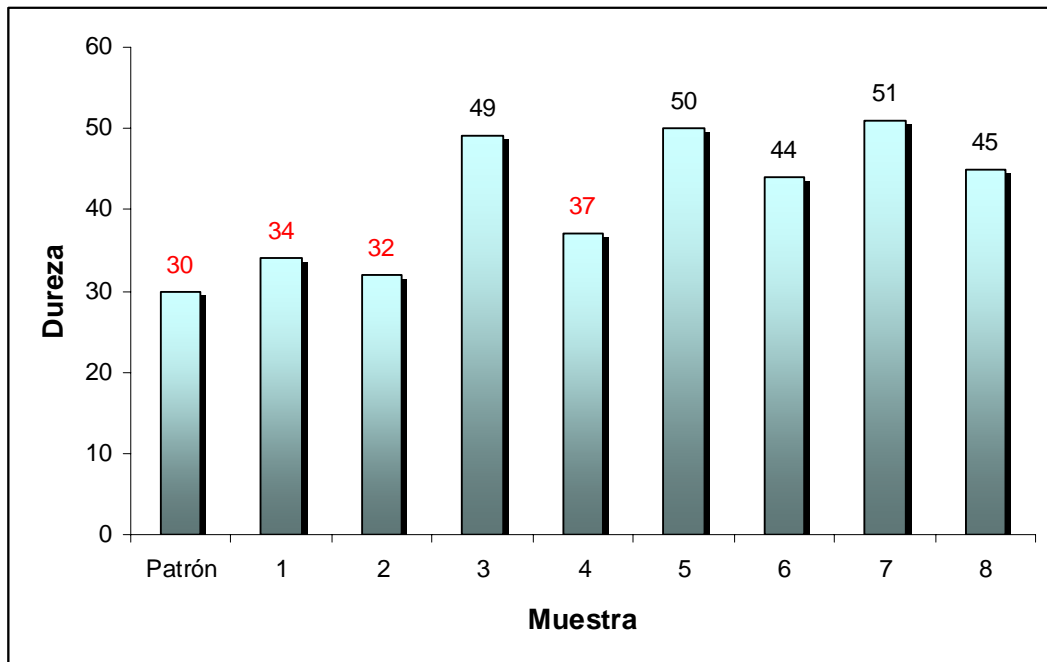
⁷ Enredo de las macromoléculas poliméricas.

La muestra 4 , como se mencionó anteriormente, fue la que presentó un mayor error relativo, es por eso que aparece con el valor más bajo de resiliencia a pesar de no ser la muestra con mayor carga de relleno.

De esta manera se concluyó que la figura 14 no aportó información que ayude a escoger el mejor material.

2.2.2 Dureza.

Figura 16. Dureza versus muestra.



En la figura anterior se observa que la muestra patrón tiene el valor más bajo de dureza con respecto a los demás tratamientos, la muestra 7 presenta el valor más alto de dureza; está compuesta de altas cantidades de los dos reforzantes y caucho en baja cantidad (tabla 6). Las muestra 1, 2 y 4 son descartadas debido a que presentaron los valores más bajos de dureza.

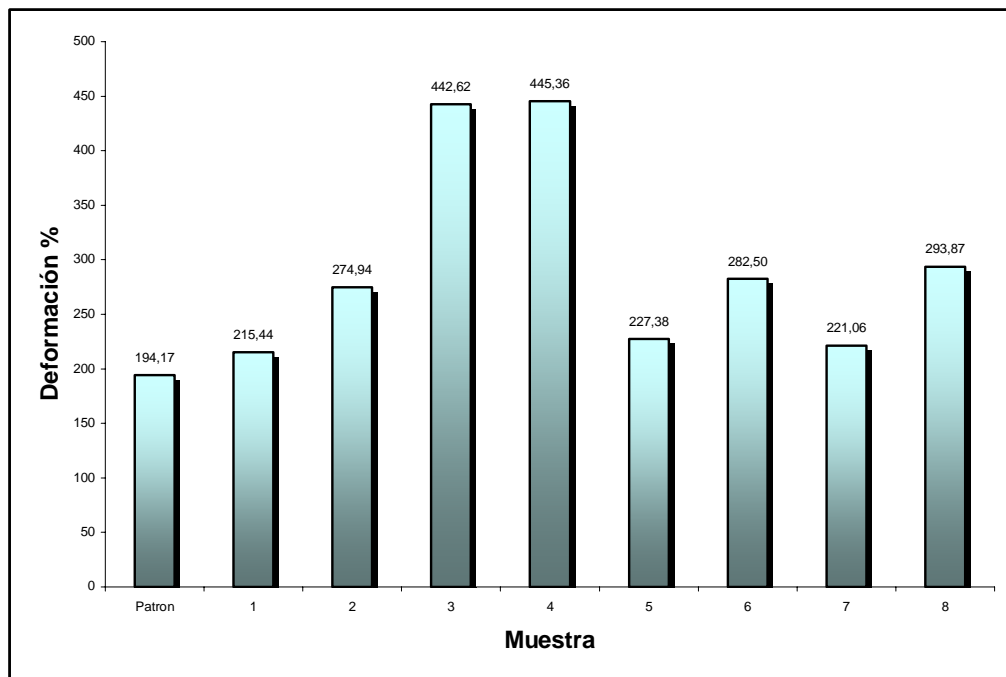
Finalmente se deduce de la figura 16 que un aumento en la carga reforzante es proporcional con el aumento la dureza de la mezcla.

2.2.3 Tensión-deformación. Para esta propiedad se tuvo en cuenta el esfuerzo máximo y la deformación máxima hasta la ruptura de cada tratamiento. Las figuras y los valores obtenidos en los experimentos con el Autograph AG-1 se encuentran en el anexo A. Los valores se promediaron y se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla 7. Resultados ensayos esfuerzo-deformación.

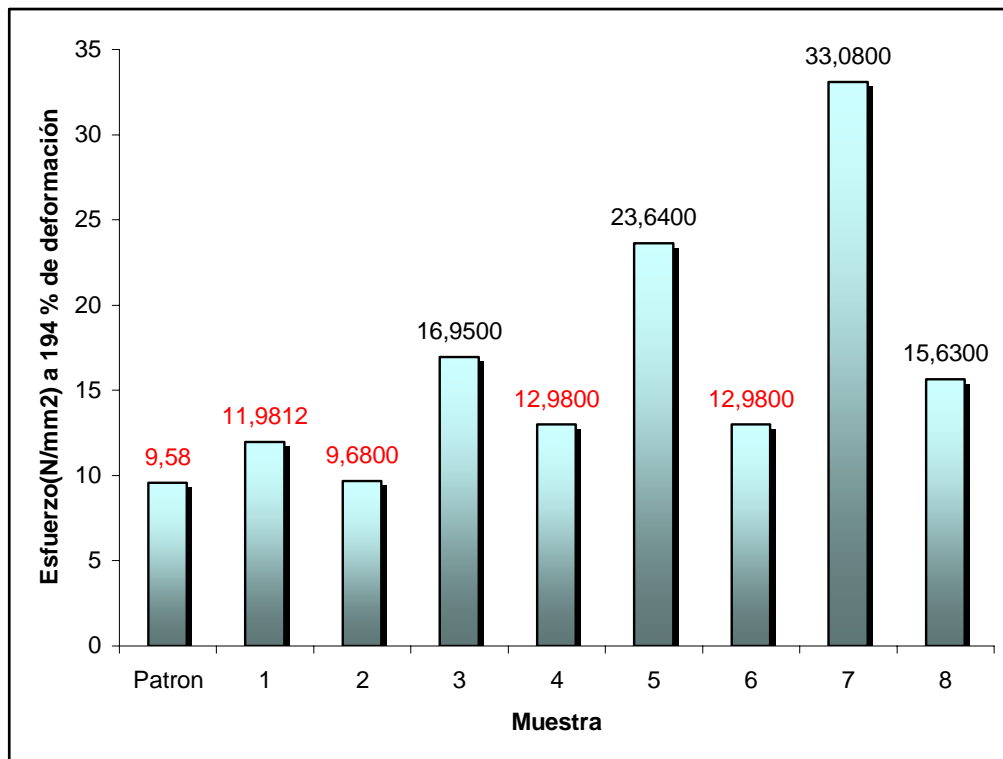
Muestra	Máximo Esfuerzo (N/mm ²)	Máxima Deformación (%)
Patrón	9,58	194,17
1	11,9812	215,44
2	9,6800	274,94
3	16,9500	442,62
4	12,9800	445,36
5	23,6400	227,38
6	12,9800	282,50
7	33,0800	221,06
8	15,6300	293,87

Figura 17. Máxima deformación versus muestra.



Los datos registrados en la Figura 17 muestran una aleatoriedad en los resultados debido a que el módulo de un elastómero es variable, para analizar una tendencia en los resultados es necesario referir los experimentos a el valor de deformación menor que en este caso es la muestra patrón.

Figura 18. Esfuerzo a 194.17 % de deformación versus muestra.



