

**CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y VISCOELÁSTICA DE POLIURETANO  
SINTETIZADO A PARTIR DE ACEITE DE RICINO Y MDI POLÍMÉRICO  
MEDIANTE ANÁLISIS MECÁNICO DIFERENCIAL**

**YEISSON GONZALO BLANCO LANCHEROS**

**MARÍA ALEJANDRA PARRA APONTE**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS**

**ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**BUCARAMANGA**

**2015**

**CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y VISCOELÁSTICA DE POLIURETANO  
SINTETIZADO A PARTIR DE ACEITE DE RICINO Y MDI POLÍMÉRICO  
MEDIANTE ANÁLISIS MECÁNICO DIFERENCIAL**

**YEISSON GONZALO BLANCO LANCHEROS**

**MARÍA ALEJANDRA PARRA APONTE**

**Trabajo presentado como requisito para  
Optar el título de Ingeniero Químico**

**Director**

**Gustavo Emilio Ramírez Caballero**

**Ingeniero Químico Ph. D**

**Codirector**

**Belkys Johana Polo Cambronell**

**Ingeniera Química**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2015**

## **AGRADECIMIENTOS**

*A la Universidad Industrial de Santander por permitirnos ser parte de esta gran institución.*

*Al Dr. Gustavo Emilio Ramírez Caballero por su valioso apoyo y disposición en cada una de las etapas de la presente investigación.*

*A la Ing. Belkys Polo Cambronell por sus buenos consejos, la ayuda brindada y los conocimientos aportados.*

*A la Ing. Jenny Carolina Osma Afanador por su acompañamiento, dedicación y colaboración incondicional para culminar con éxito este proyecto.*

*A todos los integrantes del Grupo de investigación en Polímeros por permitirnos ser parte de esta gran familia.*

*A Dios por su infinita bondad, porque ha guiado mis pasos por el camino que tiene deparado para mi vida y porque ha sido mi refugio en todo momento.*

*A mis Padres y hermanos quienes con su amor y confianza han creído en mis fortalezas, además de brindarme apoyo incondicional para el logro exitoso de mi carrera.*

*A mi sobrinito Juan Esteban que ha sido un hermoso regalo de Dios para nuestra familia.*

*A mi compañero de proyecto por su paciencia, apoyo y por alcanzar juntos este sueño que hoy es una realidad.*

*A todos mis amigos y compañeros que con su compañía y cariño han formado parte de mi crecimiento personal e intelectual durante el paso por la universidad.*

María Alejandra 😊

*A Dios por ser el autor de cada capítulo que se escribe sobre nuestras vidas.*

*A mi madre Gloria Carmenza Lancheros Campos por su amor, sacrificio y bondad en cada etapa de este camino que empezó con un sueño y hoy se convierte en realidad.*

*A mis hermanos Lizeth Lorena y Antonio José, por ser mi alegría y mi motivación diaria para seguir adelante con mi proyecto de vida. Por tanto esto también es suyo.*

*A mi tía Marcela Lancheros, por creer en mí y ser ese apoyo incondicional especialmente en esta etapa de mi vida.*

*A mi abuela Leonor Campos por su cariño expresado y enseñarme que se pueden hacer grandes cosas si se tiene voluntad.*

*A Raúl Bobadilla por sus buenos consejos y demostrarme lo valioso que es el conocimiento integral para el ser humano.*

*A mi compañera María Alejandra por su bondad, paciencia y responsabilidad; además por ser un claro ejemplo de inteligencia y belleza en una sola persona.*

*A mis tíos, tías, primos y en general a toda mi familia por el apoyo moral y acompañamiento expresado en muestras de afecto y alegría.*

*A todos y cada uno de mis amigos y compañeros y que siempre estuvieron brindándome su acompañamiento y apoyo incondicional desde el momento que los conocí y empezaron a ser parte fundamental de mi vida.*

