

**OBTENCION DE UN MATERIAL SBR, NYLON Y SÍLICE CON
CARACTERÍSTICA DE RESISTENCIA AL DESGASTE POR ABRASIÓN**

**CAMILO ANDRES CASTRO LOPEZ
LILIANA DEL PILAR CASTRO MOLANO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA**

2005

**OBTENCION DE UN MATERIAL SBR, NYLON Y SÍLICE CON
CARACTERÍSTICA DE RESISTENCIA AL DESGASTE POR ABRASIÓN**

**CAMILO ANDRES CASTRO LOPEZ
LILIANA DEL PILAR CASTRO MOLANO**

TRABAJO DE GRADO

DIRECTOR: Dr. ALVARO RAMIREZ GARCIA.

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA**

2005

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus agradecimientos a:

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS. Porque nos brindó 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.

JOHANN ALEXANDER VERA MERCADO. Ingeniero Civil, y coordinador del Laboratorio de Resistencia de materiales de la Universidad Santo Tomás, por su colaboración y apoyo a lo largo de la investigación.

DARIO YESID PEÑA y CUSTODIO VASQUEZ. Docentes de la Escuela Ingeniería Metalúrgica, por su colaboración, apoyo y asesoría en la investigación.

LABORATORIO DE PLASMA ESCUELA DE FISICA UIS.

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

A mi Madre por enseñarme a leer,
A mis abuelos, tíos y primos maternos por su protección,
A mi Padre y hermanos,
A Yesid por su gran apoyo y confianza.
Camilo Andrés Castro López.

A Toda mi familia y amigos,
En especial a mis padres por su esfuerzo y apoyo,
A mi tía Elizabeth por creer en mí,
Y a mis amigas Briyidth, Zulma, Viviana, Yeimy y Diana
por ayudarme hacer realidad este sueño.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCION	1
1. MARCO TEORICO	3
1.1 CAUCHO ESTIRENO – BUTADIENO (SBR)	3
1.2 NYLON	4
1.3 INGREDIENTES DE MEZCLA PARA VULCANIZACION	6
1.3.1 Plastificantes	6
1.3.2 Agentes vulcanizantes	7
1.3.3 Aceleradores de vulcanización	7
1.3.4 Activadores	7
1.3.5 Retardadores	8
1.3.6 Antioxidantes	8
1.3.7 Reforzantes	9
1.4 INFLUENCIA DEL TAMAÑO DE PARTICULA DE LOS REFORZANTES EN LAS PROPIEDADES MECANICAS DEL VULCANIZADO	9
1.5 VULCANIZACIÓN	10
1.6 PROPIEDADES FISICAS DEL CAUCHO VULCANIZADO	12
1.6.1 Abrasión	12
1.6.2 Dureza	12
1.6.3 Resiliencia	12
1.6.4 Tensión	12
1.7 SISTEMAS COMERCIALES DE DESCASCARILLADO DE ARROZ. DESCASCARILLADOR CON RODILLOS DE CAUCHO	13
1.7.1 Análisis de fuerzas incidentes	14
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	18
2.1 FORMULACIÓN DE MEZCLA PATRÓN	19
2.2 DISEÑO FACTORIAL DE EXPERIMENTOS	20

2.3 PRUEBAS DE SOLUBILIDAD DE NYLON Y SÍLICE EN EL CAUCHO	22
2.4 FORMULACIÓN DE LOS EXPERIMENTOS	23
2.5 PROCESAMIENTO DEL CAUCHO. (OBTENCIÓN DEL CAUCHO VULCANIZADO)	24
2.5.1 Molienda	24
2.5.2 Tamizado	25
2.5.3 Mezclado	26
2.5.4 Moldeado y vulcanización	28
2.6 EXPLORACIÓN DE LA INCIDENCIA DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA DEL NYLON REFORZANTE	30
2.7 MEDICIÓN DE PROPIEDADES FÍSICAS	30
2.7.1 Abrasividad	30
2.7.2 Resiliencia	32
2.7.3 Dureza	32
2.7.4 Resistencia a la tracción y alargamiento (Tensión)	32
3. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS	36
3.1 RESULTADOS EXPERIMENTALES	36
3.1.1 Solubilidad de Nylon y Sílice en el caucho	36
3.1.2 Formulación y procesamiento de mezclas	37
3.2 Análisis físico del Diseño de Experimentos	39
3.2.1 Abrasividad	39
3.2.2 Dureza	41
3.2.3 Resiliencia	43
3.2.3 Tensión	44
3.3 EXPLORACIÓN DE LA INCIDENCIA DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA	47
3.4 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS	47
3.4.1 Análisis de Varianza para Abrasividad	49
3.4.2 Efectos de las variables	50
3.4.3 Modelo estadístico	51

3.5 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL	52
4. CONCLUSIONES	54
5. RECOMENDACIONES	55
BIBLIOGRAFÍA	56
ANEXOS	57

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Coeficiente de fricción del nylon con superficies diversas.	5
Tabla 2. Ingredientes para mezcla con módulo bajo para fricción.	17
Tabla 3. Ingredientes para vulcanización del patrón de experimentación.	20
Tabla 4. Configuración de diseño de experimentos.	22
Tabla 5. Cantidades teóricas de ingredientes de vulcanización para mezclas con niveles alto y bajo de caucho.	23
Tabla 6. Datos de solubilidad de nylon y sílice en caucho SBR 1502.	36
Tabla 7. Cantidades de ingredientes para vulcanización.	37
Tabla 8. Cantidades de ingredientes para Vulcanización.	38
Tabla 9. Densidades de mezclas vulcanizadas.	41
Tabla 10. Resultados de ensayos esfuerzo deformación.	46
Tabla 11. Índice de abrasividad a diferentes tamaños De partícula de nylon.	47
Tabla 12. Resultados de la medición del índice de abrasividad en la segunda vulcanización.	48
Tabla 13. Análisis de varianza del diseño de experimentos.	49
Tabla 14. Caracterización del material.	52

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Estructura molecular SBR.	4
Figura 2. Tipos de enlaces formados en la vulcanización.	11
Figura 3. Esquema general del descascarillado con rodillos de caucho.	13
Figura 4. Diagrama de fuerzas incidentes en el descascarillado.	14
Figura 5. Diagrama de fuerzas en un segmento de grano.	14
Figura 6. Diagrama de flujo del desarrollo experimental.	18
Figura 7. Configuración gráfica del diseño de experimentos.	21
Figura 8. Diagrama de flujo procesamiento de caucho vulcanizado.	24
Figura 9. Esquema general de un molino de cuchillas.	25
Figura 10. Corte a $\frac{3}{4}$ de la banda de caucho.	28
Figura 11. Moldes para vulcanización.	29
Figura 12. Prensa de vulcanización.	30
Figura 13. Abrasímetro Taber 5130.	
Figura 14. Rotación del sistema de abrasión del abrasímetro.	32
Figura 15. Probetas de ensayo de resistencia a la abrasión.	34
Figura 16. Probetas para ensayo esfuerzo deformación.	34
Figura 17. Estiramiento de probetas en la máquina de ensayo Autograph AG-1.	

LISTA DE GRAFICOS

	Pág.
Gráfico 1. Error total relativo versus número de experimento.	39
Gráfico 2. Índice de abrasividad versus número de experimento.	39
Gráfico 3. Índice de abrasión versus relación reforzante/caucho.	40
Gráfico 4. Dureza versus número de experimento.	41
Gráfico 5. Dureza versus relación reforzante/caucho.	42
Gráfico 6. Abrasividad versus dureza.	42
Gráfico 7. Porcentaje de rebote versus número de experimento.	43
Gráfico 8. Orden decreciente de resiliencia de muestras.	44
Gráfico 9. Esfuerzo a 210 mm de deformación versus relación reforzantes/caucho.	46
Gráfico 10. Diagrama de pareto de efectos estandarizados.	50
Gráfico 11. Comparación del modelo con los datos reales.	51

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. INSTRUCCIÓN DE MEZCLA PARA CAUCHOS	57
ANEXO B. GRAFICAS ESFUERZO – DEFORMACIÓN	59

RESUMEN

TITULO: "OBTENCION DE UN MATERIAL SBR, NYLON Y SILICE CON CARACTERISITICAS DE RESISTENCIA AL DESGASTE POR ABRASION"

**AUTORES: CAMILO ANDRES CASTRO LOPEZ.
LILIANA DEL PILAR CASTRO MOLANO.**

PALBRAS CLAVES: caucho SBR, Nylon, sílice, Abrasión, dureza, resiliencia, tensión, descascarillado de arroz.

DESCRIPCION:

En la industria nacional de arroz el descascarillado se realiza a través de un sistema con rodillos recubiertos de caucho, que presentan buena resistencia al desgaste y un alto porcentaje de grano descascarado. El éxito de esta operación radica en una mezcla de caucho vulcanizado de origen asiático, suministrada por un solo proveedor en el país.

En este trabajo se pretende dar una posibilidad de mezcla vulcanizada para este propósito, partiendo de una mezcla reportada en la literatura con buena resistencia al desgaste por abrasión.

En este proyecto se desarrolla una metodología que parte de una selección sistemática de ingredientes, con la hipótesis de obtener un material compuesto,

con las propiedades de resistencia al desgaste y tenacidad del nylon más la abrasión del sílice. Una vez escogidos los ingredientes se realizó un diseño factorial de experimentos con el objeto de encontrar la influencia del nylon y la sílice en las diferentes propiedades físicas medidas en las mezclas.

La medición de propiedades empieza con la abrasión; que se mide por la pérdida de peso del material en un rango específico de ciclos del abrasímetro, índice de Taber, al aumentar este índice disminuye la resistencia al desgaste. La resiliencia se midió como el porcentaje de rebote de un péndulo móvil guiado por un eje vertical, en un resiliómetro, del que se mide la máxima altura de rebote. La dureza se midió con la escala shore A y las medidas de esfuerzo de deformación se realizaron en un Autograph AG-1, del que se obtuvieron gráficas para cada espécimen.

Con respecto a la abrasión se concluye que el efecto de la sílice tiende a aumentar la resistencia al desgaste y que el nylon por el contrario la disminuye. En cuanto a la dureza se encuentra que las composiciones más suaves presentan una mejor resistencia al desgaste por abrasión pues son más resilientes bajo una carga. Al aumentar la relación reforzantes a matriz de caucho aumenta la dureza y disminuye la resistencia a la abrasión.

Se encuentra en las gráficas esfuerzo deformación un comportamiento típico de elastómero. Finalmente se realiza una caracterización del material, con el experimento con mayor resistencia al desgaste.

ABSTRAC

TITLE: **“OBTENTION OF A MATERIAL COMPOSED BY SBR, NYLON AND SILICA OF ABRASION RESISTANCE CHARACTERISITICS”.**

AUTHORS: CAMILO ANDRES CASTRO LOPEZ.
LILIANA DEL PILAR CASTRO MOLANO.

KEY WORD: SBR 1502, Rubber, Nylon, silica, Abrasion Resistant material, hardness, stress deformation, rice dehusking.

Abstract: The national industry of milling rice is done within rubber rolls with good characteristics like abrasion resistance and high percentage of husked grain. The success of this operation resides on an Asian vulcanized rubber formulation.

This work pretends to give a possibility of vulcanized mix for this purpose with a vulcanized mix literary reported like resistant to abrasion.

This research is developed with a methodology which begins selecting systematically the ingredients, on the hypothesis of getting a composed material with the resistance properties of nylon and the abrasion of silica. Once the ingredients have been chosen, a factorial experiment design was done in order to find the effects of nylon and silica on the different physical characteristics that were measured on the formulations.

Physical measuring starts with resistance to abrasion, quantified by the weight loss in a specific number of cycles of the abrasimeter, the Taber index, its increase diminish the resistance of the material. The resilience was measured by the rebound percentage of a falling pendulum guided by a vertical axis, on a resiliometer, in which the maximum high reached is measured. The hardness was measured in the shore A scale and stress-deformation measures were done with the Autograph AG-1 from which the graphics for each specimen were obtained.

About the abrasion it is concluded that silica effect tends to reach the resistance to abrasion and that of nylon, in the other hand, diminishes this. From the hardness analysis it is found that softer compositions are more resistant to wear effect of an abrasive because they are more resilient under load. Increasing the relation: fillers to rubber matrix it increases the hardness and diminishes the resistance to abrasion.

It is found on stress-deformation graphics a typical elastomer behaviour of the specimens. Finally a material characterization is presented with the best resistant material.

INTRODUCCION

En la industria nacional del arroz existe un solo proveedor de rodillos de caucho para trilladoras de arroz. Estos presentan buena resistencia a episodios de trabajo con duración de 55 horas, bajo porcentaje de rotura de grano y alto porcentaje de descascarillado. El éxito de esta operación radica en una mezcla de caucho vulcanizada de origen asiático, que recubre el rodillo, siendo ésta el secreto de la duración de dicho sistema.

Con el siguiente trabajo de grado se pretendió dar una posibilidad de mezcla vulcanizada para este propósito, a partir del mejoramiento de una mezcla reportada en la literatura, referenciada con buena resistencia al desgaste por abrasión.

Las formulaciones de mezclas que se propusieron son el resultado de una selección sistemática, ingrediente por ingrediente, partiendo de la hipótesis de utilizar como reforzantes nylon y sílice, para obtener las propiedades de buena resistencia al desgaste y tenacidad del nylon y la abrasión de la sílice, con el objeto de determinar una posible mezcla para reemplazar el producto de concepción extranjera usado en la industria agrícola. Se escogió por medio de un diseño factorial de experimentos la mezcla con mejores propiedades abrasivas, característica que se consideró la más importante para determinar la mejor mezcla.

El proceso de obtención del caucho vulcanizado tiene dos importantes etapas: mezclado y vulcanización, por lo cual necesita de maquinaria específica para su desarrollo. El molino de rodillos o malaxador y la prensa de vulcanización del Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad Industrial de Santander fueron los equipos utilizados en este trabajo de grado, y se cuenta con la experiencia invaluable de los técnicos, conocedores del arte. Al caucho procesado se le midieron propiedades como: abrasividad, dureza, resiliencia y

tensión. Se hizo el análisis físico correspondiente y se comprueba su concordancia con el análisis estadístico.

Estos análisis conducen a concluir que la sílice como reforzante presenta un efecto favorable en la resistencia al desgaste del material. Y el nylon pulverizado aparentemente empeora la resistencia de este debido a posibles interacciones con los demás ingredientes. Con respecto a la referencia bibliográfica se mejoraron las propiedades de abrasividad, dureza y tensión.

Por otra parte se extrae del análisis físico la dualidad que presentan abrasividad y dureza respecto a la relación reforzante/caucho, indicando que una mayor dureza no siempre significa una mayor resistencia al desgaste.

Finalmente se obtuvo un material del diseño de experimentos con características definidas, y se presentan recomendaciones para una posible optimización de los resultados.