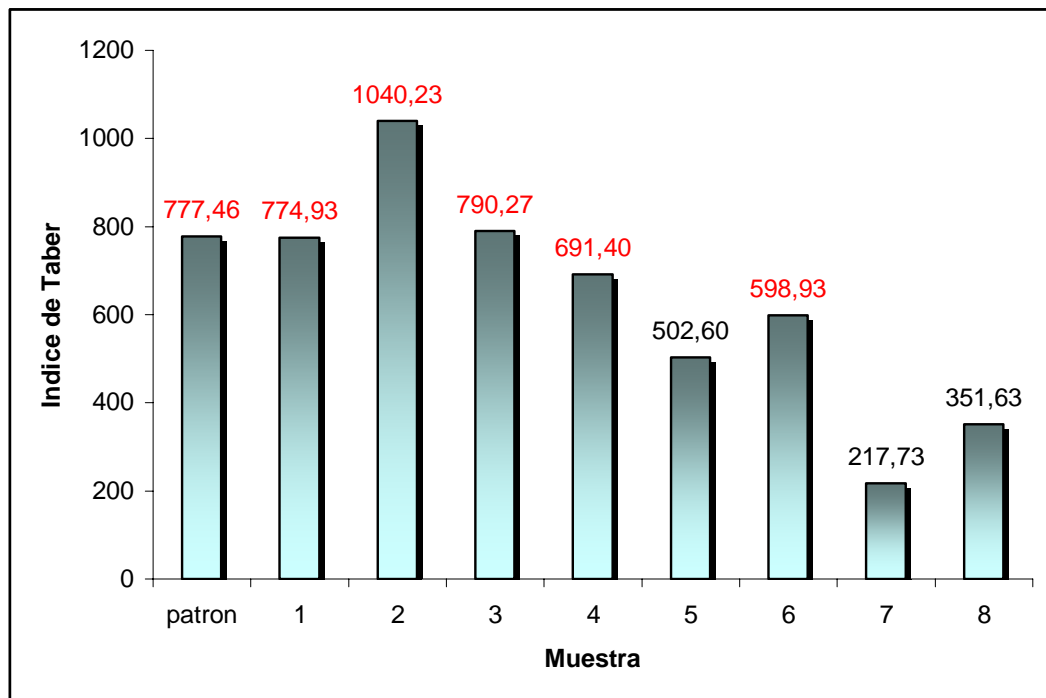
Se esperaba que la figura anterior presentara una directa proporcionalidad entre la cantidad de reforzante en la matriz de caucho y el esfuerzo necesario para la ruptura. Como se puede observar, el menor valor de resistencia a la tracción es el presentado por la muestra patrón, esto era de esperarse ya que esta muestra no tiene reforzante, el mayor valor lo presenta la muestra 7, que corresponde al tratamiento que tiene la mayor cantidad de reforzante en un nivel bajo de SBR (tabla 6).

La muestra 1, 2, 4 y 6 quedan descartadas debido a que su valor es muy cercano a la muestra patrón, y corrobora los resultados obtenidos en la prueba de dureza.

Este análisis es de gran importancia para escoger el material con mejores propiedades físico-mecánicas, ya que los sellos de ventosas son sometidos a grandes esfuerzos debido a las altas presiones con las que entra el fluido a la válvula de succión.

2.2.4 Resistencia a la abrasión. Los resultados que se muestran en la figura 18 corresponden al desgaste del material.

Figura 19. Índice de Taber versus muestras.



En la figura se puede analizar que 5 de los 8 tratamientos muestran una mejor resistencia al desgaste con respecto a la muestra patrón debido a que el índice de Taber es menor.

En los análisis de las pruebas anteriores se habían descartado las muestras: 1, 2, 4 y 6; efectivamente estas muestras presentan los índices de Taber más altos, incluyendo la muestra 3, quedan por analizar las muestras 5, 7 y 8. La muestra 7 presentó el índice de Taber más bajo de todos los tratamientos de igual manera presentó los mejores valores en el resto de pruebas realizadas. Esto era de esperarse, debido a que la muestra 7 es la que tiene la mayor cantidad de reforzantes como aparece registrado en la tabla 6.

Por último, se concluye del análisis de los resultados de las pruebas de caracterización aplicadas a los diferentes cauchos, que las cantidades de almidón de yuca y la sílice respecto a las cantidades de la matriz de caucho ejercen un efecto sobre las propiedades así: La dureza, abrasión y tensión aumentan, mientras que la resiliencia disminuye levemente al aumentar la relación.

2.3 ANÁLISIS DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS

Para el análisis de los datos del experimento que se diseñó, se utilizó una herramienta de software llamada STATGRAPHICS 5.1

De acuerdo con los resultados de la tabla ANOVA, (tabla 7) se observó que tres de los efectos (efecto A: SBR, efecto B: Sílice y efecto C: Almidón) son significativamente diferentes, porque el P-valor correspondiente es menor que $\alpha=0.05$. Esto, quiere decir, que, con un nivel de confianza del 95% los factores SBR, Sílice y Almidón influyen o afectan la variable respuesta (Abrasividad).

Tabla 8. Análisis de varianza del diseño de experimentos.

Fuente	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrado medio	F-Ratio	P-Valor
A: SBR	60933,6	1	60933,6	6,02	0,0269
B: Sílice	285646	1	285646	28,21	0,0001
C: Almidón	998988	1	998988	98,66	0
AB	38488,1	1	38488,1	3,8	0,0702
AC	1885,05	1	1885,05	0,19	0,6723
BC	15774,8	1	15774,8	1,56	0,2311
Bloques	25093,7	2	12546,8	1,24	0,3177
Error total	151891	15	10126,1		
Total	1,58E+06	23			

Entre otros resultados que se obtuvieron del análisis del diseño, está el R-cuadrado con un valor de 90,3787%, que significa que los factores estudiados (SBR, Sílice y Almidón de yuca) son responsables o explican un alto porcentaje de la variabilidad observada en la variable respuesta (Abrasividad). También se obtuvo el R-cuadrado ajustado con un valor de 86,983%, pero este valor es utilizado cuando en el diseño se consideran numerosos factores Independientes.

2.3.1 Efectos estimados para la abrasividad.

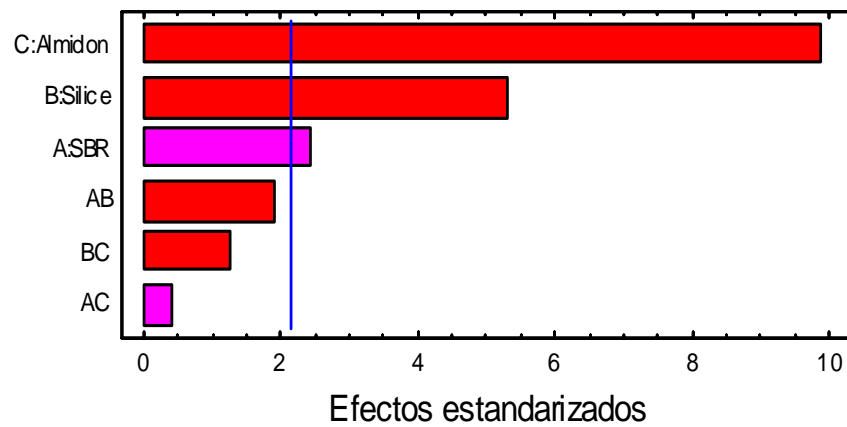
La siguiente tabla muestra cada uno de los efectos estimados, error normal, interacciones, y traza las estimaciones en orden decreciente de importancia.

Tabla 9. Efectos estimados para la abrasividad

	Efectos	Errores estándar
Promedio	620,104	+/-20,5407
A: SBR	100,775	+/-41,0814
B: sílice	-218,192	+/-41,0814
C: almidón	-408,042	+/-41,0814
AB	-80,0917	+/-41,0814
AC	17,725	+/-41,0814
BC	-51,275	+/-41,0814
Bloque	86,6667	+/-58,0978
Bloque	-18,0333	+/-58,0978

Con los efectos estimados se hace un diagrama Pareto (figura 20), corroborando que los efectos principales influyen en la variable respuesta.

Figura 20. Diagrama Pareto estandarizado para abrasividad.



2.3.2 Modelo estadístico.

El modelo de regresión ajustado que describe el comportamiento del índice de abrasividad sobre cualquier punto, esta dado por:

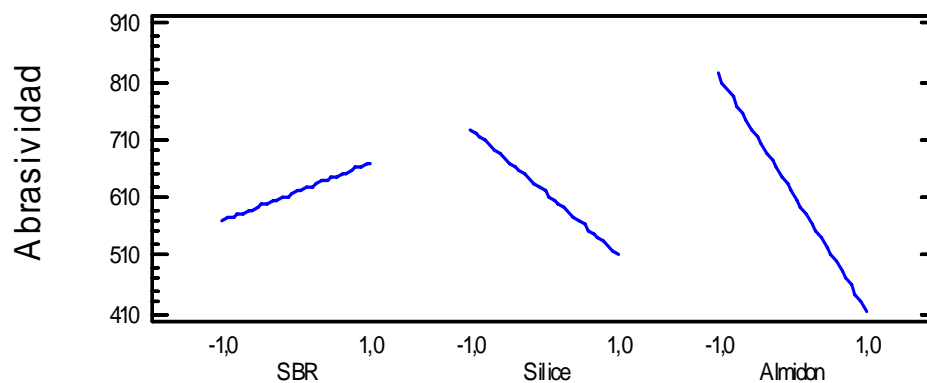
$$Y = 619,2708333 + 50,3875X_1 - 109,096X_2 - 204,021X_3$$

Donde Y es la respuesta predicha en el punto (X1, X2, X3), con X1=A: SBR, X2=B: Sílice y X3=C: Almidón de yuca. El término independiente (619.2708333) es la media global de todos los datos.

De acuerdo con la respuesta predicha y el análisis de la grafica de los efectos principales para abrasividad, la sílice tiene un menor efecto, con respecto al índice de Taber, lo que indica que mejora la resistencia al desgaste del material, y el almidón de yuca aumenta el índice de abrasividad.

Se pudo concluir que el mejor tratamiento para obtener un índice de abrasividad bajo, es la condición A: SBR= -1, B: Sílice= 1 y C: Almidón de yuca= 1.

Figura 21. Efectos principales para abrasividad



Después de hacer el análisis del diseño de experimentos y teniendo en cuenta la variable respuesta que se utilizó en este trabajo de grado, se concluyó que el tratamiento número 7 (tabla 6) es el más apropiado, debido a que su índice de abrasividad es menor con respecto al de la muestra patrón (referenciada en la literatura con propiedades de resistencia al desgaste) y con los demás tratamientos.

2.4 CARACTERIZACION DEL MATERIAL.

Después de encontrar que el tratamiento 7 (tabla 6), era el que presentaba mejores propiedades físico-mecánicas con respecto a los demás tratamientos; se muestran las características finales de la muestra escogida (tabla 10).