Yeisson 😊

## TABLA DE CONTENIDO

<b>INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>16</b>
<b>1. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL .....</b>	<b>21</b>
1.1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	21
1.2. PRUEBAS PRELIMINARES .....	22
1.2.1. <i>Materiales y Reactivos.</i> .....	22
1.2.2 <i>Síntesis de Elastómeros de Poliuretano.</i> .....	22
1.2.3 <i>Pruebas Preliminares DMA.</i> .....	23
1.3 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y VISCOELÁSTICA .....	24
1.3.1. <i>Diseño de Experimentos</i> .....	25
1.3.2 <i>Caracterización Mecánica mediante pruebas de Tensión bajo estímulo estático</i> .....	26
1.4.3. <i>Caracterización Viscoelástica mediante estímulo dinámico.</i> .....	27
<b>2. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS .....</b>	<b>29</b>
2.1 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA BAJO ESTÍMULO ESTÁTICO .....	29
2.2.1 <i>Prueba de Tensión.</i> .....	29
2.2. CARACTERIZACIÓN VISCOELÁSTICA BAJO ESTÍMULO DINÁMICO.....	35
2.2.1 <i>Prueba de Tensión.</i> .....	35
2.2.2. <i>Prueba de Flexión.</i> .....	37
2.2.2. <i>Prueba de Compresión.</i> .....	38
<b>3. CONCLUSIONES.....</b>	<b>41</b>
<b>4. RECOMENDACIONES.....</b>	<b>42</b>
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>43</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>46</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>49</b>

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Reacción de Polimerización por adición de Poliuretano .....	17
<b>Figura 2.</b> Efecto de la carga aplicada bajo estímulo estático. ....	18
<b>Figura 3.</b> Efecto de la carga aplicada bajo estímulo dinámico. ....	19
<b>Figura 4.</b> Descripción de Metodología para caracterización mecánica y viscoelástica de poliuretano usando aceite de ricino como polioli.....	21
<b>Figura 5.</b> Montaje experimental Síntesis de Poliuretano .....	23
<b>Figura 6.</b> Molde en Acrílico para muestras de poliuretano en prueba de Tensión.	24
<b>Figura 7.</b> Tipos de Clamps utilizados para pruebas de: a. Tensión b. Flexión c. Compresión .....	27
<b>Figura 8.</b> Diagrama de Pareto para Módulo de Young. ....	29
<b>Figura 9.</b> Contribución de las variables de estudio en el Módulo de Young, Límite de Cedencia, Esfuerzo y Deformación Máximas.....	31
<b>Figura 10.</b> Valores obtenidos de % deformación máximo en Prueba de tensión Estática.....	33
<b>Figura 11.</b> Valores calculados de Tenacidad en Prueba de tensión Estática .....	34
<b>Figura 12.</b> Prueba de Tensión Dinámica para DPUH-2-0.1T y DPUH-10-0.1T....	35
<b>Figura 13.</b> Prueba de Flexión Dinámica para DPUH-2-0.1T y DPUH-10-0.1T.....	37
<b>Figura 14.</b> Prueba de Compresión Dinámica para DPUA-2-0.1T y DPUH-10-0.1T .....	38
<b>Figura 15.</b> Condiciones de operación en la pestaña SUMMARY del software en el ordenador. ....	53
<b>Figura 16.</b> Condiciones de operación en la pestaña PROCEDURE del software en el ordenador .....	54
<b>Figura 17.</b> Condiciones de operación en la pestaña NOTES del software en el ordenador .....	55