1. MARCO TEORICO

En el presente capítulo se dan a conocer los fundamentos teóricos precisos para el desarrollo experimental del diseño, formulación y caracterización de una mezcla de caucho sintética reforzada con resina poliamida nylon 6, sílice y caolín.

En la primera parte del capítulo se retoman los conceptos básicos de los principales ingredientes con sus características individuales. También se describen las propiedades físicas del caucho vulcanizado inherentes a las mezclas obtenidas en el desarrollo experimental de este proyecto.

Por último se presenta uno de los sistemas comerciales de descascarillado de arroz, donde se utilizan rodillos metálicos recubiertos con caucho y se toma como referencia de la literatura una formulación con propiedades similares a las deseadas para esta aplicación agroindustrial.

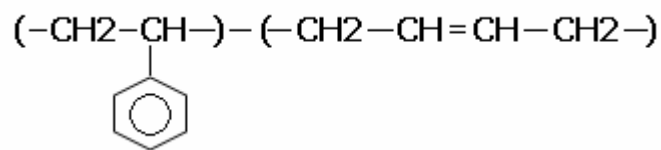
1.1 CAUCHO ESTIRENO – BUTADIENO (SBR).

Los cauchos estireno – butadieno fueron fabricados por primera vez en Alemania en 1929. Resurgieron en el mercado después de un prematuro decaimiento en su producción con las mejoras técnicas que se dieron en materia de polimerización, y para entonces lo llevaron a ser el caucho mas importante en términos de toneladas producidas.

Los monómeros utilizados para su preparación se obtienen a partir del petróleo. La mayor parte del SBR se obtiene por el método de polimerización en emulsión utilizando radicales libres.

La mayoría de los SBR producidos comercialmente tiene un contenido de alrededor de 23,5% de estireno. Lo que equivale a una unidad de estireno por cada seis unidades de butadieno. La estructura simplificada del SBR se representa de la siguiente manera:

Figura 1. Estructura molecular del SBR.



El SBR igual que el caucho natural es un hidrocarburo de dobles enlaces que usualmente se vulcaniza con azufre y aceleradores. Sin embargo, la diferente actividad del doble enlace, la diferencia de concentración de los dobles enlaces y la aromaticidad de la estructura provocan que exista un número considerable de diferencias en los detalles de la formulación. De esta manera el SBR tiene una vulcanización más lenta que el caucho natural y requiere por lo tanto de mayor concentración de aceleradores para alcanzar un tiempo de vulcanización equivalente. Por otro lado debido a la concentración de dobles enlaces necesita menor concentración de azufre.

El SBR no tiene la resistencia al calor de otros sintéticos saturados como el Etileno-propileno y ni siquiera la resistencia que tienen algunos cauchos insaturados como el cloropeno y el nitrilo. Sin embargo, debido a su razonable resistencia al envejecimiento, a su buena resistencia a la abrasión, a sus buenas propiedades a baja temperatura, y sobre todo, a su bajo costo, encuentra muchas aplicaciones en la industria de los productos de caucho.

1.2 NYLON

Con este término se designa a algunas poliamidas y se resaltan los nylon 6 y 66 los cuales son termoplásticos. Debido a su característica química, las

poliamidas polimerizan con una gran fuerza intermolecular pero con espacios amorfos, cuyo resultado es una alta tenacidad. Tienen como ventaja tribológica su alta temperatura de fusión lo que permite el surgimiento de valores de coeficiente de fricción elevados. Las propiedades físicas y mecánicas del nylon se ven afectadas considerablemente por el grado de cristalización, que puede ser controlado alternando la tecnología de producción.

Tabla 1. Coeficiente de fricción del nylon con superficies diversas.

Contra-cuerpo	Nylon (moldeado)	Nylon (Sup. Maquinado)	Acero blando
Nylon (moldeado)	0,63	0,52	0,31
Nylon (Superficie maq.)	0,45	0,46	0,33
Acero blando	0,41	0,41	0,60-1,00

Fuente: Materiales y sistemas tribológicos modernos, Editorial Limusa 1997.

El alto coeficiente de fricción debido al deslizamiento del nylon sobre si mismo se atribuye a un efecto térmico. Los artículos de nylon tienen una resistencia muy elevada a la abrasión y muchas veces verdaderamente extraordinaria. Sin embargo el hecho de emplear nylon no basta para garantizar esta resistencia. En ensayos de laboratorio se han producido mejoras en la resistencia a la abrasión con pequeños porcentajes de nylon en la mezcla. Esta resistencia se atribuye a la dureza inherente al nylon, a su plegabilidad natural y a su capacidad para soportar un alto grado de flexión sin fallar.

Propiedades toxicológicas.

Numerosos experimentos y experiencia en general demuestran que el polímero del nylon no tiene propiedades toxicológicas nocivas y no causa reacciones en

la piel. Se utiliza como materia de sutura en cirugía y en cerdas de cepillos de dientes¹.

1.3 INGREDIENTES DE MEZCLA PARA VULCANIZACION.

La integración de diferentes ingredientes al caucho en un proceso industrial es conocida como mezcla, y el arte de hacer semejante compuesto es la operación unitaria del mezclado.

En la formulación de una mezcla de caucho se deben tener en cuenta que las cantidades de los diferentes materiales a unir a la matriz del elastómero inciden notablemente en las características y propiedades del producto deseado.

A continuación se presenta una breve clasificación y descripción de los productos presentes en las mezclas obtenidas en este trabajo de grado.

Las principales familias de ingredientes para la mezcla son las siguientes:

- Plastificantes.
- Agentes vulcanizantes.
- Aceleradores.
- Activadores.
- Retardadores.
- Antioxidantes.
- Reforzantes.

1.3.1 Plastificantes. Son sustancias que provocan reducción de la viscosidad del caucho durante el mezclado. Tienen diversos efectos pero los principales son: reducir el gasto de trabajo mecánico, facilitar la adición de reforzantes y comunicar plasticidad suficiente para hacer posible después de la vulcanización el modelado.

¹ INDERFURTH, Karl H., "Tecnología del nylon, su empleo en la industria textil", Aguilar S.A. ediciones, Madrid 1954, pag 34-39.

Estos productos se emplean en pequeñas dosis de 0,5 a 5 partes en relación al caucho, en el caso de este trabajo de grado se usó uno de los principales plastificantes: ácido esteárico, que es un ácido graso.

1.3.2 Agentes vulcanizantes. El más utilizado es el azufre; por ser económico, y de fácil manejo. La proporción azufre-caucho generalmente usada industrialmente para productos blandos esta comprendida entre 1 a 4 partes por cada 100 de caucho, y para cauchos duros (ebonita) entre 25 a 47 partes. El azufre se añade generalmente en cristales rómbicos finamente molidos.

1.3.3 Aceleradores de vulcanización. Al realizar el proceso de vulcanización con azufre, el tiempo y la temperatura de reacción son largos, razón por la cual se utilizan aceleradores que ahorran dinero por energía, equipo y tiempo. Entre otras ventajas; se reduce la proporción de azufre y el efecto retardador que algunos reforzantes causan en la vulcanización.

Los aceleradores se dividen en dos grandes grupos: orgánicos e inorgánicos. Entre los inorgánicos se encuentran las sales básicas y los óxidos metálicos, como: la cal, el óxido de magnesio, el amoniaco, y el hidróxido sódico. Los orgánicos son los más utilizados en la industria del caucho, y se encuentran los siguientes tipos: derivados del benzotiazol, sales de ditioácidos, derivados de la guanidina y aldehido-aminas. Para la formulación descrita en este trabajo se utilizo MBT (mercaptobenzotiazol), perteneciente al primer grupo de los aceleradores orgánicos, y el más usado en las formulaciones conocidas porque satisface una gran variedad de requerimientos como bajo costo, buena resistencia a la abrasión y buen envejecimiento.

1.3.4 Activadores. Los activadores son sustancias que le permiten al acelerador ejercer su máximo efecto, se distinguen dos grupos diferentes: los óxidos metálicos como el oxido de zinc en proporciones de 5 a 10 partes y los ácidos grasos como el oleico, láurico y de mayor importancia el esteárico en

proporciones de 0,5 a 3 partes. En las mezclas realizadas para este trabajo se usan en conjunto óxido de zinc y ácido esteárico; este último también actúa como plastificante. En este sistema el óxido de zinc reacciona con el ácido esteárico para formar estearato de zinc, que es soluble en el caucho y facilita el proceso de entrecruzamiento de enlaces en la vulcanización².

1.3.5 Retardadores. Son sustancias que retardan el comienzo de la reacción azufre-caucho, evitan una vulcanización prematura en el procesamiento, e incrementan la seguridad en el mezclado.

Los retardadores comerciales más aceptados para las vulcanizaciones con azufre son el ácido salicílico, ácido benzoico, anhídrido ftálico y la tricloromelanina. El ácido benzoico se usó en el presente trabajo. Su actuación no está plenamente definida, se cree que reacciona con impurezas básicas en la formulación y retarda el entrecruzamiento.

1.3.6 Antioxidantes. Los antioxidantes que se incorporan en la mezcla de caucho son sustancias que retardan el deterioro del caucho, ya sea bruto o vulcanizado, causado por la oxidación, por lo tanto prolonga la vida útil del material. El efecto oxidativo puede producirse por tres diferentes vías en un caucho vulcanizado. La primera por absorción de luz UV, que cataliza el proceso; sin embargo también se favorece por la presencia de algunos reforzantes. Segundo la descomposición de algunos compuestos de la formulación y por último la formación de radicales libres de la matriz polimérica de caucho.

Un antioxidante también puede atenuar los efectos de las incidencias de manipulación que puedan producirse durante la fabricación.

Generalmente son fenoles, aminas aromáticas y sobre todo los productos resultantes de la condensación de estos compuestos. En el desarrollo del

² BARLOW, Fred W., "Rubber Compounding, Principles, materials, and techniques", second edition, Marcel Dekker, Inc, New York 1993, pag 115.

presente trabajo se utilizó una quinoleína sustituida TMQ; que a la vez proporciona mejores características para trabajos a temperaturas elevadas.

1.3.7 Reforzantes. Muchas de las condiciones de servicio del caucho demandan incrementos en la dureza, la resistencia al desgarro y a la abrasión. Para obtener estas propiedades se utilizan agentes reforzantes. El uso de estos materiales es especialmente importante en cauchos sintéticos como el SBR y los nitrilos, porque le dan suficiente resistencia al material para satisfacer las necesidades del servicio.

Existe un tipo de interacción elastómero-reforzante, que produce un incremento en el módulo y disminución de la elongación y en algunos casos se podría esperar un ligero aumento en la tensión. La mayoría de los reforzantes utilizados para reducir costos son de esta clase, por ejemplo: carbonato de calcio, caolín, tierra diatomácea y otras. Materiales diversos como la sílice y el negro de humo generan diferentes tipos de interacciones que mejoran la resistencia a la abrasión. Para cauchos naturales y sintéticos dicha propiedad pasa a través de un máximo a concentraciones moderadas del reforzante³. Ciertas resinas son capaces de mejorar las propiedades de cauchos vulcanizados SBR y natural, pero la resistencia a la abrasión es pobre comparada con los reforzantes de carbono. En la experimentación de este trabajo de grado se utilizó la poliamida nylon 6 como resina reforzante y sílice para estudiar el efecto de estos en la resistencia a la abrasión.

1.4 INFLUENCIA DEL TAMAÑO DE PARTICULA DE LOS REFORZANTES EN LAS PROPIEDADES MECANICAS DEL VULCANIZADO.

Mientras la acción química del vulcanizante resulta en un cambio físico, la acción de estos materiales es puramente física y depende del tamaño de partícula. Pequeñas partículas imparten mejor resistencia al desgaste en un

^{3,4} NAUNTON, W.J.S. "The applied science of rubber". Edward Arnold Publishers, Londres 1961.Pag 418.

caucho SBR, existe un óptimo tamaño de partícula para la mejor resistencia al desgarro por tensión⁴.

1.5 VULCANIZACIÓN.

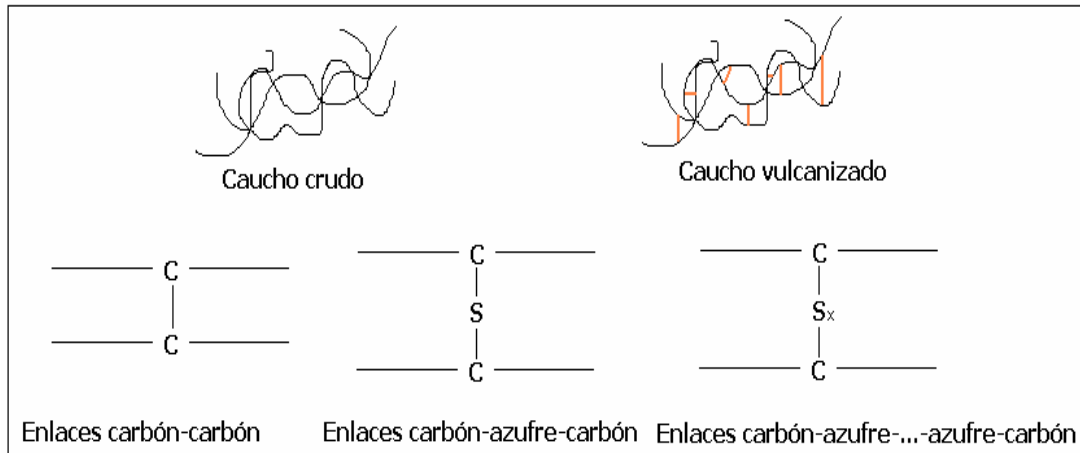
El proceso de vulcanización es un proceso mediante el cual se calienta el caucho crudo en presencia de azufre con el fin de volverlo más duro y resistente al calor. Fue descubierto por Charles Goodyear en 1839 por accidente al volcar un recipiente de azufre en una sartén que contenía látex.

Durante la vulcanización, los polímeros lineales paralelos cercanos constituyen puentes de entrecruzamiento entre sí. Usualmente el entrecruzamiento químico es realizado con azufre, pero existen otras tecnologías como los sistemas basados en peróxidos. Se suelen usar combinadamente con agentes aceleradores y retardadores.

El azufre es un material raro. Dadas las circunstancias correctas, formará cadenas de sus propios átomos. El carbono y el silicio pueden formar también esas cadenas. A lo largo de la molécula del caucho, hay un número de sitios que son atractivos para los átomos de azufre. Son los llamados sitios de cura. En cada sitio de cura, un átomo de azufre se puede unir a si mismo, y a partir de allí la cadena de átomos de azufre puede crecer hasta que alcance el sitio de cura de otra molécula. Estos puentes de azufre son usualmente de 1 a 8 átomos de largo, en contraste con los polímeros más comunes en los que la columna vertebral de carbonos es de varios miles.

Los tipos de enlace químicos formados durante el proceso de vulcanización pueden ser:

Figura 2. Tipo de enlaces formados en la vulcanización.