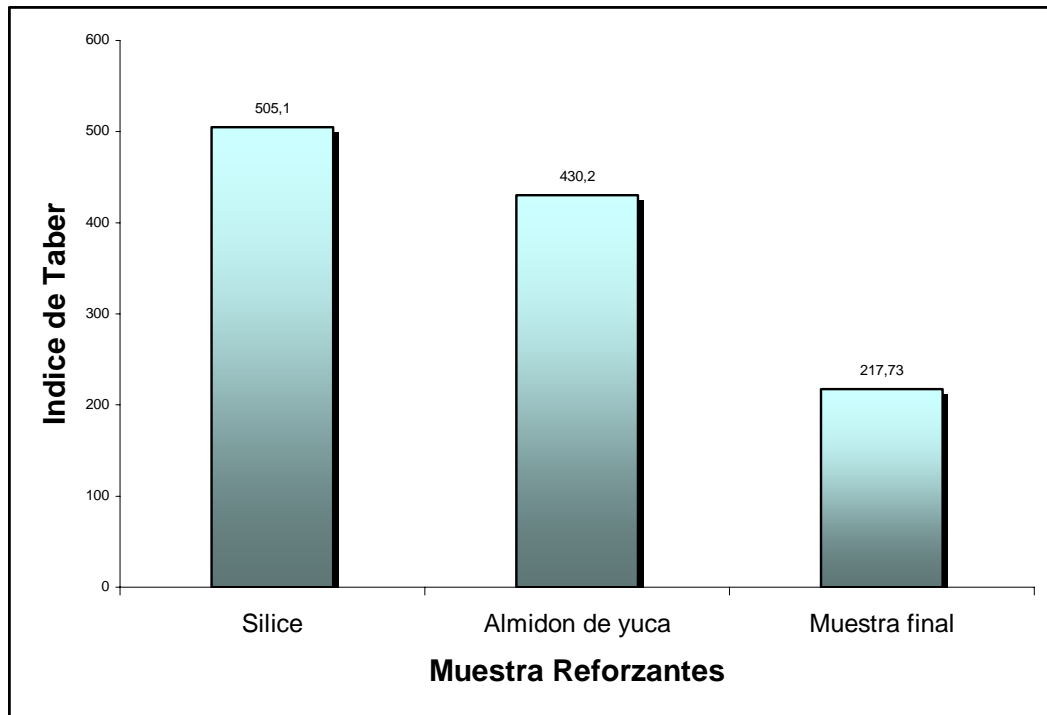
Tabla 10. Caracterización del material.

Propiedades	Valores
Abrasividad	217.73
Dureza	51 Shore A
Resiliencia	50%
Esfuerzo máximo	33,08 (N/mm ²)
Deformación máxima	221.06 (mm)

2.5 VALIDACIÓN DE LOS RESULTADOS.

Para asegurar los resultados obtenidos en el análisis de experimentos, se realizaron dos mezclas, una con almidón de yuca, y la otra con sílice. Se realizaron pruebas de desgaste por abrasión como se muestra en la siguiente figura:

Figura 22. Índice de Taber versus muestra.



Como era de esperarse, la figura anterior demuestra que la mezcla reforzada únicamente con almidón de yuca presentó un índice de Taber menor que la mezcla reforzada con sílice y además que la muestra encontrada en este trabajo de grado presento mayor resistencia al desgaste. De esta manera se concluyó que el almidón de yuca otorgó mayores propiedades físico-mecánicas que la sílice, y que la combinación de reforzante sílice-caucho mejora la resistencia al desgaste por abrasión.

A pesar de que los reforzantes aumentaron la resistencia al desgaste de los tratamientos, esta mezcla se presenta como candidata para la elaboración de sellos de ventosas. Para poder asegurar su uso es necesario elaborar pruebas hidrodinámicas, las cuales estaban fuera del alcance de este trabajo de grado.

3. CONCLUSIONES

- Se encontró la máxima solubilidad del almidón de yuca en mezclas de caucho vulcanizado, además se determinó que la solubilidad de la sílice es mayor con respecto a la solubilidad del almidón de yuca,
- El análisis estadístico muestra que el almidón de yuca y la sílice, tienen un efecto negativo respecto al índice de abrasión de Taber sobre cada uno de los tratamientos. El tratamiento siete que contenía nivel bajo de caucho SBR, nivel alto de sílice y de almidón de yuca, presentó mejores resultados con respecto a sus propiedades físico-mecánicas.
- El almidón de yuca, mejoró las propiedades físicas del caucho vulcanizado en mayor proporción que la sílice, este comportamiento fue comprobado con la validación que se realizó utilizando los dos reforzantes por separado. De esta manera se determina que al igual que en los poliuretanos puede ser utilizado como relleno en los cauchos vulcanizados.
- La mezcla de caucho vulcanizado se presenta como candidato para la elaboración de sellos de ventosas, debido a que sus propiedades físico-mecánicas, especialmente la resistencia al desgaste por abrasión aumentaron con respecto a la mezcla referenciada bibliográficamente.

4. RECOMENDACIONES

- Elaborar los sellos de ventosas, instalar un sistema de transporte de fluidos y hacer pruebas hidrodinámicas para analizar el comportamiento de la muestra, con el fin de determinar si realmente la mezcla de caucho vulcanizado pueden ser utilizadas en la elaboración de sellos de ventosas.

BIBLIOGRAFIA

BARLOW, Fred W. Rubber compounding, Marcel Mecker Editors, New York 1993.

CARREÑO, Eduardo. Instrucción de mezclado. Escuela de Ingeniería Química UIS. 1990.

CASTRO, Camilo y CASTRO, Liliana, obtención de un material SBR, nylon y sílice con característica de resistencia al desgaste por abrasión. Trabajo de grado (Ingeniería Química), Universidad Industrial de Santander. 2005.

GUTIERREZ, Humberto y DE LA VARA, Román. Análisis y diseño de experimentos, Editorial Mac Graw Hill, Mexico 2003.

LE BRAS, Jean. Fundamentos de ciencia y tecnología del caucho, Editorial Gustavo Gil, Barcelona 1960.

NAUNTON, W.J.S. The applied science of rubber, Compañía Editorial continental, México 1961.

RAMOS de Valle, Luis F. SANCHEZ VALDES, Saúl. Vulcanización y formulación de hules. Editorial Limusa México D.F. 2003.

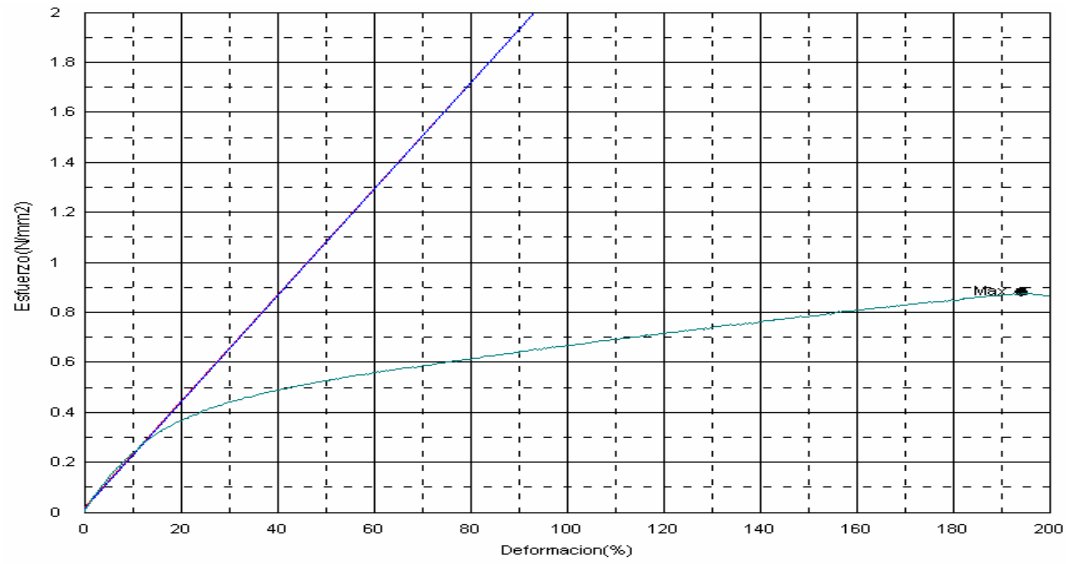
ROYO, Joaquin. Manual de tecnología del caucho. Consorcio Nacional de Industriales del Caucho 1993.

Operating Instructions for Taber Models 5130 & 5150 Digital Abrassers with LED Readouts, TABER Industries.1994.

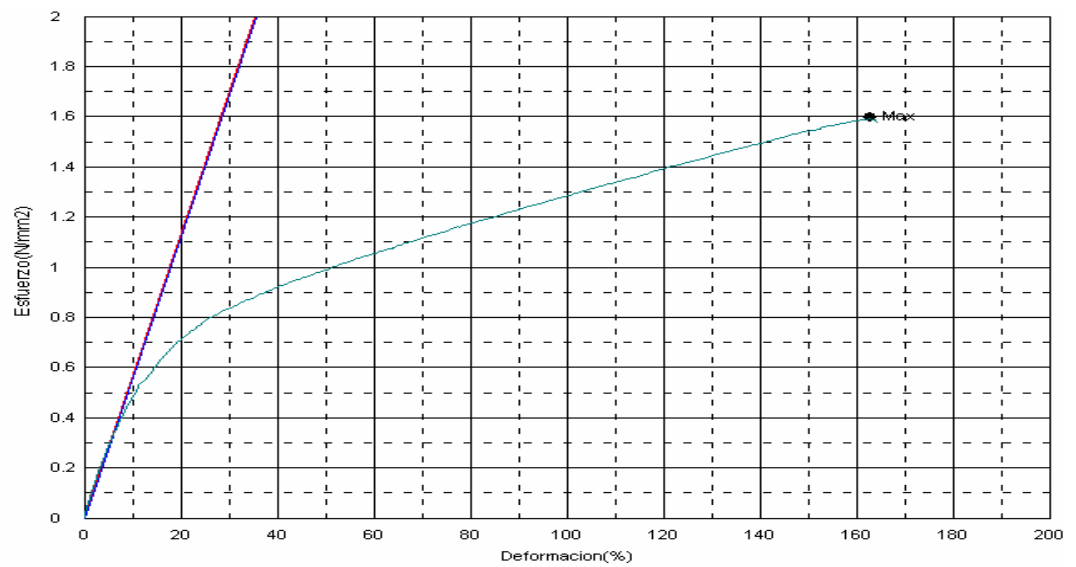
ANEXOS.