<b>Figura 18.</b> Nomenclatura usada en pruebas con estímulo estático. ....	56
<b>Figura 19.</b> Nomenclatura usada en pruebas con estímulo dinámico. ....	56
<b>Figura 20.</b> Componentes Viscoelásticas del Poliuretano.....	59
<b>Figura 21.</b> Valores obtenidos del Módulo de Young en Prueba de tensión Estática. .....	62
<b>Figura 22.</b> Valores obtenidos del Límite de Cedencia en Prueba de tensión Estática.....	62
<b>Figura 23.</b> Valores obtenidos del Esfuerzo Último en Prueba de tensión Estática	63
<b>Figura 24.</b> Interacción entre variables significativas en el Módulo de Young. ....	64
<b>Figura 25.</b> Efecto de la Temperatura de Operación de la Prueba.....	65
<b>Figura 26.</b> Efecto del Tiempo de Post-Curado. ....	65
<b>Figura 27.</b> Efecto de la Temperatura de Curado .....	66
<b>Figura 28.</b> Efecto de la Velocidad de Deformación.....	66
<b>Figura 29.</b> Pruebas de seguimiento Efecto de tiempo de post-curado en Módulo de Young .....	67
<b>Figura 30.</b> Prueba de Tensión Dinámica DPUA-2-0,1T .....	68
<b>Figura 31.</b> Prueba de Tensión Dinámica DPUA-10-0,1T .....	68
<b>Figura 32.</b> Prueba de Tensión Dinámica DPUA-2-0,1T .....	69
<b>Figura 33.</b> Prueba de Tensión Dinámica DPUH-10-0,1T .....	69
<b>Figura 34.</b> Prueba de Flexión Dinámica DPUA-2-0,1F .....	70
<b>Figura 35.</b> Prueba de Flexión Dinámica DPUA-10-0,1F .....	70
<b>Figura 36.</b> Prueba de Flexión Dinámica DPUh-2-0,1F .....	71
<b>Figura 37.</b> Prueba de Flexión Dinámica DPUH-10-0,1F .....	71
<b>Figura 38.</b> Prueba de Compresión Dinámica DPUA-2-0,1C .....	72
<b>Figura 39.</b> Prueba de Compresión Dinámica DPUA-10-0,1C .....	72
<b>Figura 40.</b> Prueba de Compresión Dinámica DPUH-2-0,1C .....	73
<b>Figura 41.</b> Prueba de Compresión Dinámica DPUH-10-0,1C .....	73

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Diseño de Experimentos para Pruebas de Tensión bajo estímulo estático. .....	26
<b>Tabla 2.</b> Propiedades Fisicoquímicas Aceite de Ricino .....	49
<b>Tabla 3.</b> Propiedades Fisicoquímicas MDI Diisocianato .....	49
<b>Tabla 4.</b> Condiciones de rotoevaporación para los reactivos.....	51
<b>Tabla 5.</b> Condiciones de Operación DMA en Prueba de Tensión Estática .....	57
<b>Tabla 6.</b> Condiciones de Operación DMA en Pruebas de Tensión Dinámica .....	60
<b>Tabla 7.</b> Condiciones de Operación DMA en Prueba de Flexión Dinámica. ....	60
<b>Tabla 8.</b> Condiciones de Operación DMA en Prueba de Compresión Dinámica...	61

## LISTA DE ANEXOS

<b>ANEXO A.</b> Propiedades Fisicoquímicas de los Reactivos.....	48
<b>ANEXO B.</b> Cálculo de las Cantidades Estequiométricas de Polioli MDI .....	49
<b>ANEXO C.</b> Procedimiento de Síntesis de Elastómeros de Poliuretano.....	50
<b>ANEXO D.</b> Montaje de la Muestra en DMA.....	51
<b>ANEXO E.</b> Nomenclatura usada para diferenciar las pruebas estáticas y dinámicas .....	55
<b>ANEXO F.</b> Condiciones de Operación Pruebas de Tensión Estáticas en equipo DMA .....	56
<b>ANEXO G.</b> Cálculo de las propiedades mecánicas de pruebas de tensión estáticas .....	57
<b>ANEXO H.</b> Cálculo de las propiedades viscoelásticas bajo estímulo dinámico.....	58
<b>ANEXO I.</b> Condiciones de Operación Pruebas dinámicas en equipo DMA .....	59
<b>ANEXO J.</b> Resultados Pruebas mecánicas.....	61
<b>ANEXO K.</b> Interacciones entre variables estudiadas en el módulo de Young .....	63
<b>ANEXO L.</b> Efecto de los niveles en cada uno de los factores en pruebas estáticas .....	64
<b>ANEXO M.</b> Prueba seguimiento del curado.....	66
<b>ANEXO N.</b> Pruebas de Tensión dinámicas.....	67
<b>ANEXO Ñ.</b> Pruebas de Flexión dinámicas.....	69
<b>ANEXO O.</b> Pruebas de Flexión dinámicas.....	71

## RESUMEN

**TÍTULO:** CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y VISCOELÁSTICA DE POLIURETANO SINTETIZADO CON ACEITE DE RICINO Y MDI POLÍMÉRICO MEDIANTE ANÁLISIS MECÁNICO DIFERENCIAL \*

**AUTORES:** MARÍA ALEJANDRA PARRA APONTE  
YEISSON GONZALO BLANCO LANCHEROS \*\*

**PALABRAS CLAVES:** Poliuretano, diisocianato, viscoelástica, cargas estáticas, cargas dinámicas, módulo de Young, módulo de almacenamiento, módulo de pérdida.