El resultado final es que las moléculas elásticas de caucho quedan unidas entre sí a una mayor o menor extensión. Entre más largo el enlace que una las moléculas de caucho mayor movilidad entre las diferentes cadenas moleculares, y el vulcanizado será más flexible.

Esto forma un caucho con mayor resistencia a la tensión, un aumento de elasticidad, mayor resistencia al desgaste y menor solubilidad en disolventes. También transforma la superficie pegajosa del material a una superficie suave que no se adhiere al metal o a los sustratos plásticos.

La vulcanización es un proceso de cura irreversible y debe ser fuertemente contrastado con los procesos termoplásticos que caracterizan el comportamiento de la vasta mayoría de los polímeros modernos. Este proceso irreversible define a los cauchos vulcanizados como materiales termorígidos (no se derriten con el calor) y los saca de la categoría de los termoplásticos (como el polietileno y el polipropileno).

1.6 PROPIEDADES FISICAS DEL CAUCHO VULCANIZADO.

1.6.1 Abrasión. La resistencia a la abrasión es más conocida como su inverso, la pérdida por abrasión, que puede definirse como la pérdida de masa de una pieza de caucho sometida a un agente abrasivo y a unas condiciones específicas.

1.6.2 Dureza. Es la relativa resistencia de una superficie a la penetración de un punzón de dimensiones especiales bajo una carga dada.

1.6.3 Resiliencia. Es la característica de un material de recuperar su forma o posición original, luego de una deformación instantánea por el choque de un dispositivo a temperatura ambiente. Se expresa como el porcentaje de energía devuelto respecto al entregado al caucho. La energía restante, absorbida y disipada como calor por el material, corresponde a la histéresis del caucho.

1.6.4 Tensión. La extensión final de un espécimen que ha sido sometido a un esfuerzo y expresado como porcentaje de su longitud original.

Los elastómeros que son polímeros amorfos no se cristalizan fácilmente durante su obtención, tienen una baja temperatura de transición vítrea y las cadenas se pueden deformar elásticamente; por lo que los elastómeros presentan un comportamiento elástico no lineal. Inicialmente, se reduce el módulo de elasticidad por el desenroscado de las cadenas. Sin embargo, una vez extendidas las cadenas, ocurre deformación elástica adicional al estirarse los enlaces, con un módulo de elasticidad más elevado.

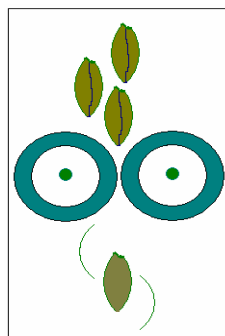
1.7 SISTEMAS COMERCIALES DE DESCASCARILLADO DE ARROZ. DESCASCARILLADOR CON RODILLOS DE CAUCHO.

El descascarillado de arroz es el proceso de remoción de la cáscara del grano de arroz, los rodillos de caucho son la tecnología más utilizada actualmente para descascarillar arroz.

El arroz es alimentado a los dos rodillos, uno rota en el sentido de las manecillas del reloj y el otro en dirección contraria a una mayor velocidad, esto genera una acción abrasiva que separa la cáscara del grano entre los rodillos. El caucho de los rodillos es flexible y no parte el grano.

La efectividad de los rodillos puede expresarse como la eficiencia de descascarillado, que es el porcentaje de arroz descascarillado en el total de flujo del grano. Un adecuado rodillo puede alcanzar eficiencias hasta del 95% sin embargo casi siempre son menores. Además de los ajustes en la maquina, la uniformidad del espesor del grano afectara la eficiencia de descascarillado. Si una mezcla de diferentes variedades de arroz es alimentada a los rodillos o un grano que no ha madurado uniformemente se disminuirá la eficiencia.

Figura 3. Esquema general del descascarillado con rodillos de caucho.

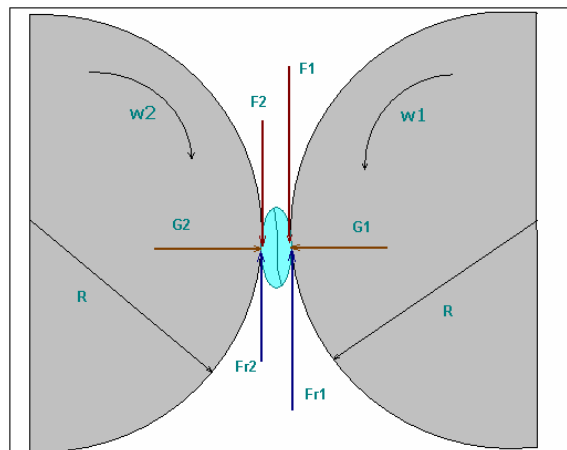


Para prevenir el daño de los rodillos se deja una distancia entre las superficies de 0,8 a 1,0 mm que es cerca de la mitad del espesor del grano.

Los cauchos sintéticos usados para fabricar los rodillos tienen un coeficiente de expansión negativo que le da buena resistencia al calor.

1.7.1 Análisis de fuerzas incidentes. La separación de la cáscara del grano entre los rodillos se debe a una diferencia de fuerzas que generan un esfuerzo cortante sobre la unión de las dos secciones de cáscara. Esto se ilustra en el siguiente diagrama de fuerzas.

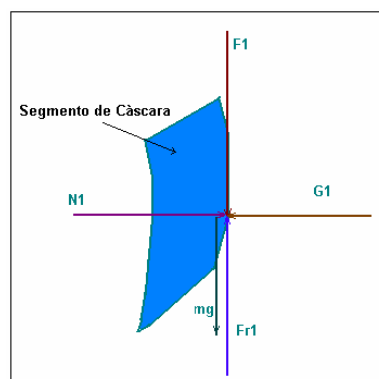
Figura 4. Diagrama de fuerzas incidentes en el descascarillado.



La dinámica de fuerzas por segmento de grano se muestra en los siguientes balances.

Considerando el segmento de grano como un punto en el espacio:

Figura 5. Diagrama de fuerzas en un segmento de grano.



$$\sum F_x = 0$$

$N = G_1$; Donde N es la fuerza normal de reacción a una acción G_1 dada por la presión de los rodillos sobre el grano.

$$\sum F_y = ma$$

Para el primer segmento de cáscara:

$$F_1 + \left(\frac{m}{2}\right)g - F_{R_1} = \left(\frac{m}{2}\right)a \quad (1) \quad ; \quad \text{Donde } F_1 = w_1^2 R \text{ es la fuerza centrífuga, y}$$

$F_{R_1} = \mu \left(\frac{m}{2}\right)g$ es la fuerza de fricción entre la superficie del caucho y la cáscara de arroz.

Para el segundo segmento de cáscara:

$$F_2 + \left(\frac{m}{2}\right)g - F_{R_2} = \left(\frac{m}{2}\right)a \quad (2) \quad ; \quad \text{Donde } F_2 = w_2^2 R \text{ es la fuerza centrífuga, y}$$




$F_{R_2} = \mu \left(\frac{m}{2}\right)g$; es la fuerza de fricción entre la superficie del caucho y la cáscara de arroz.

Sumando (1) y (2) se obtiene un balance general de fuerzas:





$$(F_{R_1} + F_{R_2}) - (F_1 + F_2) + mg = ma \quad (3) \quad ;$$

La fuerza generada por el peso del grano es despreciable comparada con las demás fuerzas, por lo tanto se concluye que la diferencia entre la sumatoria de las fuerzas de fricción con la sumatoria de las fuerzas centrífugas produce el esfuerzo cortante necesario para provocar la ruptura de la cáscara y liberar el grano con una fuerza igual a ma .

Para los rodillos que se utilizan en los sistemas de descascarillado de arroz es necesario obtener según lo enunciado una mezcla con las siguientes características:

-  Una matriz de caucho sintético como el SBR, que tiene una velocidad de desgaste satisfactoria y buena resistencia al calor.
-  Resistencia al desgaste por abrasión, para contrarrestar el efecto abrasivo de la cáscara de arroz.
-  Resiliencia media, que permita una buena actuación de la mezcla vulcanizada frente al impacto de grandes flujos de arroz y su descascarillado.

Este conjunto de propiedades permite al menos fijar aproximadamente:

-  La proporción del caucho que ha de emplearse en la mezcla.
-  La naturaleza de los reforzantes a utilizar.
-  La dosis elevada o baja de azufre, y
-  Antioxidantes a elegir, junto con otros ingredientes que cumplen una función específica en las propiedades de la mezcla.

Esta relación de consideraciones permite llegar a una primera formulación de mezcla, la cual será ensayada y, casi siempre, serán necesarios algunos retoques. Corrigiendo poco a poco los defectos encontrados se aproximará cada vez a la fórmula definitiva.

Teniendo en cuenta los anteriores detalles se parte de una mezcla diseñada previamente en la literatura como mezcla patrón y sobre la cual se harán las mejoras necesarias:

Tabla 2. Ingredientes para mezcla con módulo bajo para fricción⁴.

INGREDIENTES	PHR
SBR	100
Oxido de Zinc	5
Carbonato de cal	30
Acido Esteárico	1
Brea de pino	1
Resina	0,5
Azufre	3
Mercaptobenzotiazol (MBT)	1
Fenil-β-naftilamina (Antioxidante)	1

Fuente: “Fundamentos de ciencia y tecnología del caucho”. Editorial Gustavo Gil S.A.. Barcelona, 1960.

PHR en la terminología conocida significa parts of ingredient per hundred of rubber, partes de aditivo por cada 100 partes de caucho.

El tiempo de vulcanización recomendado para esta configuración de mercaptobenzotiazol y azufre es de 30 minutos a 150 °C⁵.

Con la formulación de esta mezcla se da por terminada la consideración de conceptos teóricos importantes y fundamentales para entender el desarrollo del presente trabajo, y se da inicio al desarrollo experimental, pues a su vez esta formulación es el punto de partida de la investigación realizada.

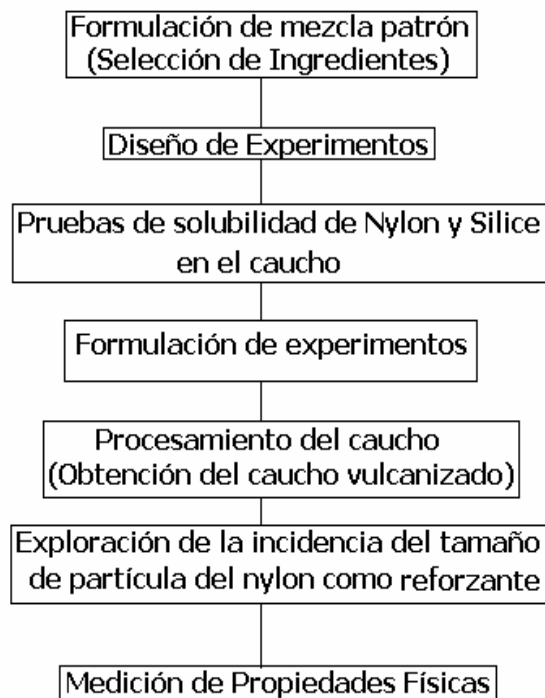
⁵ Arreglo de variables definido por el laboratorio de elastómeros y polímeros de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

En este capítulo se describirán detalladamente las fases metodológicas empleadas para el desarrollo experimental del presente trabajo. Teniendo en cuenta la formulación de la mezcla patrón obtenida de la literatura se realizó un diseño de experimentos, en el cual se cuantificaron las cantidades de ingredientes de cada ensayo y se midieron las propiedades físicas de las mezclas.

Mediante el siguiente diagrama de bloques se esquematiza la metodología que se siguió en la experimentación:

Figura 6. Diagrama de flujo del desarrollo experimental.



2.1 FORMULACIÓN DE MEZCLA PATRÓN.

Con esta primera etapa se alcanzó una referencia experimental de mezcla patrón, que permitió generar posibilidades de nuevos ingredientes para la obtención de mejores propiedades físicas.

Es así como de la mezcla inicial se cambió el reforzante; el carbonato de calcio por el caolín que da mejores propiedades: proporciona mejor resistencia al desgarro y es de fácil adquisición⁶.

En la experimentación se utilizó ácido esteárico como plastificante y no en conjunto con la brea de pino debido a limitaciones económicas.

Se prescindió de la resina porque su influencia en las propiedades del caucho vulcanizado no está claramente reportada en la literatura, su uso se debe a la experiencia de quien formuló esta mezcla en la literatura.

La fenil- β -naftilamina que generalmente se utiliza y actúa como antioxidante no pudo emplearse por imposiciones económicas. Se substituyó por el TMQ (2,2,4 trimetil- 1,2 dihidroquinoleína polimerizada), un antioxidante comercial.

El ácido benzoico actúa como retardador de la vulcanización.

En la tabla 3 se comparan los ingredientes y cantidades de la mezcla patrón del presente trabajo con la mezcla reportada en la literatura.

⁶ RAMOS DE VALLE, Luís Francisco, SANCHEZ VALDEZ, Saúl, “Vulcanización y formulación de hules” Noriega editores. México. 2003. Pág. 113-114.

Tabla 3. Ingredientes para vulcanización del patrón de experimentación.

Literatura		Patrón de Experimentación	
INGREDIENTES	PHR	INGREDIENTES	PHR
SBR	100	SBR	100
Oxido de Zinc	5	Oxido de Zinc	5
Carbonato de cal	30	Caolín	30
Acido Esteárico	1	Acido Esteárico	1
Brea de pino	1	Acido Benzoico	0,5
Resina	0,5		
Azufre	3	Azufre	3
Mercaptobenzotiazol (MBT)	1	MBT	1
Fenil-β-naftilamina (Antioxidante)	1	TMQ	1

Para lograr mejores propiedades en la mezcla patrón se utilizaron reforzantes nylon pulverizado y sílice ultrafina que por sus propiedades individuales, se consideró, aumentarían la resistencia a la abrasión en el material. Para analizar su efecto en la resistencia al desgaste, se procede a realizar un diseño factorial de experimentos.

2.2 DISEÑO FACTORIAL DE EXPERIMENTOS.

Mediante el diseño factorial en dos niveles uno máximo (1) y uno mínimo (0) fueron determinados los experimentos a realizar.




El número de experimentos es calculado de la expresión:

$$\text{Número de experimentos (n)} = 2^K$$

Donde 2 es el número de niveles y K es el número de variables.

Ya fijadas las cantidades de los diferentes ingredientes para la vulcanización, así como las condiciones de reacción: temperatura y tiempo de vulcanización, quedan por analizar el efecto del nylon y de la sílice sobre una matriz variable de caucho SBR.

Variables:

-  Cantidad de nylon (Ny).
-  Cantidad de sílice (Si).
-  Cantidad de caucho (SBR).

Se tomó como nivel alto la máxima cantidad de nylon y/o sílice que solubiliza una mezcla de 100 g de SBR con los ingredientes de la formulación de la mezcla patrón. Los niveles bajos de éstos reforzantes se toman como las mismas cantidades de caolín en la mezcla patrón. El nivel bajo de caucho se escogió teniendo en cuenta los parámetros de la formulación de experimentos (se explica más adelante) y el nivel alto se determinó arbitrariamente.