ANEXO A. FIGURAS ESFUERZO – DEFORMACIÓN

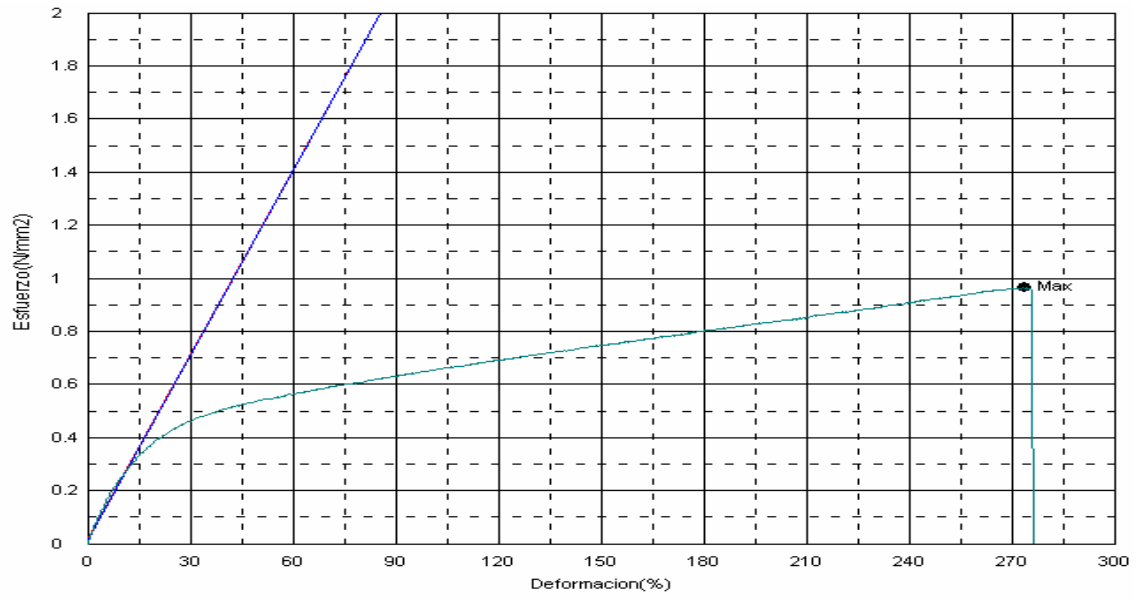
2.1 PROBETA PATRÓN.