### DESCRIPCIÓN:

En el presente trabajo se realizó la caracterización mecánica y viscoelástica de elastómeros de poliuretano, producto de la reacción de polimerización por adición entre un poliol de origen vegetal (aceite de ricino) y un diisocianato comercial (MDI) con razón molar NCO/OH=1, mediante análisis mecánico diferencial DMA en pruebas de tensión, flexión y compresión con aplicación de cargas bajo estímulo estático y dinámico. Para ello se estudió la influencia de variables de síntesis como la temperatura de curado y el tiempo de post-curado asociado a variables de operación como la velocidad de deformación y la temperatura de exposición de la muestra en las propiedades finales del elastómero, esto con el fin de conocer el comportamiento de este polímero durante su servicio.

Los resultados de la caracterización mecánica de este poliuretano presentan módulos de Young promedio que oscilan entre 7,19 MPa y 15,62 MPa, una deformación máxima entre 3 y 25 % y una tenacidad o energía total acumulada hasta de 0,225 J/m<sup>3</sup>. Por otro lado la caracterización viscoelástica del poliuretano evidencia una predominancia del módulo de almacenamiento con valores entre 11 MPa y 15 MPa, comparado con el módulo de pérdida que presenta valores máximos de 0,55 MPa en las pruebas de tensión, flexión y compresión.

Finalmente la investigación concluye que las variables que tienen mayor influencia en las propiedades estudiadas son la temperatura de operación y el tiempo de post-curado mostrando un comportamiento típico de un polímero termoestable.

---

\* Proyecto de grado para optar al título de Ingeniero Químico.

\*\* Facultad de ingenierías fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director PhD. Gustavo Emilio Ramírez Caballero. Codirectora: Ing. Belkys Johana Polo Cambronell.

## ABSTRACT

**TITLE:** MECHANICAL AND VISCOELASTIC CHARACTERIZATION OF POLYURETHANE SYNTHESIZED FROM CASTOR OIL AND POLYMERIC MDI THROUGH DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS \*

**AUTHORS:** YEISSON GONZALO BLANCO LANCHEROS  
MARÍA ALEJANDRA PARRA APONTE \*\*

**KEY WORDS:** Polyurethane, diisocyanate, viscoelastic, static loads, dynamic loads, Young modulus, storage modulus, loss modulus.

### DESCRIPTION:

In this work realized a mechanical and viscoelastic characterization of polyurethane elastomers product of addition polymerization reaction from a vegetal origin polyol (castor oil) and a commercial diisocyanate (MDI) with molar ratio  $NCO / OH = 1$ , through dynamic mechanical analysis DMA in tension, compression and bending tests with loads applied under static and dynamic impulse. For that were studied the influence of synthesis variables such as cure temperature and post-cure time associated to operating variables as the strain rate and temperature of exposure of the sample in the final elastomer properties, this in order to know the behavior of this polymer in service.

The results of mechanical characterization shown a polyurethane with Young modulus average ranging between 7,19 MPa and 15,62 MPa, a strain max between 3 % and 25 % and a toughness or total accumulated energy up to  $0,225 \text{ J/m}^3$ . Moreover viscoelastic characterization of polymer demonstrate a predominance storage modulus with values between 11 MPa and 15 MPa compared with loss modulus than show max values 0,55 MPa in stress, flexure, compression tests.

Finally this investigation concludes that more influential variables in studied properties are operation temperature and post-cure time showing a typical conduct of thermoset polymer.

---

\* Project to choose the title of Chemical Engineer.

\*\* Faculty of physic and chemical engineering. School of Chemical Engineering. Director. PhD Emilio Ramirez Gustavo Caballero. Co-director: Engineer. Belkys Johana Polo Cambronell.