Por lo tanto el diseño factorial en dos niveles con 3 factores requiere de:

$$n = 2^3 = 8 \text{ experimentos;}$$

A continuación se presenta la configuración de los experimentos:

Figura 7. Configuración gráfica del diseño de experimentos.

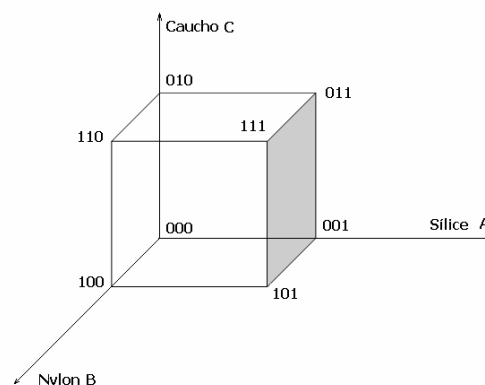




Tabla 4. Configuración del diseño de experimentos.

n	Si (A)	Ny (B)	SBR ©	Configuración
1	0	0	0	$A^0B^0C^0 = (1)$
2	0	0	1	$A^0B^0C^1 = C$
3	0	1	0	$A^0B^1C^0 = B$
4	1	0	0	$A^1B^0C^0 = A$
5	0	1	1	$A^0B^1C^1 = BC$
6	1	0	1	$A^1B^0C^1 = AC$
7	1	1	0	$A^1B^1C^0 = AB$
8	1	1	1	$A^1B^1C^1 = ABC$

2.3 PRUEBAS DE SOLUBILIDAD DE NYLON Y SÍLICE EN EL CAUCHO.

Con el propósito de determinar los niveles altos de nylon y sílice en el diseño de experimentos, se realizaron pruebas de solubilidad de dichos reforzantes en la mezcla de caucho patrón, con la siguiente metodología:

-  Procesamiento de la mezcla patrón⁷.
-  Incorporación de nylon y/o sílice.

La incorporación de nylon y/o sílice dentro de la matriz se hizo agregando 5 g del reforzante a la mezcla patrón, después de la solubilización completa de la dosis anterior. Se notó la máxima solubilidad del reforzante dentro de la mezcla con la dificultad del procesamiento por cargas electrostáticas, por la deformación excesiva de la mezcla en el molino y por la pérdida de polvos de reforzante y de material de mezcla.

⁷ El procesamiento incluye los pasos descritos en la fase de mezclado descrita en la etapa de obtención del caucho vulcanizado.

2.4 FORMULACIÓN DE LOS EXPERIMENTOS

En este procedimiento la cantidad de caucho juega un papel importante debido a que en base a esta se determinan las proporciones de los ingredientes de la mezcla, adicionalmente se requiere la suficiente masa de mezcla para obtener los moldes de vulcanización de cada una de las propiedades físicas que se van a medir. Por estas razones se escogieron para la experimentación matrices de 150 y 250 g de SBR.

Partiendo de la mezcla patrón se realizó un escalamiento para establecer las cantidades de los ingredientes, para experimentos con nivel alto y nivel bajo de caucho.

Tabla 5. Cantidades teóricas de ingredientes de vulcanización para mezclas con niveles alto y bajo de caucho.

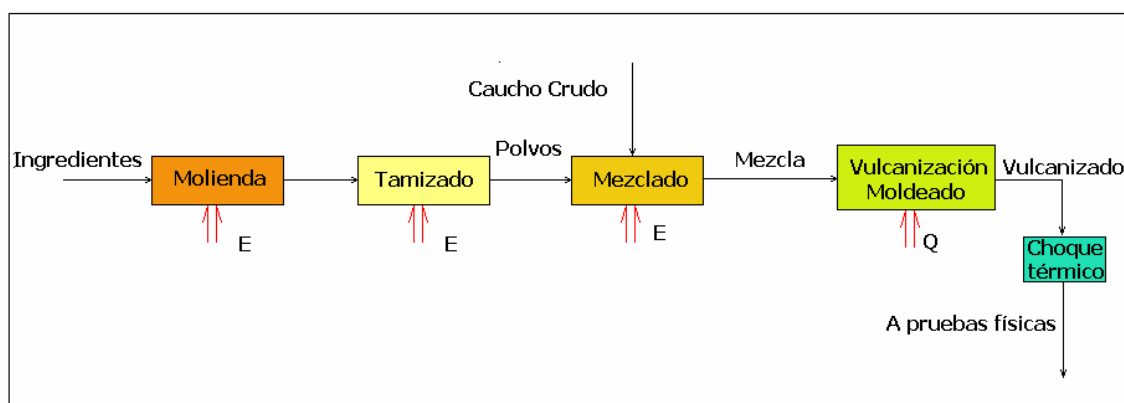
	Patrón	150 g SBR (nivel bajo)	250 g SBR (nivel alto)
INGREDIENTES	PHR	PHR	PHR
SBR	100	150	250
Oxido de Zinc	5	7,5	12,5
Caolín	30	30	50
Acido Esteárico	1	3,75	6,25
Acido Benzoico	0,5	0,75	1,25
Azufre	3	4,5	7,5
MBT	1	1,5	2,5
TMQ	1	3	5

Los 8 experimentos se corrieron con las formulaciones descritas. Las composiciones de nylon y sílice corresponden a sus niveles alto y bajo, dependiendo de la configuración del experimento.

2.5 PROCESAMIENTO DEL CAUCHO. (OBTENCIÓN DEL CAUCHO VULCANIZADO).

A continuación se describe detalladamente el proceso para obtener el caucho vulcanizado.

Figura 8. Diagrama de flujo procesamiento de caucho vulcanizado.



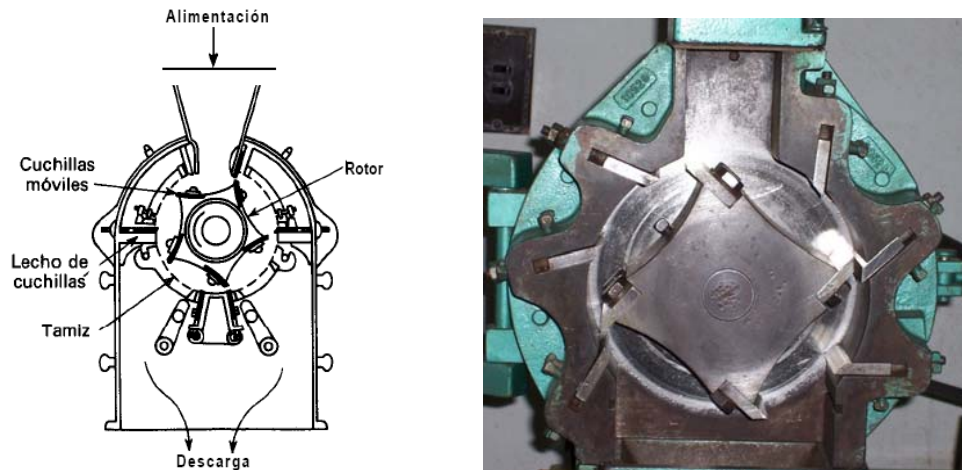
2.5.1 Molienda. La gran mayoría de ingredientes se consiguen comercialmente con un tamaño de partícula adecuado para su incorporación al caucho. Sin embargo algunos materiales se encuentran peletizados, por lo tanto es necesario reducir el tamaño de sus partículas como fue el caso del nylon y del antioxidante TMQ.

Se utilizó un molino de bolas de tipo cerámico con esferas de porcelana para moler el TMQ por su presentación cristalina. A diferencia del molino de bolas de hierro este molino cerámico no contamina el molido.

El nylon es demasiado tenaz para ser molido por compresión, impacto o frotación. Por esta razón se empleó una máquina cortadora de cuchillas para la reducción de tamaño de este polímero. Estas máquinas encuentran aplicación a gran variedad de procesos pero especialmente se adaptan para la industria del caucho y de plásticos.

La siguiente figura presenta las partes de la cortadora de cuchillas.

Figura 9. Esquema general de un molino de cuchillas.



La cortadora de cuchillas usada consta de un motor horizontal que gira a 1700 rpm. Sobre el rotor van acopladas 4 cuchillas con extremos de acero inoxidable que pasan por 6 cuchillas estacionarias. Las partículas son alimentadas por medio de una tolva y cortadas varios centenares de veces antes de salir por un tamiz situado en el fondo con abertura de 1mm.

2.5.2 Tamizado. La salida de material de la cortadora de cuchillas tiene un tamaño de partícula muy grande, no apto para mezclarse con los demás polvos de la formulación. Al contrario del nylon, el TMQ sale del molino con un tamaño de partícula apropiado para mezclar.

Se escogió para el nylon un tamaño de partícula menor a $74\ \mu\text{m}$ (pasante malla 200), porque a este tamaño de partícula se considera al sólido particulado como polvo, adecuado para realizar el mezclado.

En la exploración de la incidencia del tamaño de partícula se escogieron los pasantes de la malla 40 y la malla 80. Esto se amplia más adelante en este capítulo.

2.5.3 Mezclado. Esta operación unitaria es quizá una de las más importantes para el procesamiento del caucho; es en ésta donde 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, este consta de 2 rodillos horizontales paralelos que giran con la misma velocidad y en direcciones contrarias, con una separación graduable entre ellos.

En este se realizan dos procedimientos: la masticación y el mezclado del caucho. La masticación consiste en reducir la viscosidad del caucho, formando una banda sobre uno de los dos rodillos horizontales del malaxador.

La incorporación efectiva de polvos requiere de la presencia de una zona de alta mezcla que se ubica en el centro de los rodillos. Este proceso produce mezclado en dirección radial y transversal dentro de una capa activa de caucho que nunca se extiende a todo el espesor de la banda sobrepuesta a los rodillos. Además, con una banda de caucho de espesor normal la capa activa de caucho no se comprime más de 2/3 del total del grosor, el tercio restante y en contacto con el rodillo forma una capa muerta en la que el polvo añadido a la superficie exterior no penetra.

Es entonces necesario, luego de agregar un ingrediente a la banda, realizar cortes parciales sucesivos sobre ella, solaparlos y llevarlos al centro de los rodillos, con la mayor seguridad, para mejorar la mezcla en dirección radial.



El orden de mezclado es una variable muy importante en la industria, por eso en esta experimentación se fijó un orden para mezclar todos los polvos de las formulaciones.

La literatura recomienda la siguiente disposición:






- 🖨️ Agentes de curado (Vulcanizante, acelerador y activador).
- 🖨️ Aditivos de procesamiento (Plastificante).
- 🖨️ Aditivos para mejorar calidad (Antioxidante, reforzante y retardador).

La Instrucción de Mezclado descrita en el anexo 1 referencia el mismo orden literario.

Sin embargo en la práctica es conocido que el caucho SBR es de difícil procesamiento, por lo que se consideró agregar el plastificante al inicio del proceso y mejorar las condiciones de la matriz para incluir los demás ingredientes.

El orden de mezclado escogido se presenta a continuación:

- 🖨️ Ácido esteárico.
- 🖨️ Ácido Benzoico.
- 🖨️ Oxido de Zinc.

-  Azufre.
-  Caolín.
-  Nylon.
-  TMQ.
-  Sílice.

El ácido benzoico, por ser retardador, se agrega para evitar el inicio de la vulcanización en el mezclado por calentamiento excesivo de los rodillos del molino.

La forma como se manipula la banda para obtener una buena mezcla y evitar la pérdida excesiva de material está definida en el anexo 1, Instrucción de Mezclado⁸. La separación de los rodillos se mantiene a 1,1 mm para mezclar los primeros polvos hasta el azufre. De este paso en adelante las instrucciones del anexo se siguieron a pie de letra.

2.5.4 Moldeado y vulcanización. Una vez mezclado todos los polvos con la matriz de caucho se procede a la etapa de moldeado y vulcanización.

Se retira la banda de caucho del malaxador y se extiende sobre una superficie metálica, allí se realiza el moldeado, que depende del tipo de propiedad física a medir: abrasividad, dureza y resiliencia, y tensión.

Figura 10. Moldes para vulcanización.



⁸ CARREÑO, Eduardo, “Instrucción de Mezclado”, Laboratorio de Operaciones Unitarias, Universidad Industrial de Santander.

Se corta de la banda laminada y fría la cantidad de mezcla necesaria para cargar los moldes que son llevados a la prensa de vulcanización.

Las prensas de placas han sido a través de los años el método estándar de trabajo en vulcanización con un basto uso en muchos productos como partes de juguetes, neumáticos pequeños y partes de maquinaria en general.

Figura 11. Prensa de vulcanización



La anterior figura muestra la prensa de vulcanización que se uso para la obtención de los vulcanizados de este trabajo de grado. Este equipo cuenta con un controlador de temperatura con un set point a 150 °C.

Este proceso químico se hace a 150 °C durante 30 minutos a una presión de 50 kgf/cm², con previo calentamiento de los moldes. Una vez terminado el proceso se retira el molde de la prensa y la muestra se somete a un choque térmico en agua a 25 °C con el propósito de detener la reacción de vulcanización.

2.6 EXPLORACIÓN DE LA INCIDENCIA DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA DEL NYLON REFORZANTE.

Con esta metodología se inspeccionó el efecto de dos diferentes tamaños de partícula en la abrasividad del material vulcanizado. Una vez conocidos los resultados de las pruebas de abrasividad se mezclaron dos nuevas formulaciones con nylon de tamaños de partícula correspondientes a los pasantes de mallas 40 y 80, a partir de la mezcla que presentó la mejor resistencia al desgaste.

2.7 MEDICIÓN DE PROPIEDADES FÍSICAS

El propósito inicial de este trabajo de grado es la consecución de una formulación, basada en el patrón, con una mejor resistencia a la abrasión. El parámetro de comparación inicial entre muestras es entonces la abrasividad. El análisis de las siguientes propiedades: resiliencia, dureza y tensión; hacen parte de la caracterización física del material y se comparan sin el propósito de diferenciar las muestras y de establecer un nivel de la propiedad entre ellas.

2.7.1 Abrasividad. Para la medición de esta prueba se empleo el abrasímetro TABER 5130⁹, figura 12.

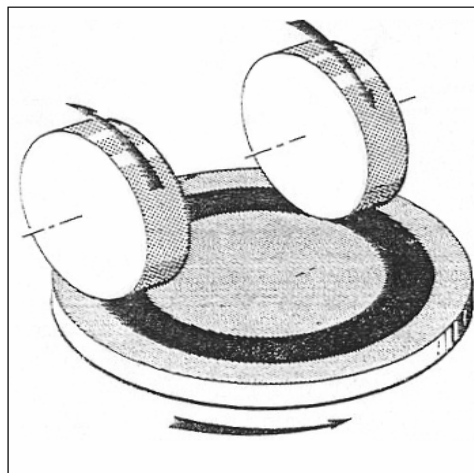
Figura 12. Abrasímetro Taber 5130.