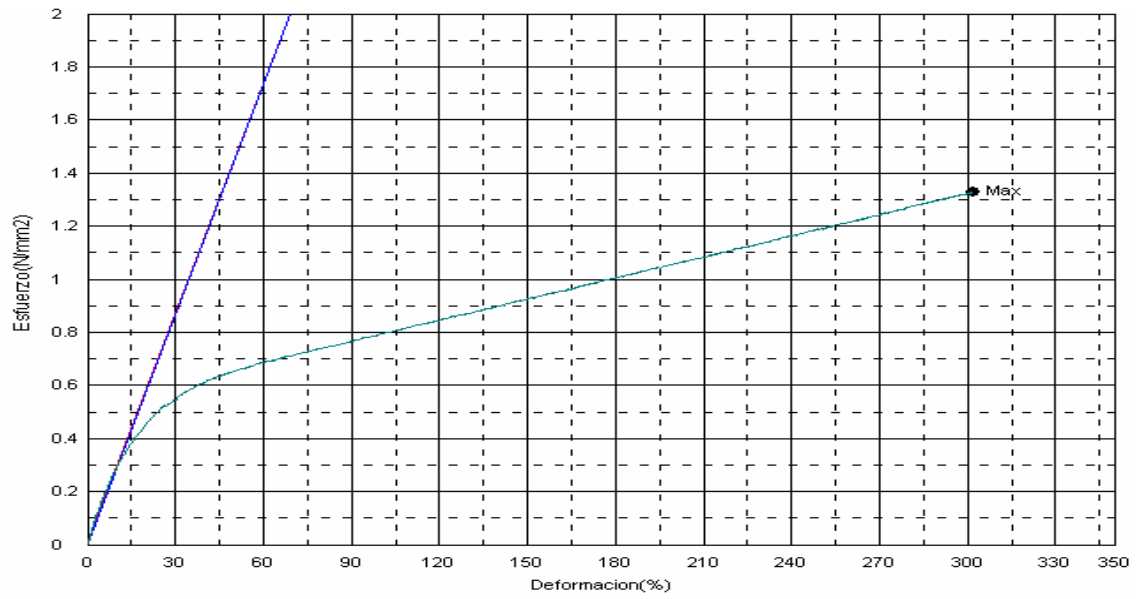
2.2 PROBETA 1



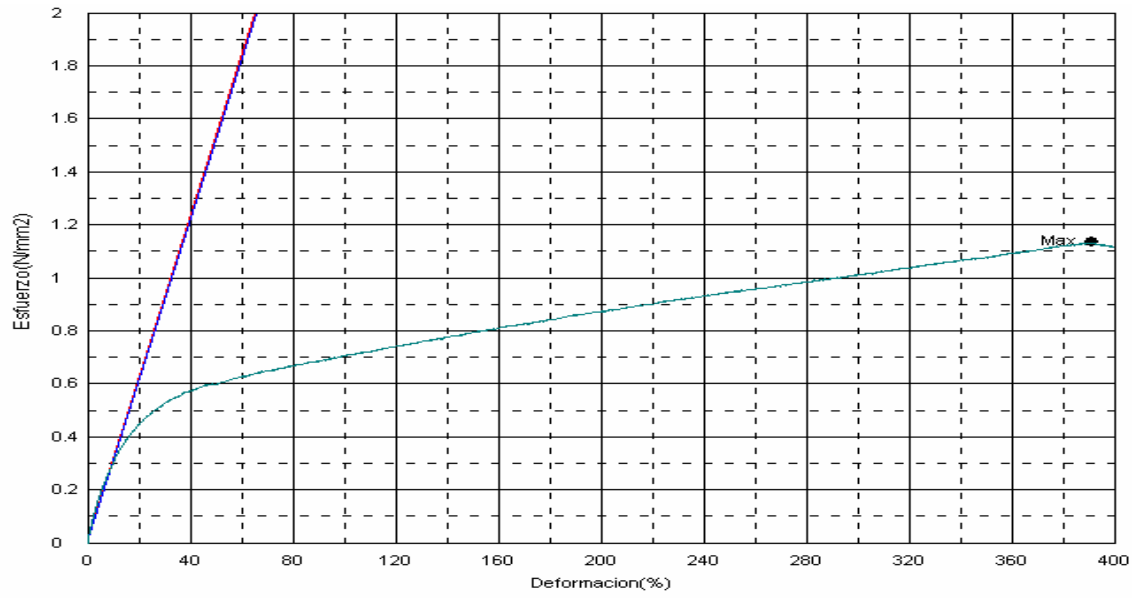
2.3 PROBETA 2



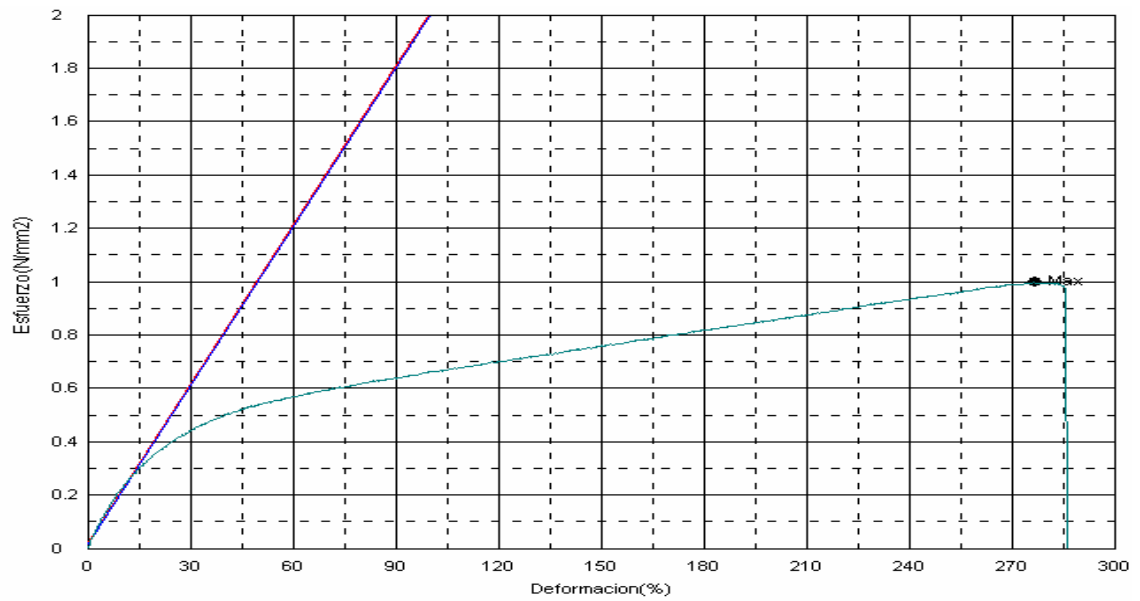
2.4 PROBETA 3



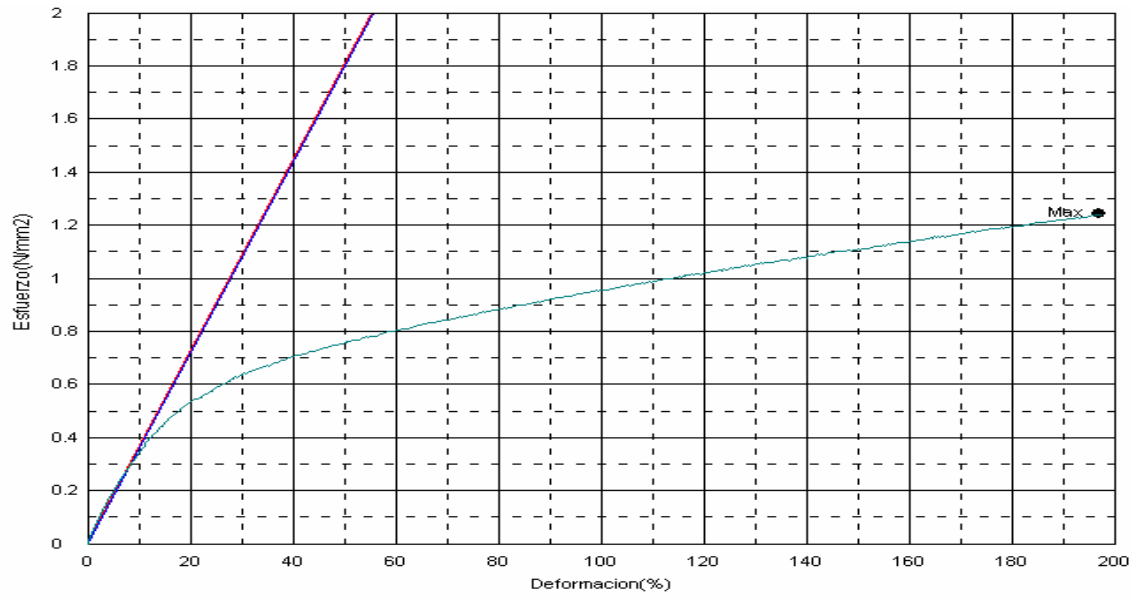
2.5 PROBETA 4



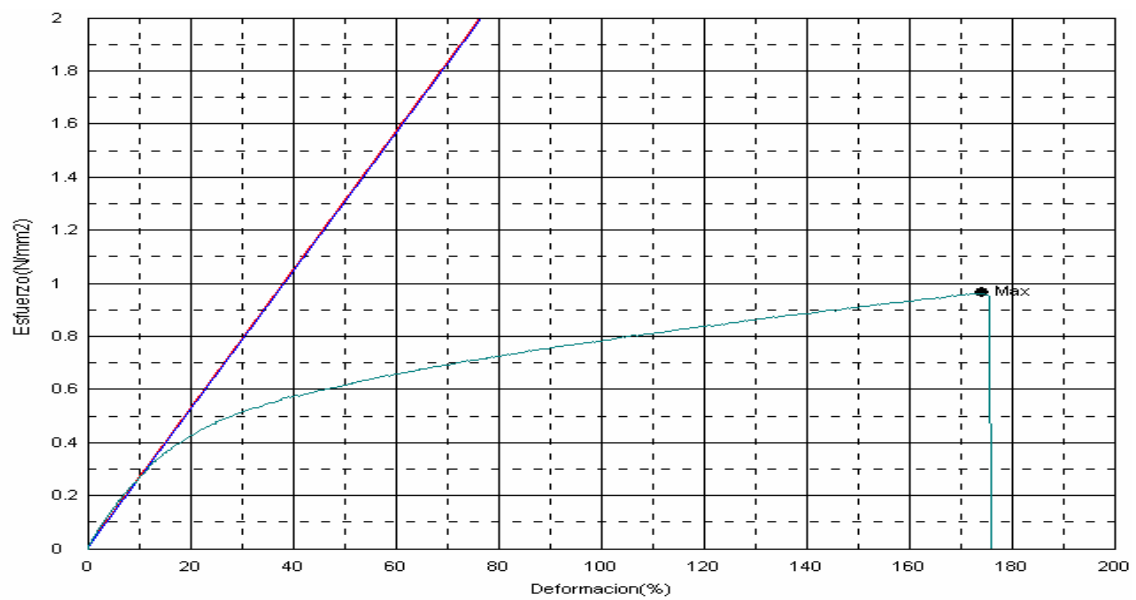
2.6 PROBETA 5



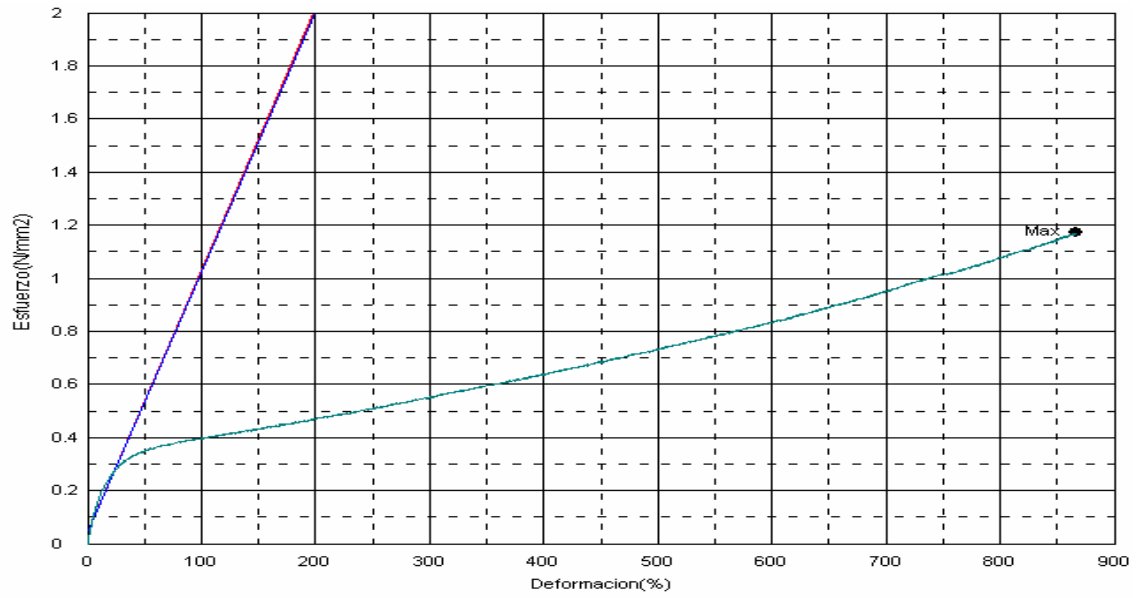