⁹ Equipo del Laboratorio de Plasma de la Escuela de Física de la Universidad Industrial de Santander.

La acción de desgaste, característica del abrasímetro, es producida por el contacto de una muestra que gira sobre su eje vertical, en contra de 2 ruedas abrasivas que giran por fricción con la muestra. Las ruedas son dirigidas por la muestra en direcciones contrarias y giran sobre su eje horizontal. La figura 13 diagrama las posiciones relativas de la muestra, las ruedas abrasivas y la dirección de su rotación.

Figura 13. Rotación del sistema de abrasión del abrasímetro.

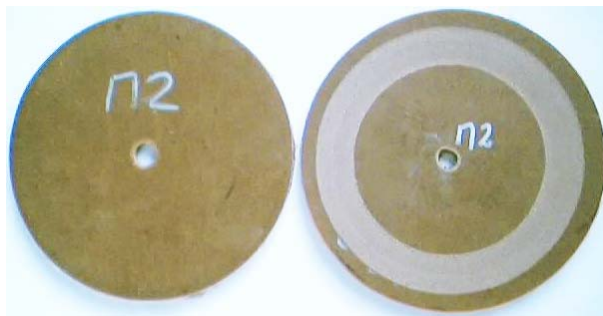


Una particularidad importante del abrasímetro es que las ruedas trazan un círculo completo en la superficie del espécimen generando desgaste en todos los ángulos relativos de la posición de grano del material.

Este aparato cuenta con un sistema de vacío que succiona el material desgastado continuamente durante la prueba.

Los especímenes para este análisis tienen un diámetro de 4 in y un espesor de 4 mm (figura 3.10), con una abertura en el centro de $\frac{1}{4}$ in.

Figura 14. Probetas de ensayo de resistencia a la abrasión.



Según la norma ISO/DIS 5470¹⁰ para esta prueba se deben usar ruedas abrasivas H-18 calibradas con 1 Kg de peso.

Evaluación de la abrasividad por pérdida de peso en 500 revoluciones.

Este método para evaluar los resultados de la prueba es recomendado cuando dichos resultados deben ser comparados con materiales que tienen pesos específicos similares.

El índice de abrasión de TABER es la pérdida de peso en mg por 1000 ciclos de abrasión para pruebas a condiciones específicas. Con un menor índice de abrasión se tiene la mejor resistencia al desgaste en el material.

Por ejemplo si un espécimen es sometido a abrasión durante 500 ciclos y pierde solo 100 mg de material tendrá un índice de abrasión de 200.

$$\frac{100mg \times 1000ciclos}{500ciclostest} = 200 ; \text{Índice de TABER.}$$

Para evaluar el índice de TABER¹¹ se utiliza la siguiente expresión:

$$\frac{(w_i - w_f) \times 1000}{500} ;$$

¹⁰ ISO/DIS 5470 Rubber or Plastics coated Fabric-Determination of Resistance to abrasion.

¹¹ Operating Instructions for Taber Models 5130 & 5150 Digital Abrasers with LED Readouts, TABER Industries.1994.

Donde:

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

2.7.2 Resiliencia. Para valorar esta propiedad se uso un resiliómetro. En este 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.

2.7.3 Dureza. La mayoría de las pruebas de dureza miden la penetración de un punzón en el material. En todas las pruebas convencionales la duración de la carga sobre el material es importante, ya que el caucho fluiría bajo la acción del durómetro y entonces se aumentará la dureza.

Los instrumentos portátiles tienen un uso muy popular en los recientes años. Los durómetros tipo Shore son probablemente los más utilizados.

El durómetro Shore A fue el empleado para las mediciones realizadas ya que su escala es la más suave y es el usado para este tipo de materiales¹².

2.7.4 Resistencia a la tracción y alargamiento (Tensión). Los ensayos de tensión son indispensables en la preparación de composiciones de caucho.

La resistencia a la tracción y el alargamiento, aplicados a los elastómeros, están definidos por la "American Society for Testing Materials". En el desarrollo experimental de este ensayo se hizo uso de la norma ASTM D412-98a¹³.

¹² ASTM D2240-04e1 Standard Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness.

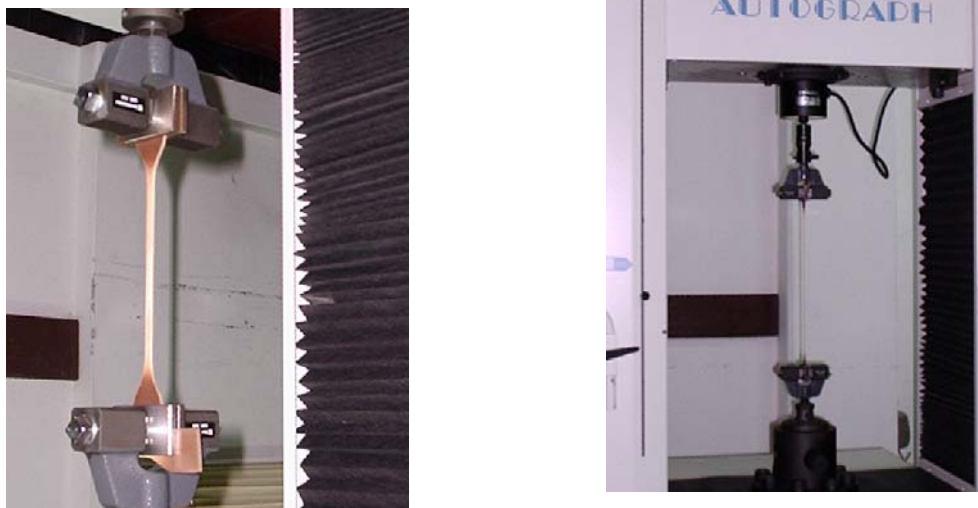
¹³ ASTM D412-98^a Standard Test Method for Vulcanized Rubber and Thermoplastic Elastomers-Tension.

Figura 15. Probetas para ensayos esfuerzo deformación.



Las probetas en forma de halterio (figura 15) son troqueladas de las láminas vulcanizadas, los extremos de las probetas se colocan en las mordazas de la máquina de ensayo. La mordaza superior se acciona a 50 mm/min y estira la probeta hasta su rotura.

Figura 16. Estiramiento de probetas en la máquina de ensayo Autograph AG-1.



La maquina en la figura 16 Autograph AG-1^{® 14}, siendo versátil para muchas aplicaciones, tiene un montaje especial para la realización de estas pruebas.

¹⁴ Shimadzu Corporation, “Testing and Weighing Equipment División”, Kyoto, Japón. Laboratorio de Resistencia de Materiales Universidad Santo Tomas.

Con una máxima carga de 10,5 kN para ensayos con elastómeros, se rompieron las probetas y se registraron sus graficas esfuerzo deformación. Un sistema automatizado permite examinar el comportamiento del espécimen y controlar la velocidad de carga desde un ordenador.

En este capítulo se describió la metodología de cada una de las etapas que hacen parte del desarrollo de la experimentación, y a su vez se expusieron los equipos utilizados para las mediciones respectivas de donde se generaron los datos que se analizan en el siguiente capítulo.

3. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS.

En este capítulo se consignan y discuten los resultados obtenidos en los diferentes ensayos realizados, su representación gráfica y el análisis factorial del diseño de experimentos. También se muestran los efectos del tamaño de partícula sobre el espécimen con las mejores propiedades y por último se presenta la caracterización del material obtenido.

3.1 RESULTADOS EXPERIMENTALES.

A continuación se revisan los resultados que se obtuvieron en las diferentes fases de la experimentación.

3.1.1 Solubilidad de Nylon y Sílice en el caucho. Se prepararon 2 mezclas con 150 g de caucho base y se procedió como está descrito en el desarrollo experimental.

Tabla 6. Datos de solubilidad de Nylon y Sílice en caucho SBR 1502.

	Nylon	Sílice
Cantidad solubilizada (g)	80	70

Como se aprecia en la tabla el nylon solubiliza mejor que la sílice en la mezcla de caucho, las cantidades incorporadas se aproximan a la mitad de la matriz de SBR usada en la prueba. Cabe notar que una matriz de 150 g de SBR 1502 solubiliza hasta un total de agregados de 200 g aproximadamente (Sílice, Nylon y demás ingredientes), en un nivel bajo de caucho y niveles altos de sílice y nylon.

3.1.2 Formulación y procesamiento de mezclas. En el proceso de mezclado es inevitable la pérdida parcial de polvos porque su baja densidad aparente permite su fluidización por las corrientes de aire en movimiento.

La siguiente tabla enseña los errores de cada experimento y las cantidades en gramos pesadas de cada ingrediente.

Tabla 7. Cantidades de Ingredientes para vulcanización.

Experimento Ingrediente	Patrón ¹⁵	n1	n2	n3	n4
SBR 1502	200,800	150,300	250,200	150,600	150,000
Acido Esteárico	2,076	3,755	6,249	3,751	3,754
Acido Benzoico	1,027	0,755	1,251	0,752	0,758
Oxido de Zinc	10,123	7,507	12,560	7,533	7,577
Azufre	6,061	4,520	7,510	4,561	4,542
Caolín	60,005	30,027	49,990	30,021	30,902
Nylon		30,044	30,047	80,000	30,176
TMQ	2,033	3,053	5,014	3,010	3,020
MBT	2,078	1,509	2,504	1,514	1,564
Sílice		35,004	35,538	35,014	70,110
Total experimental	284,203	266,474	400,863	316,756	302,403
Total teórico	283,000	266,000	400,000	316,000	301,000
Peso final mezcla	280,078	261,200	396,663	311,000	297,800
Error relativo de mezclado	1,451	1,979%	1,048%	1,817%	1,522%
Error relativo de pesaje	0,425	0,178%	0,216%	0,239%	0,466%
Error Total	1,9%	2,2%	1,3%	2,1%	2,0%

¹⁵ Cantidades escaladas de la tabla 3.3.

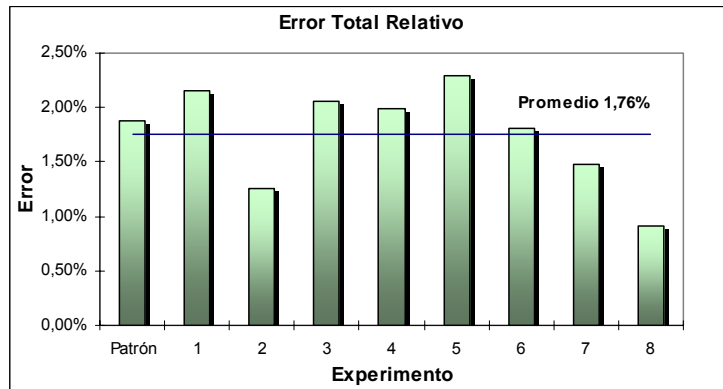
Tabla 8. Cantidades de Ingredientes para vulcanización

Experimento Ingrediente	n5	n6	n7	n8
	SBR 1502	250,500	250,200	150,010
Acido Esteárico	1,250	6,255	3,761	6,251
Acido Benzoico	12,534	1,252	0,778	1,256
Oxido de Zinc	7,555	12,500	7,500	12,554
Azufre	6,257	7,553	4,542	7,554
Caolín	50,010	50,000	29,964	50,000
Nylon	80,010	30,013	80,684	80,300
TMQ	5,004	5,017	3,024	5,000
MBT	2,502	2,511	1,582	2,502
Sílice	36,060	71,120	70,020	70,153
Total experimental	451,682	436,421	351,865	485,670
Total teórico	450	435,000	351,000	485,000
Peso final mezcla	443,005	429,921	347,535	481,920
Error relativo de mezclado	1,921%	1,489%	1,231%	0,772%
Error relativo de pesaje	0,374%	0,327%	0,246%	0,138%
Error Total	2,3%	1,8%	1,5%	0,9%

Durante la realización de las mezclas se incurre en 2 tipos de error diferentes: el error de pesaje; un error presentado en la exactitud de la medida respecto de la formulación teórica. El error de mezclado que manifiesta la diferencia entre el peso final y el peso total de los ingredientes antes de incorporarse a la matriz de caucho. Este último se presenta por pérdida de polvos durante la operación de mezclado.

Se puede observar más detalladamente y en conjunto los errores generados en la siguiente gráfica.

Gráfico 1. Error total relativo versus número de experimento.



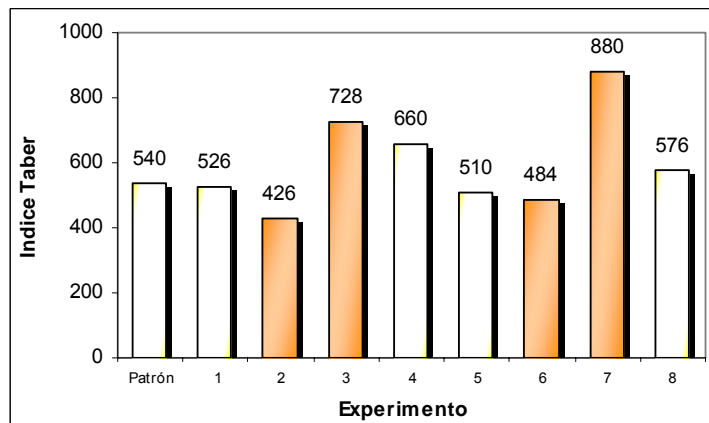
El error más alto se observa en el experimento número 5, éste tiene incidencia en las propiedades medidas como se notará más adelante.

3.2 ANÁLISIS FÍSICO DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS

A continuación se reportan los resultados correspondientes a las propiedades físicas: Abrasividad, dureza, resiliencia y tensión.

3.2.1 Abrasividad. Los resultados de la medición del desgaste del material por el método de pérdida de peso, a 500 revoluciones de las ruedas abrasivas son los siguientes.

Gráfico 2. Índice de Abrasividad versus número de experimento.

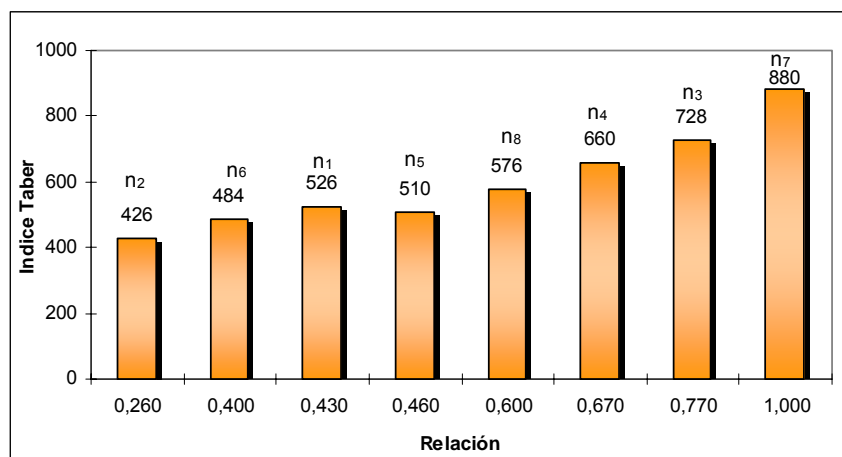


Cuatro de las experimentaciones presentan una mejor resistencia al desgaste respecto a la mezcla patrón. De esta forma se comprueba que los reforzantes mejoran en cierto grado la abrasividad del material.