2.7 PROBETA 6



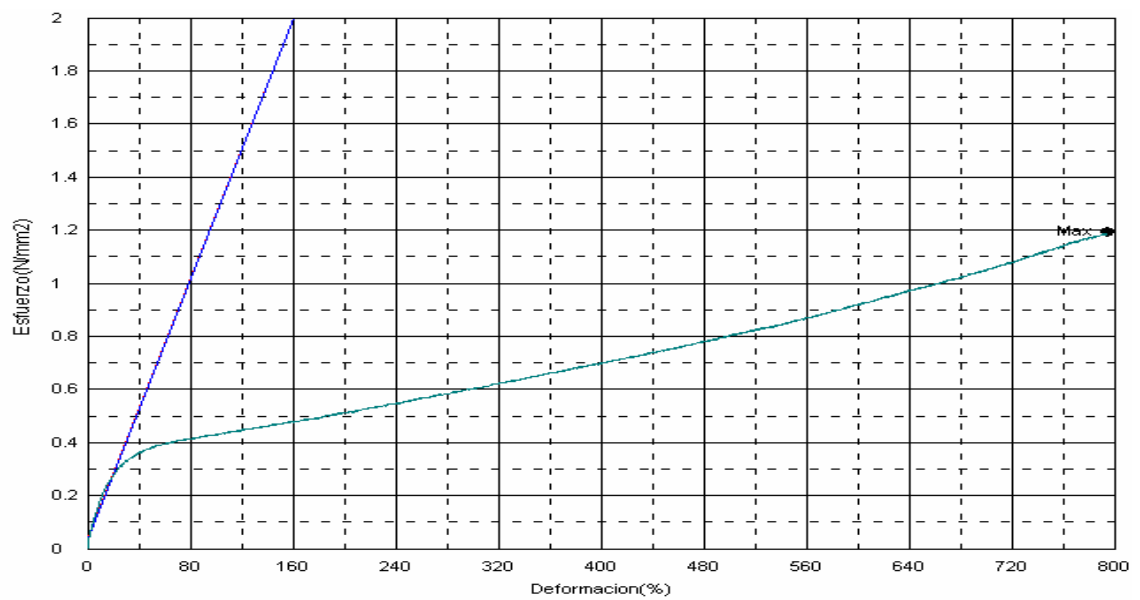
2.8 PROBETA 7



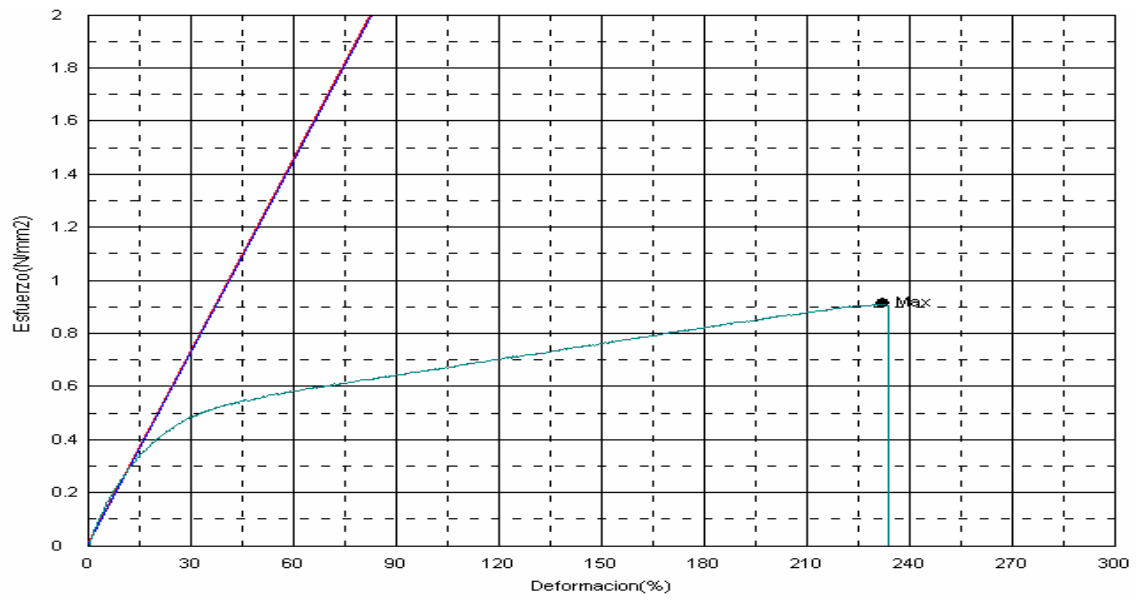
2.9 PROBETA 8



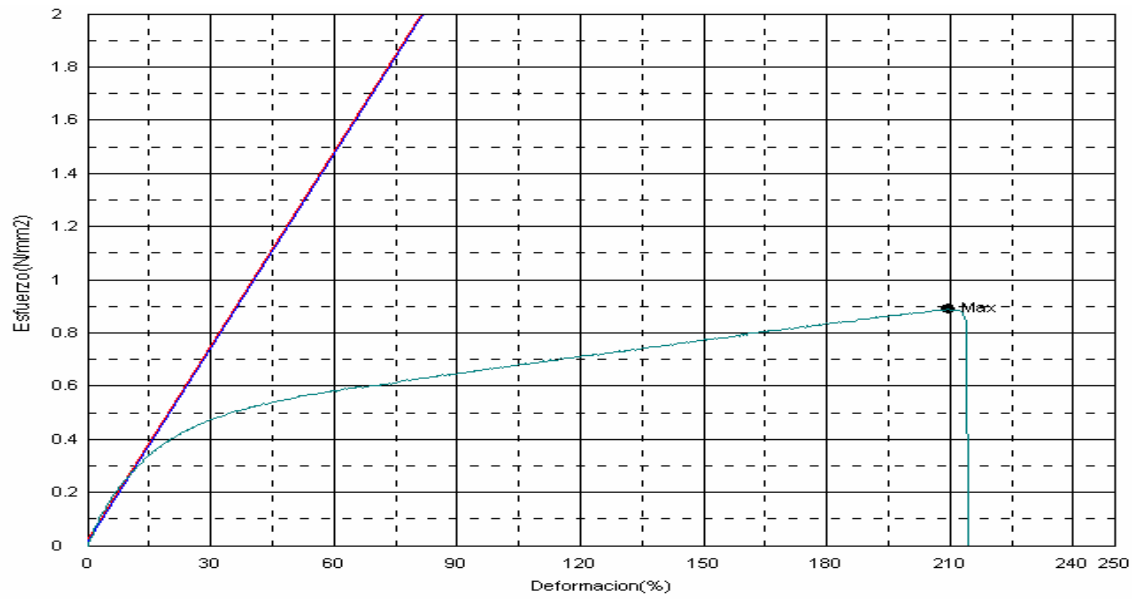
2.10 PROBETA 9



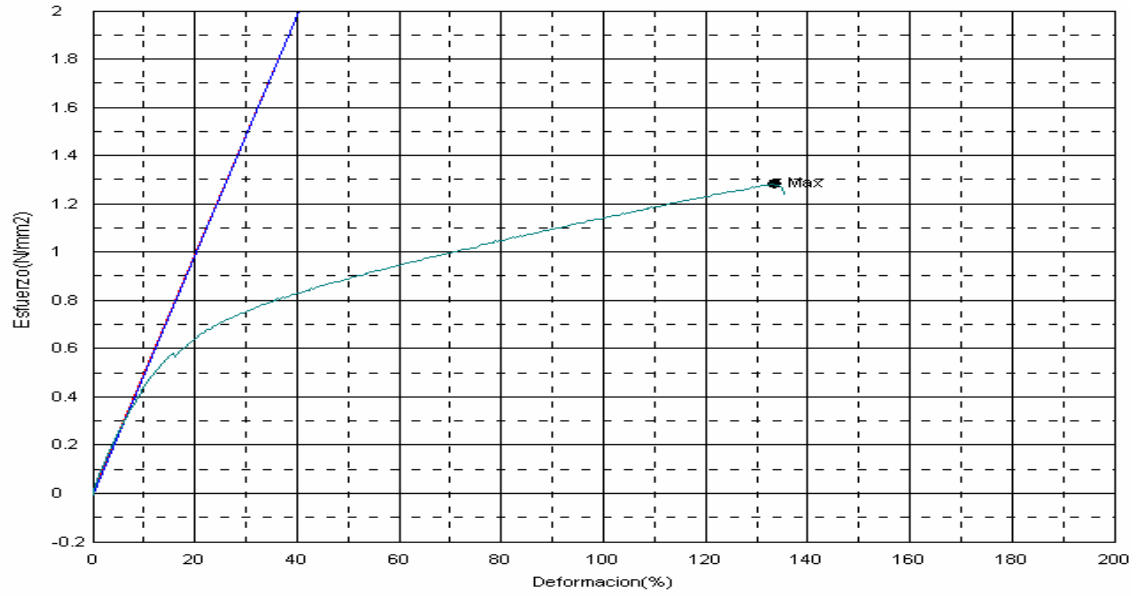
2.11 PROBETA 10



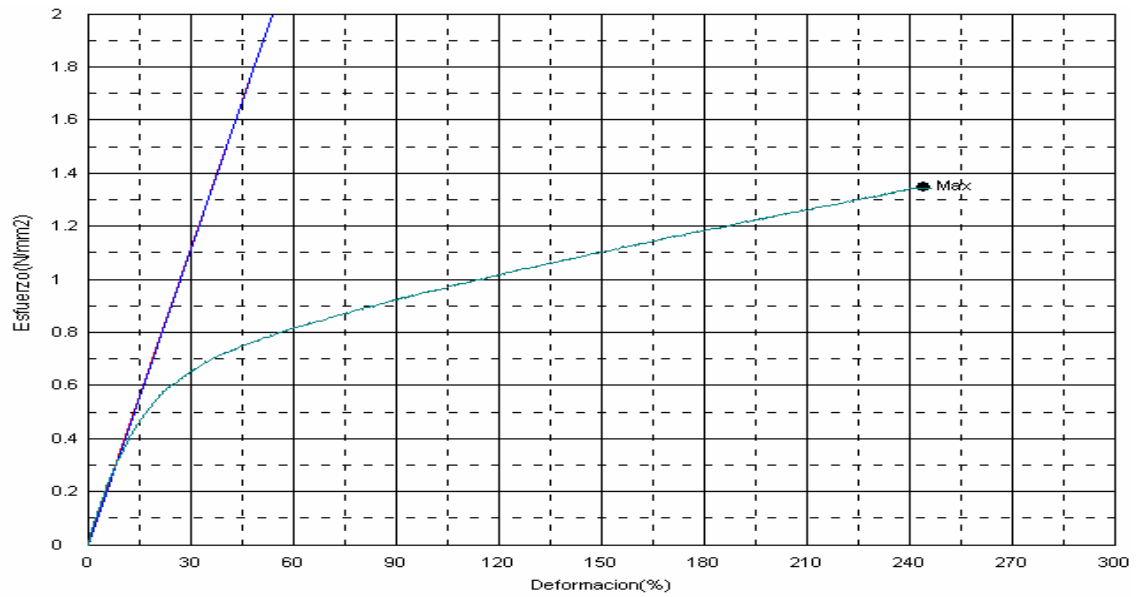
2.12 PROBETA 11