Los datos registrados muestran aleatoriedad en los resultados, sin embargo se encuentra una marcada tendencia si se grafican el Índice de abrasividad contra la relación gramos de reforzante por gramos de caucho.

Se deduce del diagrama 4.3 que existe una directa proporcionalidad entre el índice de Taber y la relación reforzante/caucho.

Gráfico 3. Índice de Abrasión versus relación reforzante/caucho.



Una menor cantidad de reforzante dentro de la matriz proporciona una mejor resistencia a la abrasión porque, un menor índice denota mejor resistencia al desgaste.

La siguiente tabla muestra las densidades de cada muestra vulcanizada, para comprobar la aceptación del método TABER de abrasión a 500 revoluciones, que tiene como requisito materiales con densidades similares.

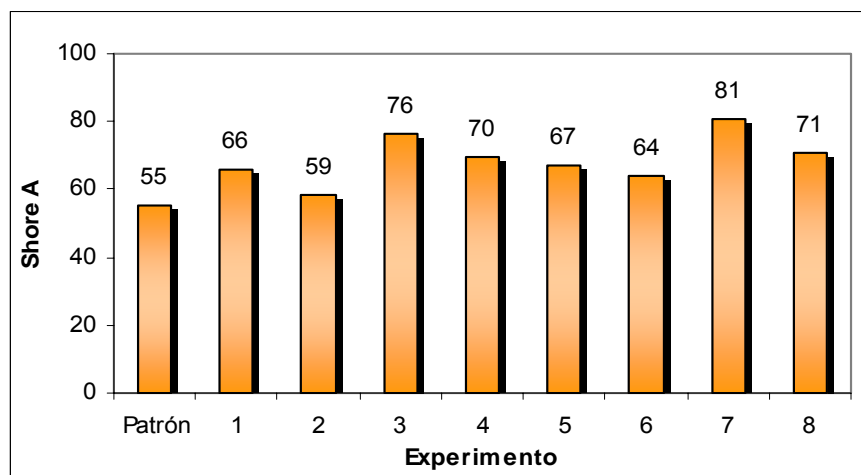
Tabla 9. Densidades de mezclas vulcanizadas.

	Peso (g)	Volumen (mL)	Densidad (g/mL)
Patrón	6,883	53	0,1299
1	7,045	53	0,1329
2	6,884	53	0,1299
3	7,112	53	0,1342
4	7,554	53	0,1425
5	6,931	53	0,1308
6	7,163	53	0,1352
7	7,476	53	0,1411
8	7,229	53	0,1364

En todos los casos, el volumen de probeta es el mismo y corresponde al volumen del molde.

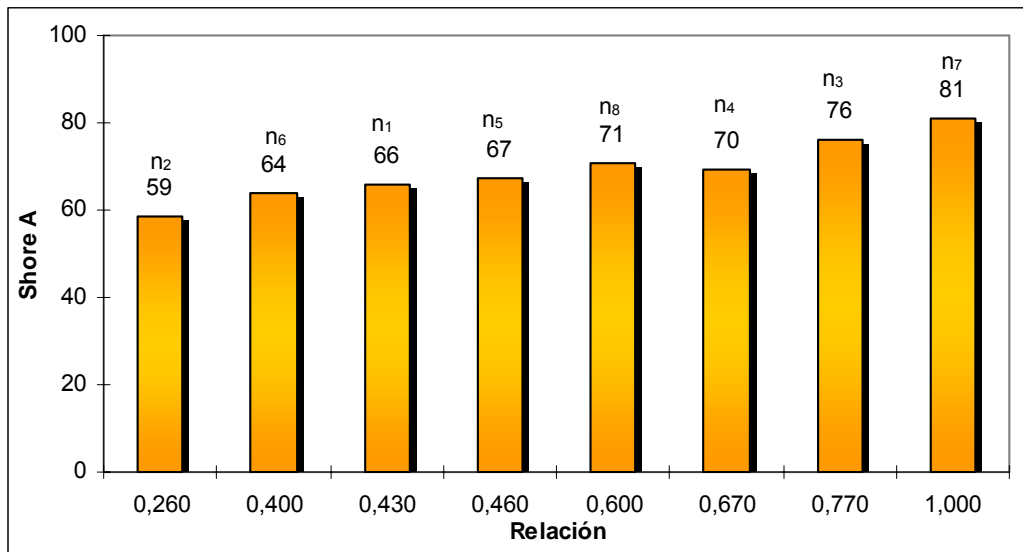
3.2.2 Dureza. En el siguiente diagrama se pueden observar los resultados obtenidos en las mediciones de dureza.

Gráfico 4. Dureza versus número de experimento.



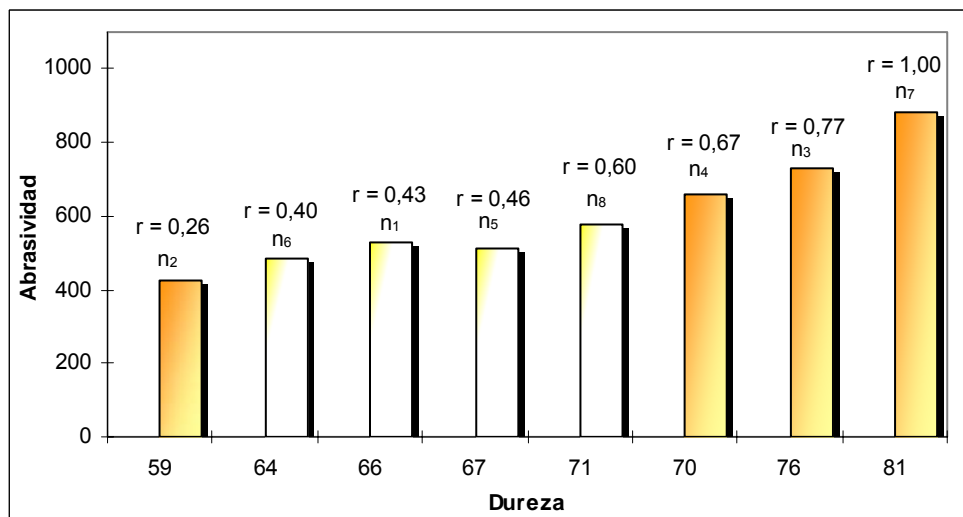
Nuevamente la relación reforzante/caucho es proporcional a la propiedad medida, efecto que se aprecia en la siguiente gráfica.

Gráfico 5. Dureza versus relación reforzantes/caucho.



Además de la relación de proporcionalidad se encontró un importante efecto de la dualidad abrasividad-dureza respecto a la creciente relación reforzante/caucho que se ilustra en la siguiente gráfica:

Gráfico 6. Abrasividad versus dureza.

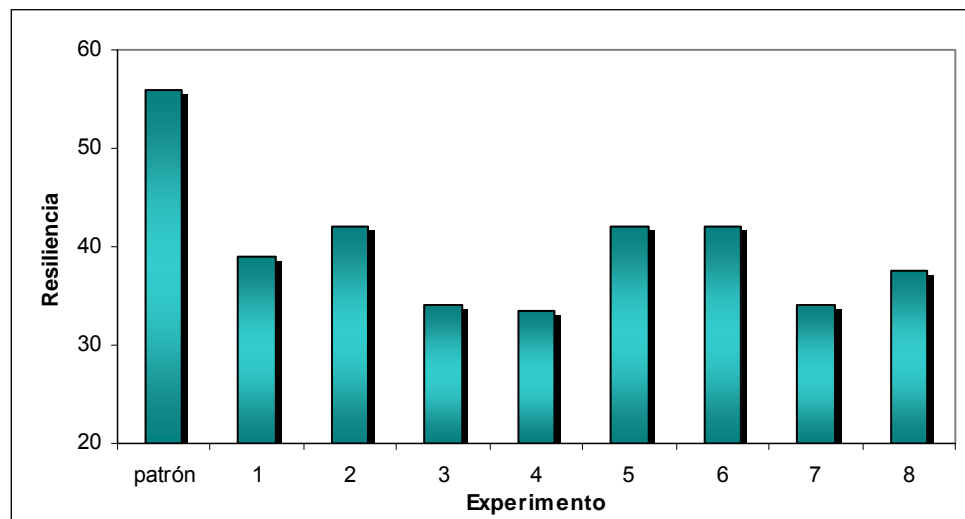


Como se dijo anteriormente el experimento número 5 es el que presenta mayor porcentaje de error por eso se sale de la tendencia aquí descrita.

Los resultados de esta relación dual (gráfico 4.6) comprueban que el estudio realizado tiene validez en el rango de experimentación. Las composiciones más suaves actúan mejor que las duras puesto que son más resilientes bajo una carga¹⁶.

3.2.3 Resiliencia. El siguiente diagrama indica el porcentaje de altura de caída del péndulo como medida de la energía devuelta por el material.

Gráfico 7. Porcentaje de rebote versus número de experimento.



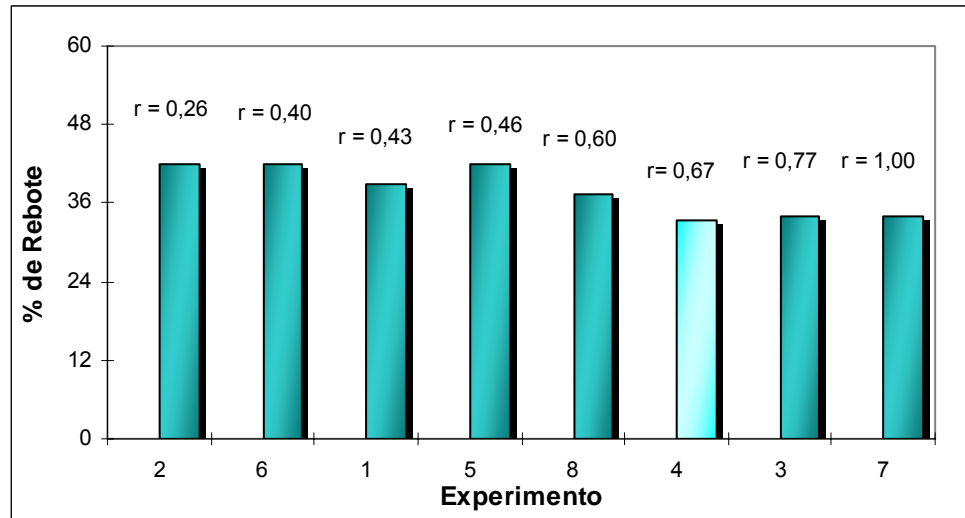
La muestra patrón presenta mayor resiliencia debido a que las cadenas de elastómeros tienen mayor movilidad, pues con más partículas de reforzante se dificulta el desplazamiento de las cadenas poliméricas en las mezclas reforzadas (entanglement¹⁷).

La gráfica de resiliencia versus la relación creciente de reforzante/caucho es la siguiente:

¹⁶ <http://www.moldeedimensions.com/abrasionresist.htm>

¹⁷ Enredo de las macromoléculas poliméricas.

Gráfico 8. Orden decreciente de resiliencia de muestras.



Se reitera el error del experimento número 5, distorsionando la continuidad de la tendencia.

Son efectivamente más resilientes los especímenes con menor dureza, lo que les da más resistencia al desgaste en trabajos bajo carga como el de la prueba con el abrasímetro TABER, 1000 g de carga. Constatando que una mayor dureza no representa resistencia a la abrasividad de agentes externos en este material.

3.2.3 Tensión. Para la caracterización del material se hicieron mediciones del esfuerzo y deformación máximos de cada probeta. A continuación se presenta la tabla que recopila las medidas de cada halterio (probeta) y sus respectivas mediciones de esfuerzo y deformación.

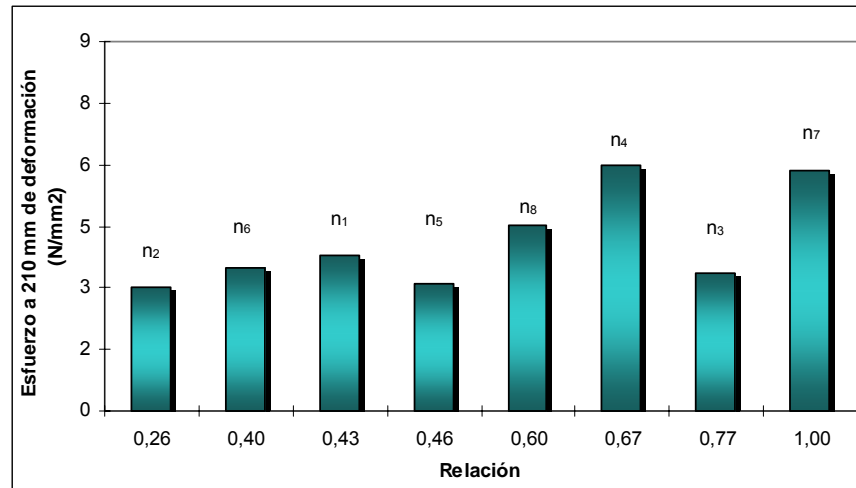
Tabla 10. Resultados de ensayos esfuerzo deformación.

Experimento	Ancho (mm)	Longitud (mm)	Espesor (mm)	Máximo esfuerzo (N/mm²)	Máxima deformación (mm)
Patrón	6,20	40,0	2,10	1,88412	210,00
1	6,50	40,0	2,25	8,83333	478,00
2	6,60	40,0	2,40	8,34800	528,00
3	6,50	40,0	2,20	8,30400	492,86
4	6,40	40,0	2,10	12,3558	425,00
5	6,40	40,0	2,20	6,36541	335,00
6	6,50	40,0	2,50	9,95962	465,00
7	6,50	40,0	2,20	6,14073	230,00
8	6,60	40,0	2,30	6,97464	380,00

Se percibe de las medidas de las probetas, tabla 4.4 (ancho, longitud y espesor), que a pesar de utilizar un mismo troquel para cortar las láminas y obtener los especímenes, sus dimensiones son diferentes y deben medirse antes de la experimentación.

Debido a que el módulo de un elastómero es variable, para analizar una tendencia de los resultados es necesario referir los experimentos a una misma deformación, gráfico 9. En este caso se tomó la deformación más pequeña alcanzada en los experimentos; el patrón a 210 mm. Cabe resaltar que la zona de la gráfica donde caen las mediciones del esfuerzo a 210 mm de deformación para todas las pruebas corresponde al estiramiento de las moléculas y sus enlaces, como se observa en las gráficas obtenidas del AUTOGRAPH AG-1 en el anexo B.

Gráfico 9. Esfuerzo a 210 mm de deformación versus relación reforzantes/caucho.



En este diagrama se observa una tendencia creciente de la relación reforzante/caucho con el esfuerzo a 210 mm de deformación. Sin embargo se salen de esta los ensayos 5 y 3. Esto era de esperarse por ser mezclas con errores más altos del promedio por mezclado y pesaje.

Puede afirmarse de los análisis anteriores que las variables medidas en esta experimentación, para las diferentes mezclas, son función de las cantidades de reforzantes: nylon y sílice, respecto a la cantidad de matriz de caucho SBR 1502. La abrasividad, dureza y tensión aumentan con la relación reforzante/caucho, contrario a la resiliencia que disminuye al aumentar la relación.

Después de hacer el análisis físico del diseño de experimentos; y teniendo en cuenta que la abrasividad es la propiedad más relevante en este trabajo de grado, se concluye que el experimento número dos tiene una mejor formulación debido a que su índice de abrasividad es menor respecto al de la muestra patrón, y a los demás experimentos.

Cabe resaltar que la mezcla patrón que se empleo para el desarrollo experimental de este trabajo, está referenciada en la literatura como una formulación con buenas características al desgaste por abrasión, por esta razón los resultados del índice de abrasión de ésta respecto al ensayo número dos no difiere significativamente.

3.3 EXPLORACIÓN DE LA INCIDENCIA DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA

Como se mencionó anteriormente se realizaron 2 formulaciones con diferente tamaño de partícula de nylon, pasantes de las mallas 40 y 80, con base en la formulación del experimento número 2, para estudiar la influencia del tamaño de partícula del reforzante en la medición del índice de abrasividad, los resultados de este análisis son los siguientes:

Tabla 11. Índice de abrasividad a diferentes tamaños de partícula de nylon.

Pasantes Malla	Índice de Abrasividad
200	426
80	498
40	594

Como se aprecia en la tabla el mejor comportamiento sigue siendo el del pasante de la malla 200, que corresponde a la formulación de la mezcla 2 del diseño de experimentos. Sin desconocer que los índices de abrasividad de los pasantes nombrados son bajos comparados con las mediciones de los 8 experimentos.

3.4 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS.

Para realizar este análisis se utilizó el software STATGRAPHICS. La estadística presentada consiste en un análisis de varianza que mide la

variabilidad del índice de abrasividad en partes separadas respecto de cada efecto, los efectos principales y un modelo estadístico comparado con los resultados de la experimentación.

Para llevar a cabo un análisis estadístico confiable es necesario tener una réplica de cada experimento, de esta forma la cantidad de grados de libertad es suficiente para calcular las funciones de distribución estadística (F, p) y los efectos de las interacciones de mayor orden. Se realizaron las repeticiones de los ocho experimentos (tabla 12), sin embargo no se contemplan en el análisis físico porque, la vulcanización se hizo con las mezclas de la primera vulcanización que con el tiempo se oxidaron.

Tabla 12. Resultados de la medición del índice de abrasividad en la segunda vulcanización.

Experimento	Índice Taber	Índice Taber
	Primera vulcanización	Segunda Vulcanización
Patrón	540	544
1	526	822
2	426	718
3	728	966
4	660	860
5	510	768
6	484	540
7	880	960
8	576	810

El caucho vulcanizado debe analizarse rápidamente puesto que la oxidación lo deteriora.

3.4.1 Análisis de Varianza para Abrasividad. Las distintas cantidades calculadas en el análisis de varianza se disponen en la tabla 13.

Tabla 13. Análisis de varianza del diseño de experimentos.

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	G.L.	Cuadrados Medios	Valor F	Valor p
A: Sílice	78680,30	1	78680,30	15,65	0,0055
B: Nylon	176820,00	1	176820,00	35,16	0,0006
C: Caucho	2862,25	1	2862,25	0,57	0,4752
AB	1122,25	1	1122,25	0,22	0,6510
AC	8372,25	1	8372,25	1,66	0,2379
BC	3540,25	1	3540,25	0,70	0,4292
ABC	2352,25	1	2352,25	0,47	0,5160
Blocks	163620,00	1	163620,00	32,54	0,0007
Total error	35201,80	7	5028,82		
Total (corr)	472572	17			

R- cuadrado = 92,551%; R-cuadrado (ajuste por g.l.) = 86,0332 %

La Tabla 4.7 prueba la significancia estadística de cada efecto por comparación de los cuadrados medios y la estimación del error experimental. En este caso tres efectos tienen p – valores menores a 0,05, indicando que son significativamente diferentes de cero en un 95,0% de confianza.

El R cuadrado indica que el modelo fijado tiene un 92,551% de variabilidad en el índice de abrasividad (Taber). El R cuadrado ajustado, es conveniente para comparar modelos con diferentes números de variables independientes, con un valor de 86,0332%.

Blocks es el error generado por la repetitividad de las mediciones.

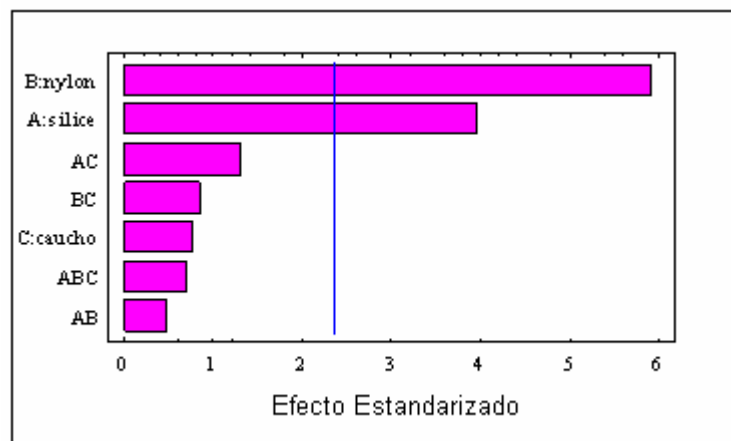
3.4.2 Efectos de las variables. Los efectos estimados para el índice de abrasividad son los siguientes

	Efectos	Errores Estándar
Promedio	= 699,875	+/- 17,7285
A: sílice	= -140,25	+/- 35,4571
B: nylon	= 210,25	+/- 35,4571
C: Caucho	= -26,75	+/- 35,4571
AB	= -16,75	+/- 35,4571
AC	= -45,75	+/- 35,4571
BC	= 29,75	+/- 35,4571
ABC	= -24,25	+/- 35,4571
block	= 202,25	+/- 35,4571

Los errores estándar están calculados con 7 grados de libertad.

Con los datos anteriores se realiza un diagrama de pareto, que se presenta a continuación:

Gráfico 10. Diagrama de pareto de efectos estandarizados.



La línea vertical representa el límite de significancia de los efectos en los ensayos. A la derecha se encuentran aquellos que son relevantes en el modelo estadístico y a la izquierda los de importancia despreciable. Es pues el gráfico de Pareto un análisis de tipo cualitativo y el modelo estadístico uno de tipo cuantitativo para el estudio de los efectos.

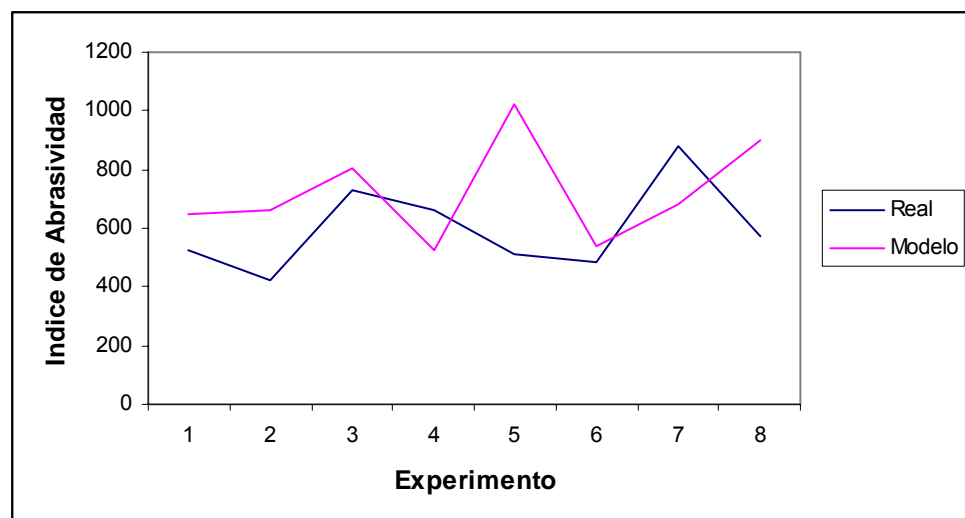
Sin embargo, físicamente no puede despreciarse el efecto de la matriz de caucho, pues su valor es inherente a una mezcla. Por tanto se tomaron despreciables aquellos efectos que son menores en valor absoluto al efecto C: Caucho.

3.4.3 Modelo estadístico. La siguiente es la ecuación de regresión del modelo estadístico ajustado a los datos, y despreciando los efectos ya mencionados.

$$\text{Índice de Abrasividad} = 853,7 - 3,82286 \cdot \text{silice} - 2,99 \cdot \text{nylon} - 1,15 \cdot \text{caucho} + 0,00434286 \cdot \text{silice} \cdot \text{caucho} + 0,041 \cdot \text{nylon} \cdot \text{caucho}$$

Los valores de las variables están especificados en sus valores originales (gramos). La siguiente gráfica compara el modelo con los datos reales.

Gráfico 11. Comparación del modelo con los datos reales.



Este análisis refleja significativamente el error del experimento número 5, pues el cálculo con el modelo difiere notablemente con el dato medido.

El anterior análisis estadístico denota que efectivamente el nylon y la sílice inciden significativamente en el desgaste del material. La sílice tiene un efecto negativo respecto al índice de abrasividad lo que indica que mejora la resistencia al desgaste del material. El nylon por el contrario presenta un efecto positivo aumentando el índice de abrasividad, sin embargo el efecto por interacción sílice - nylon, aunque mínimo, es negativo lo que favorece la resistencia al desgaste.

Por otro lado los demás ingredientes de la formulación no se tienen en cuenta para este estudio, y se dejan atrás los posibles tratamientos térmicos que estos puedan causar sobre la poliamida, pues la literatura reporta una incidencia desconocida del ácido benzoico con el nylon por ejemplo¹⁸. En este trabajo no se consideró esto, ya que la cantidad de ácido en comparación de la de nylon es mínima en todas las mezclas.

3.5 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL

La siguiente tabla muestra las características definitivas del material obtenido. Del diseño de experimentos la formulación número 2 fue la que presentó mejor resistencia al desgaste.

Tabla 14. Caracterización del material.

Propiedad	Valor
Índice de Abrasividad	426
Dureza	59 Shore A
Resiliencia	42 %
Densidad	0,1299 g/mL
Máximo esfuerzo	8,348 N/mm ²
Máxima deformación	528 mm

¹⁸ INDERFURTH, Karl H., "Tecnología del nylon, su empleo en la industria textil", Aguilar S.A. ediciones, Madrid 1954.

Se calculó la energía necesaria para romper el material a las condiciones de la máquina de pruebas AUTOGRAPG AG-1. De los datos de la gráfica esfuerzo deformación de la probeta 2 se obtuvo la siguiente ecuación:





$$E = 1.30350018082 \times \exp(3.708557266608 \times e - 3x)$$

Con una correlación de 0.996.



El área bajo la curva representa la energía necesaria para romper el material, que se evaluó realizando una integración numérica, cuyos límites son; [0, 480,72]; con un resultado de 0,102 Joule.

Este material se presenta como una posibilidad para el recubrimiento de rodillos en la industria del arroz. No obstante la calidad del material debe mejorarse para llegar a usarse industrialmente y ha de considerarse una optimización del índice de abrasividad con los materiales utilizados.

4. CONCLUSIONES

-  Existe una relación inesperada entre las propiedades físicas. Abrasividad y dureza, puesto que una mayor dureza no representa alta resistencia a la abrasividad.
-  El análisis estadístico denota que efectivamente el nylon y la sílice inciden significativamente en el desgaste del material. La sílice tiene un efecto negativo respecto al índice de abrasividad lo que indica que mejora la resistencia al desgaste del material. El nylon por el contrario presenta un efecto positivo, es decir aumenta el índice de abrasividad. Sin embargo el efecto por interacción sílice - nylon, aunque pequeño, es negativo, lo que favorece la resistencia al desgaste.
-  El material obtenido es una mezcla de caucho sintético SBR 1502, reforzado con nylon y sílice que tiene buenas propiedades físicas; la más relevante es su resistencia al desgaste, a pesar de esto, la calidad del material debe ser optimizada para llegar a aplicarse industrialmente.
-  Con respecto a la referencia bibliográfica se alcanzaron mejoras en la resistencia a la abrasión del material, sin embargo el nylon pulverizado disminuye dicha resistencia, debido a posibles interacciones con otros ingredientes, por lo tanto este reforzante no es útil para esta aplicación.

5. RECOMENDACIONES

-  Analizar posibles tratamientos térmicos del nylon con los demás ingredientes de la formulación aquí propuesta.
-  Caracterizar los materiales obtenidos con pruebas esfuerzo deformación, ya que industrialmente este análisis representa el efecto de los ingredientes en la mezcla y particularmente el grado de vulcanización.

BIBLIOGRFÍA

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

BOX, George E. HUNTER, William G. HUNTER, Stuart J. Estadística para investigadores, Editorial Reverté, Barcelona 1989.

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

INDERFURTH, Karl H. Tecnología del nylon, su empleo en la industria textil, Editorial Aguilar, Madrid 1954.

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

MORENO, Wilfrido. Aplicaciones al diseño y análisis de experimentos, Publicaciones UIS Bucaramanga 1993.

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.

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

www.modeddimension.com/abrasionresist.htm

www.memberstripod.com

ANEXOS

ANEXO A. INSTRUCCIÓN DE MEZCLA PARA CAUCHOS SINTETICOS SBR 1502-1712.