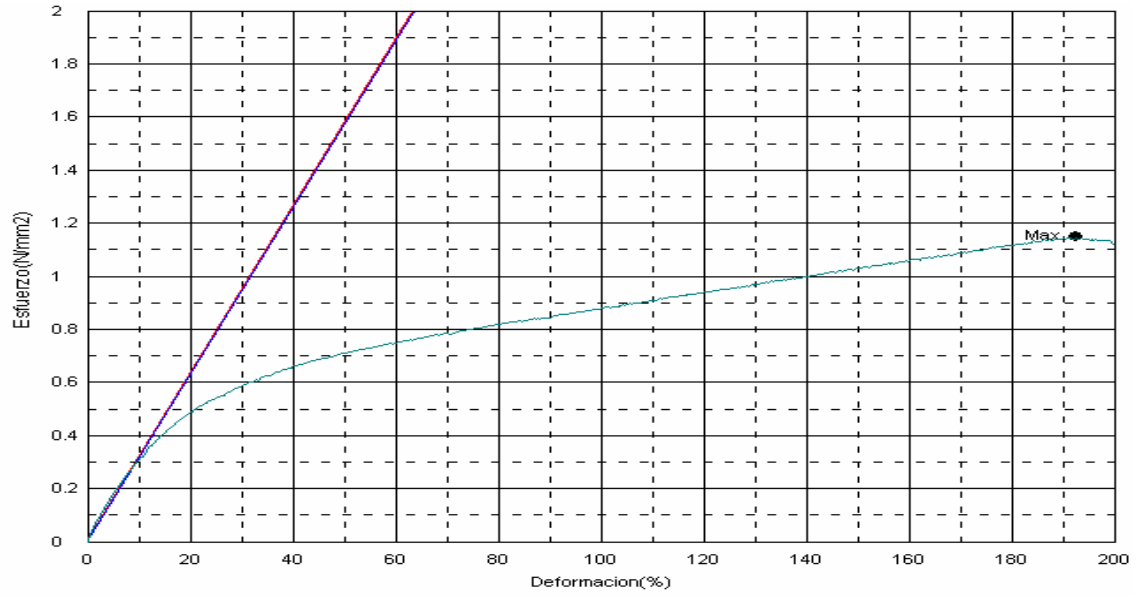
2.13 PROBETA 12



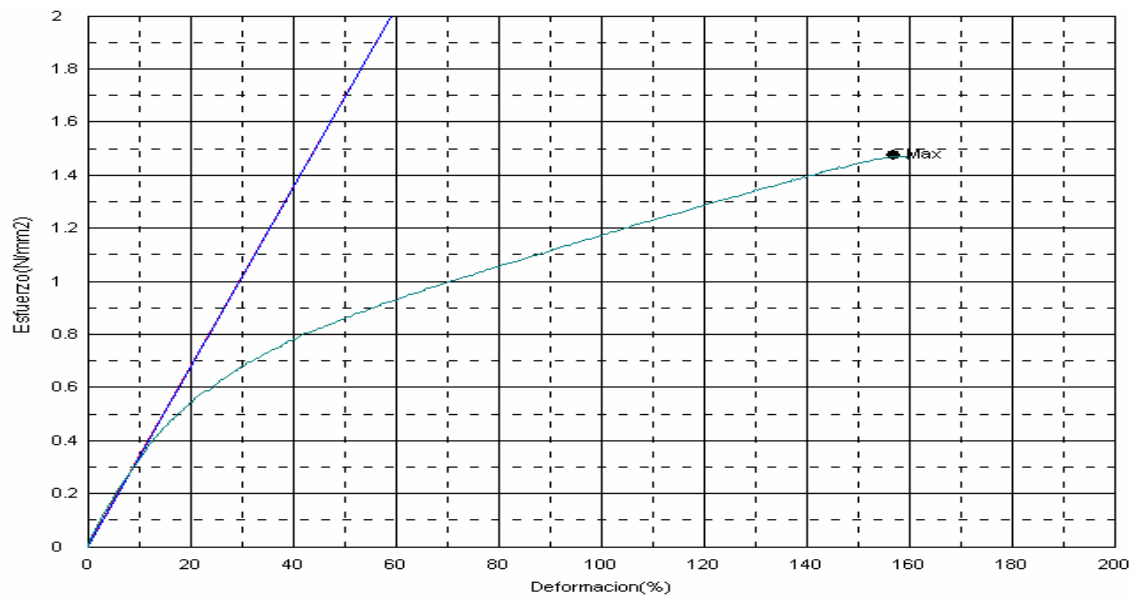
2.14 PROBETA 13



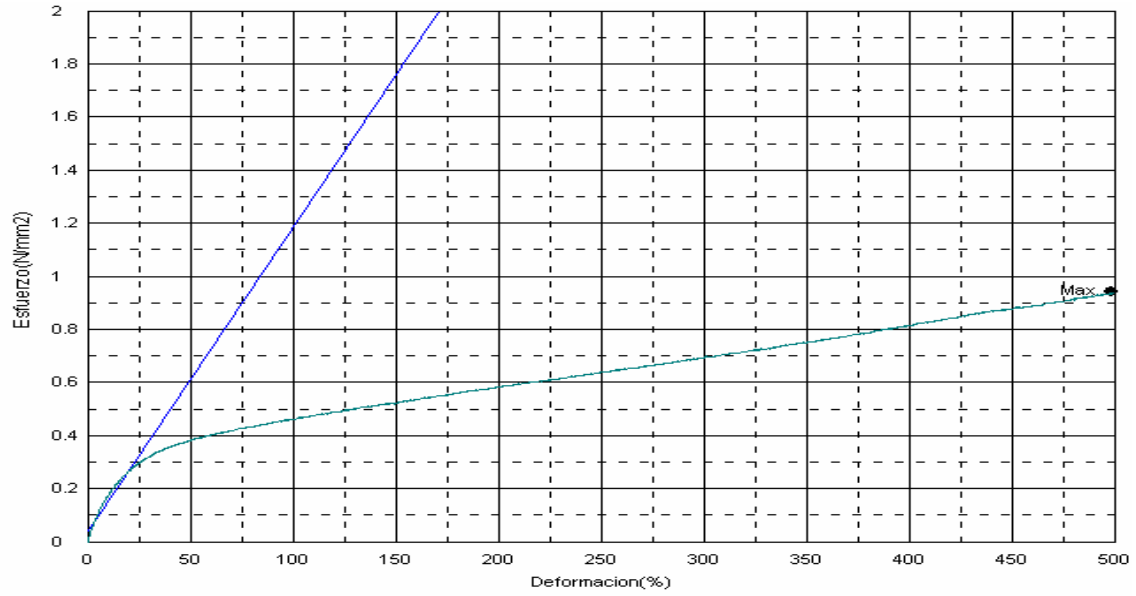
2.15 PROBETA 14



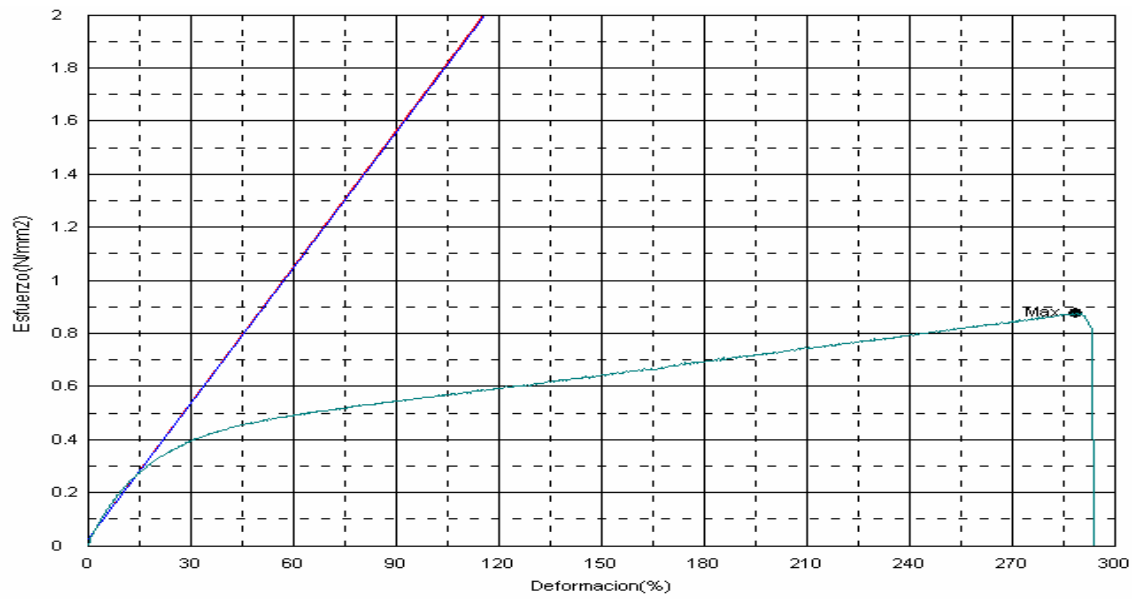
2.16 PROBETA 15



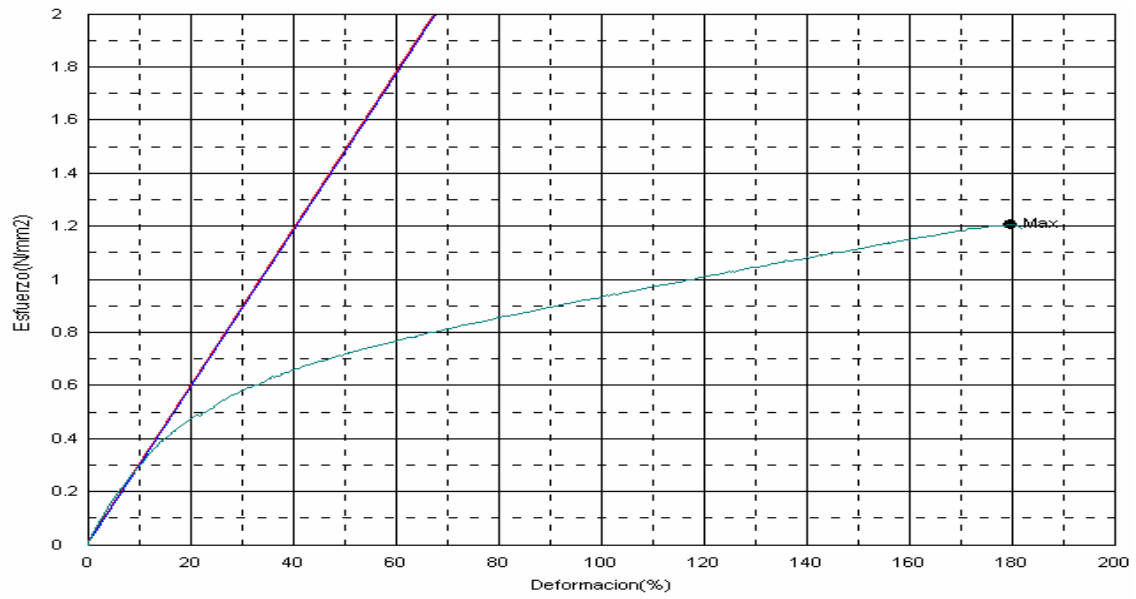
2.17 PROBETA 16



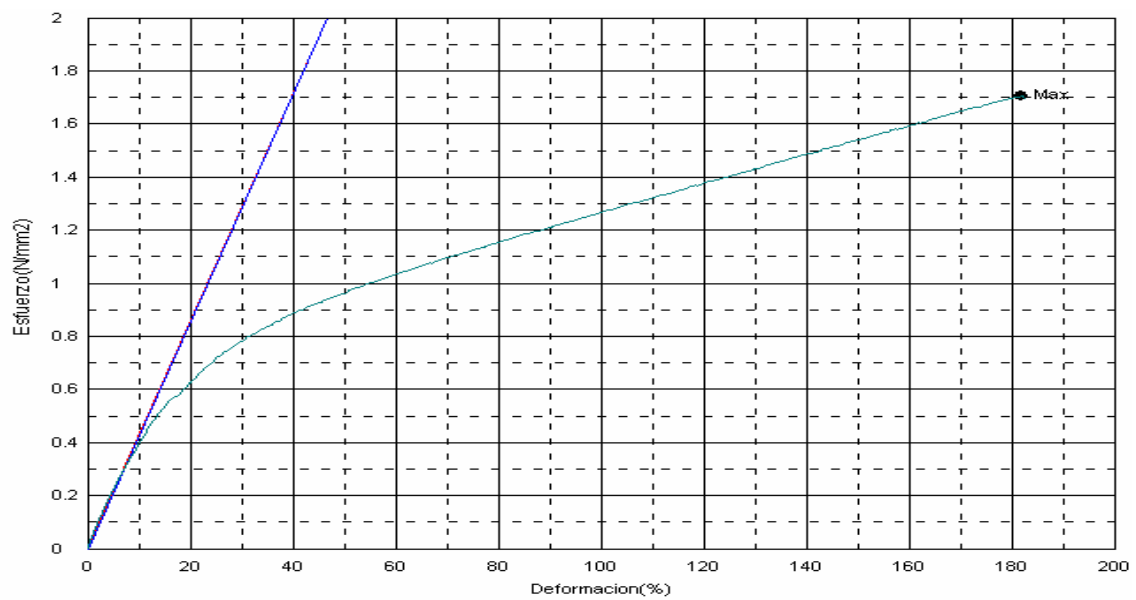