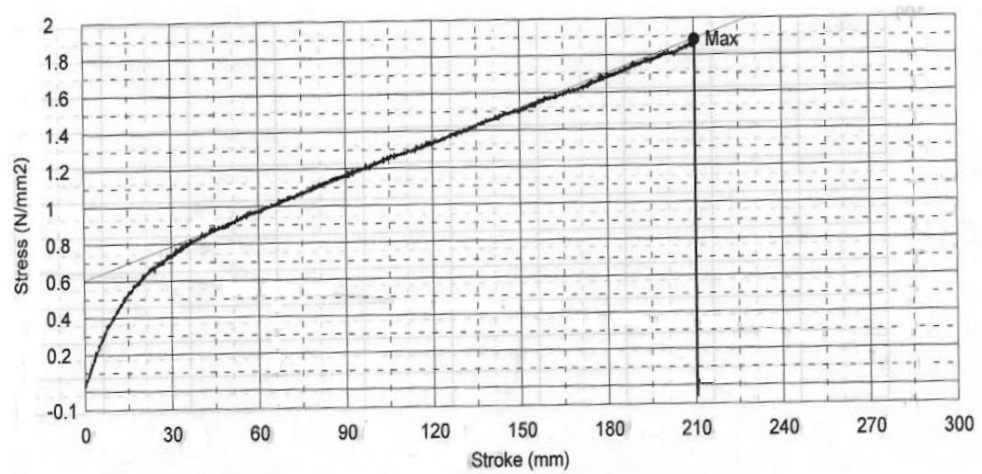
Temperatura de mezcla 50 ± 5 °C

ACCION	ETAPA (min)	Tiempo (acumulado)
a) Obtenga banda en rodillos a 1,1 mm. Haga a $\frac{3}{4}$ de ancho alternos cada medio minuto.	7	7
b) Agregue azufre lentamente a todo lo ancho.	2	9
c) Agregue acido esteárico , incorpore y haga cortes de $\frac{3}{4}$ de ancho.	2	11
d) Agregue negro de humo uniformemente a todo lo ancho.	2	11
e) Cuado incorpore la mitad del negro de humo, separe rodillos a 1,35mm y haga un corte $\frac{3}{4}$ a cada lado. NOTA: No corte la cochada si hay polvo libre en el banco o la bandeja. Agregue el resto del negro de humo y una vez incorporado abra a 1,4mm el molino y corte a $\frac{3}{4}$ a cada lado.	10	21
Agregue los demás materiales con molino a 1,4 mm	3	24
Haga 3 cortes a $\frac{3}{4}$ alternados a cada lado y baje la cochada.	2	26
g) Cierre molino a 0,8 mm y pase la	2	28

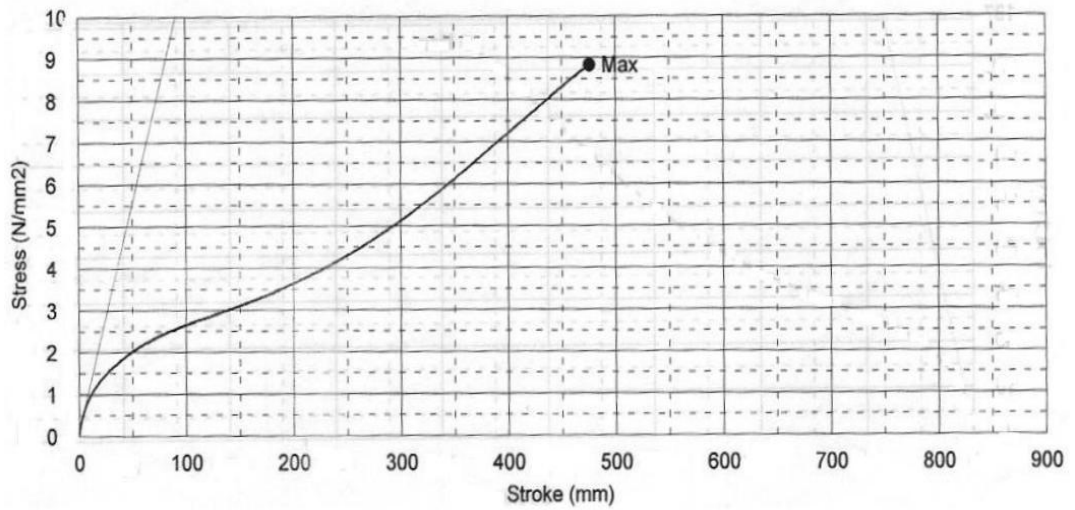
cochada en rollo 6 veces de punta.		
h) Abra molino a 4 mm y pase la cochada recogéndola sobre sí misma 4 veces	1	29
i) Pese la cochada y registre el pes. Si difiere en más de 2 g haga otra mezcla con mas cuidado.		
l) Lamine la carga a 2,2 mm y enfríe sobre superficie metálica limpia y lisa.		
Corte a tamaño 2 laminas crudas.		
k) Deje reposar 24 horas a 23 ± 3 °C envueltas en plástico para evtar la absorción de humedad. Debe doblar o estirar las láminas.		

ANEXO B. GRAFICAS ESFUERZO – DEFORMACIÓN.

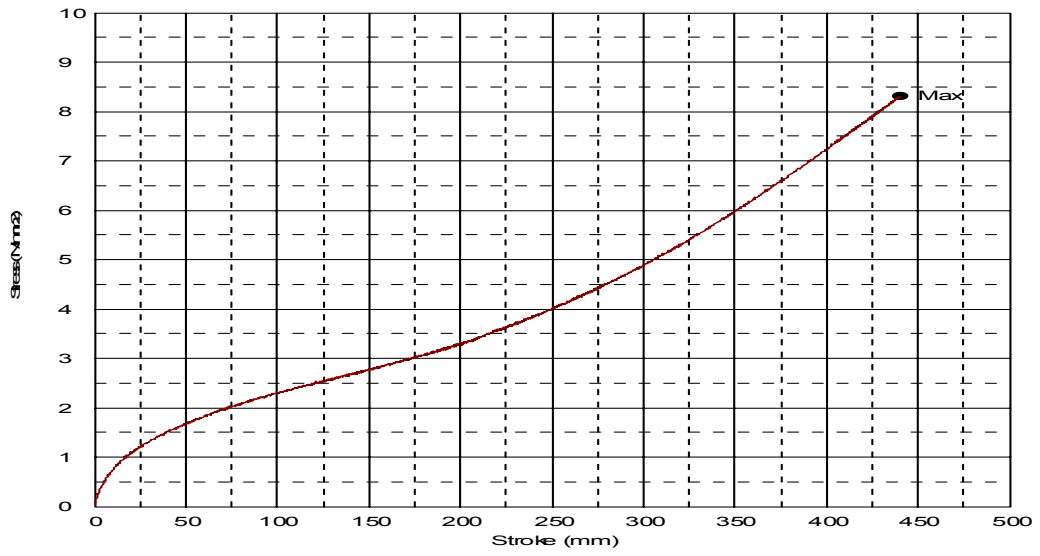
2.1 Probeta Patrón.



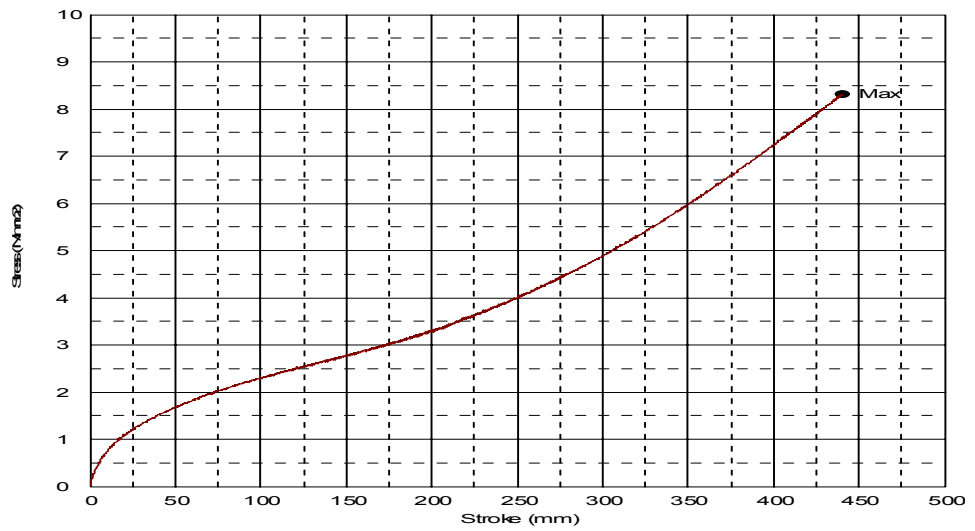
2.2 Probeta 1.



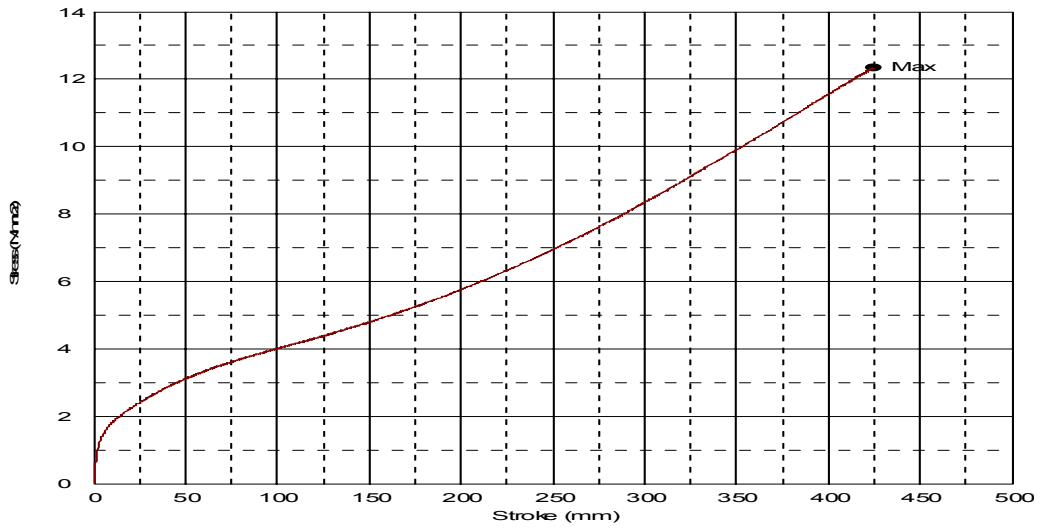
2.3 Probeta 2.



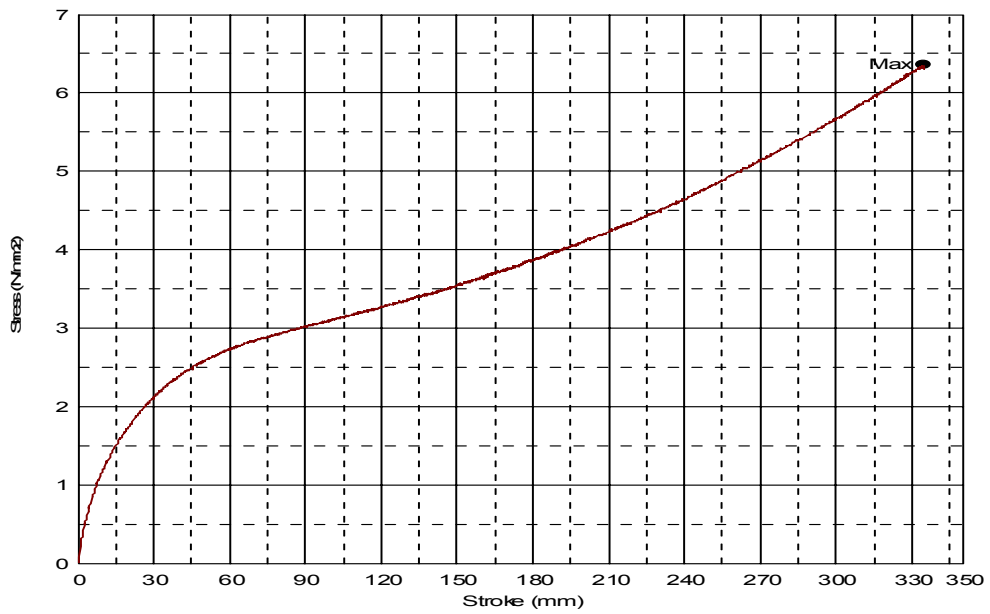
2.4 Probeta 3.



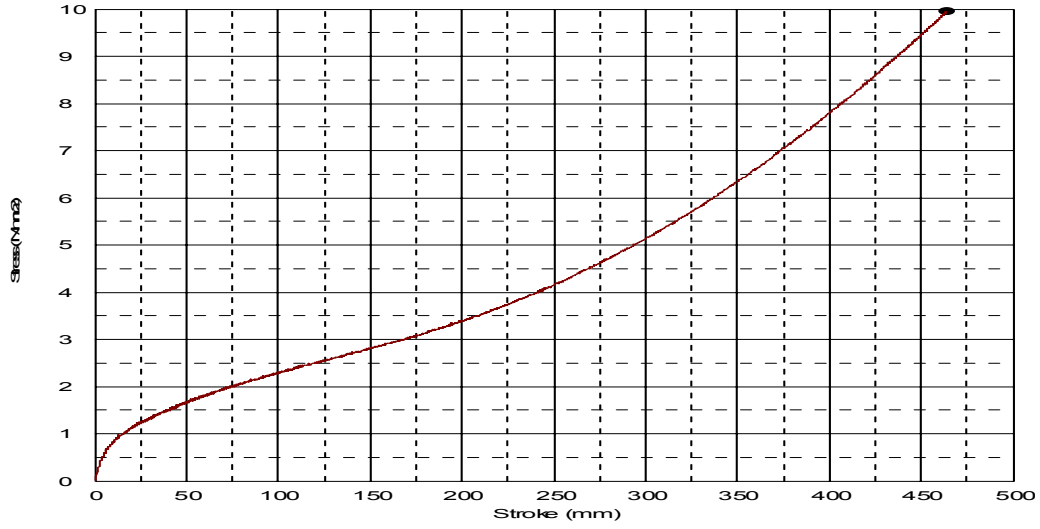
2.5 Probeta 4.



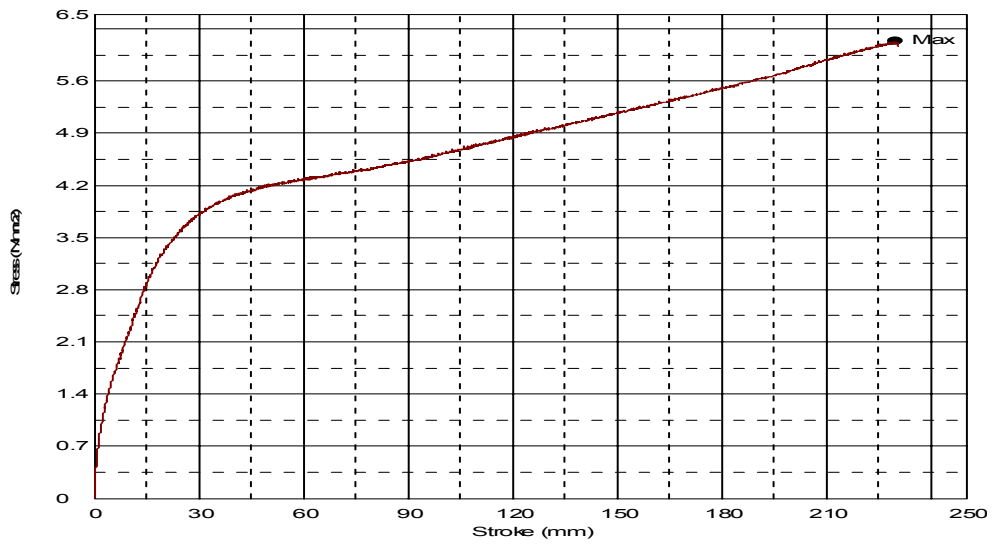
2.6 Probeta 5.



2.7 Probeta 6.



2.8 Probeta 7.



2.9 Probeta 8.