2.18 PROBETA 17



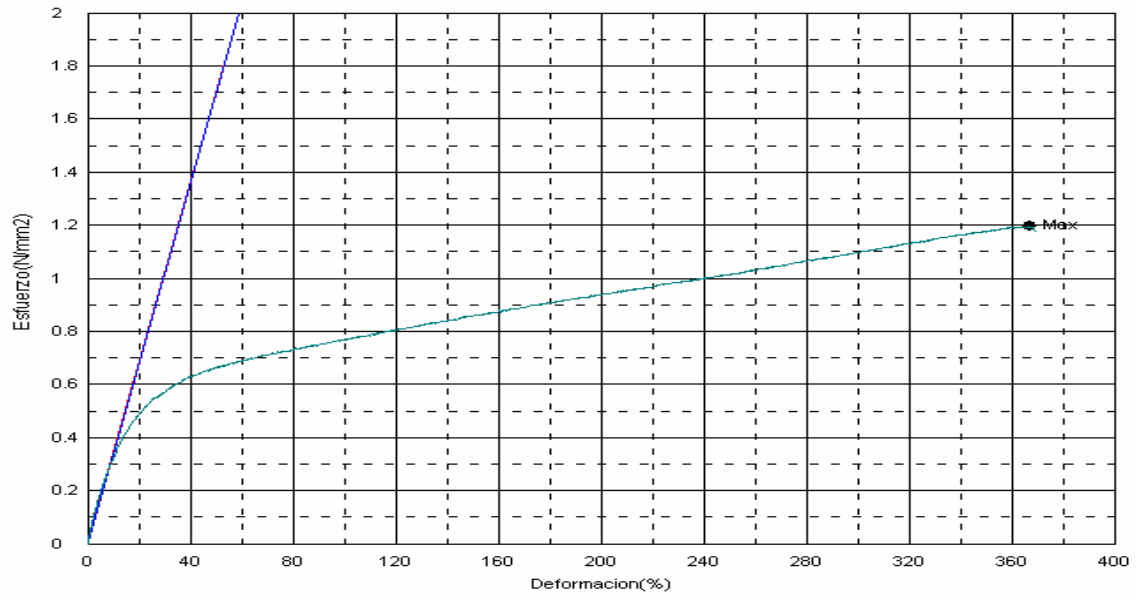
2.19 PROBETA 18



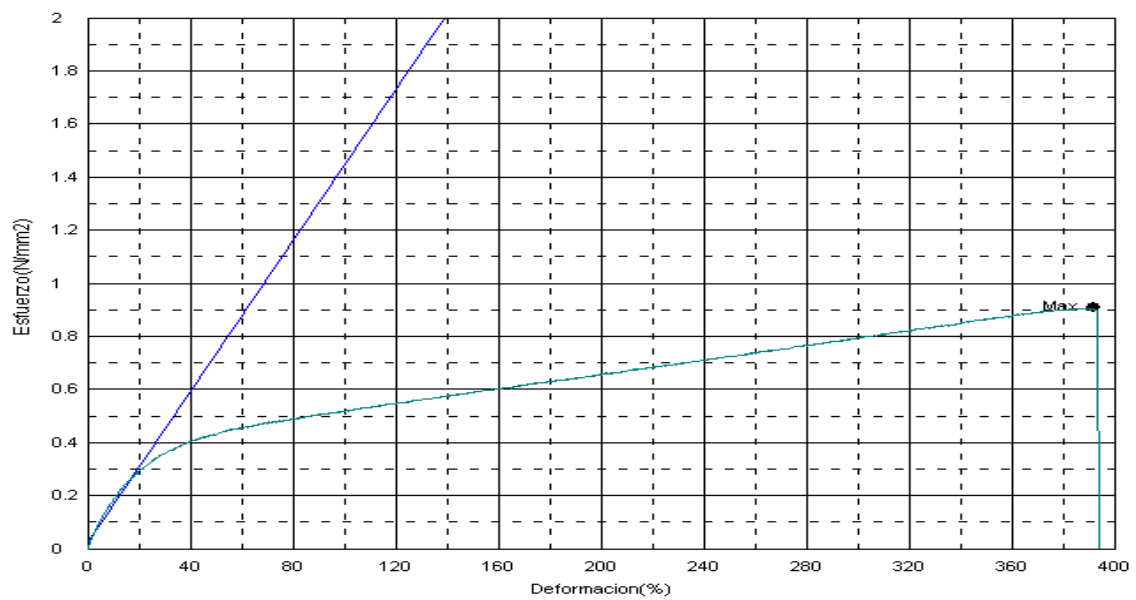
2.20 PROBETA 19



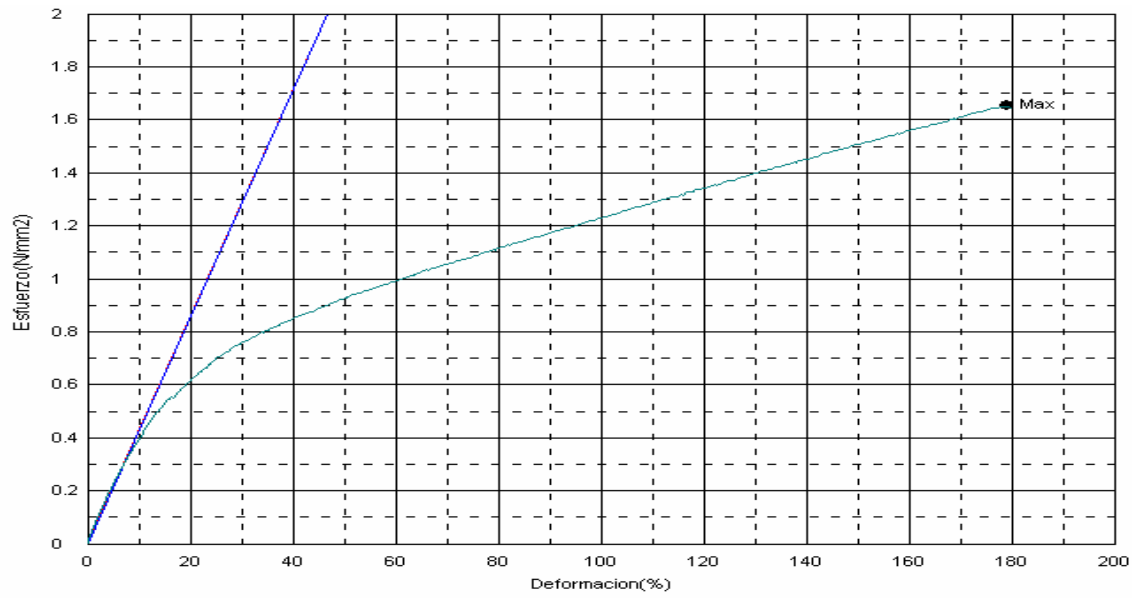
2.21 PROBETA 20



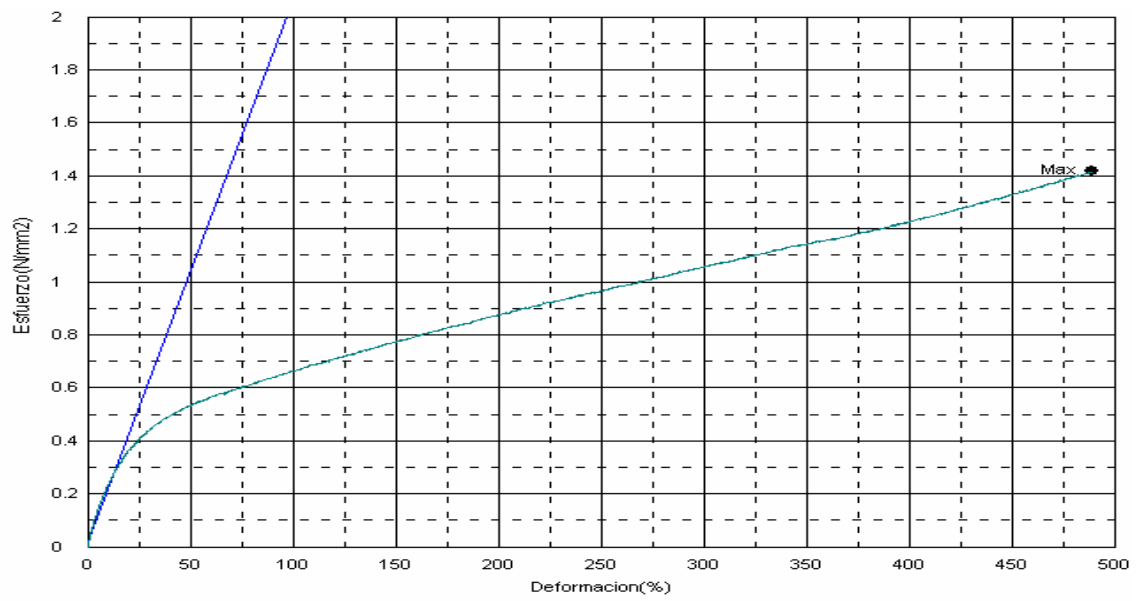
2.22 PROBETA 21



2.23 PROBETA 22



2.24 PROBETA 23



2.25 PROBETA 24