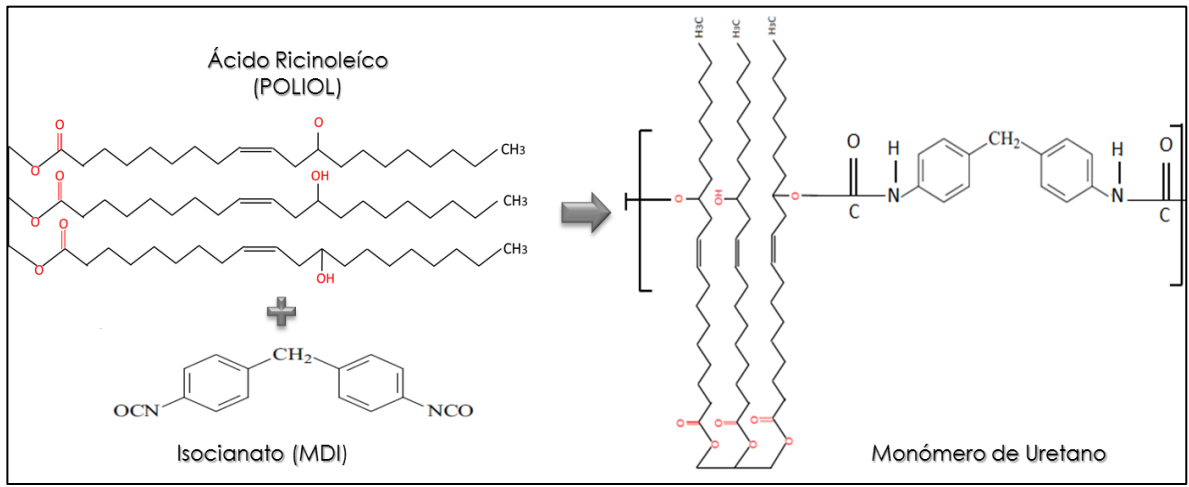
## INTRODUCCIÓN

El desarrollo de polímeros sintéticos es considerado uno de los grandes avances del siglo XX, debido a la multiplicación de sus posibilidades de uso, no sólo en la industria sino en la vida cotidiana [1]. Los polímeros sintéticos se obtienen fundamentalmente a partir de materias primas derivadas del petróleo además de fuentes renovables como los aceites vegetales. Estos materiales son populares porque son a la vez económicos, livianos, resistentes a la oxidación, aislantes térmicos y eléctricos que pueden sustituir la madera, la piedra o el metal [2].

Uno de los polímeros más importantes lo constituye la familia de los poliuretanos (PU) cuyo consumo mundial ha crecido continuamente durante los últimos años [3], cada vez se encuentran nuevos campos de aplicación y segmentos de mercado, porque como material ofrece propiedades mecánicas y viscoelásticas únicas, que hacen que pueda aplicarse en campos como las autopartes, construcción, la medicina y electrónica y no menos importantes los textiles y muebles. Por lo tanto hay cientos de problemas que estos materiales pueden resolver [4].

El poliuretano es un polímero compuesto por grupos uretano, producto de una reacción de polimerización por adición entre un poliol que contenga grupos hidroxilo ( $\text{OH-R}$ ) y un diisocianato ( $\text{N=C=O}$ ) [5] como se muestra en la **Figura 1**. Los polioles poseen un alto peso molecular y se caracterizan por tener grupos hidroxilo en su estructura [2], pueden ser de tipo poliéteres, poliésteres o con estructura hidrocarbonada como el etilenglicol y algunos aceites vegetales como el aceite de ricino. Los diisocianatos pueden ser aromáticos o alifáticos, son compuestos que varían en funcionalidad, en peso y naturaleza molecular, poseen alta reactividad química, que lo hace reaccionar con compuestos que contengan hidrógeno activado, tales como alcoholes y aminas [6]. Entre los más usados están el Toluen-Diisocianato (TDI) y el 4-4 Metil-Difenil-Isocianato (MDI) utilizado en esta investigación.

Figura 1. Reacción de Polimerización por adición de Poliuretano



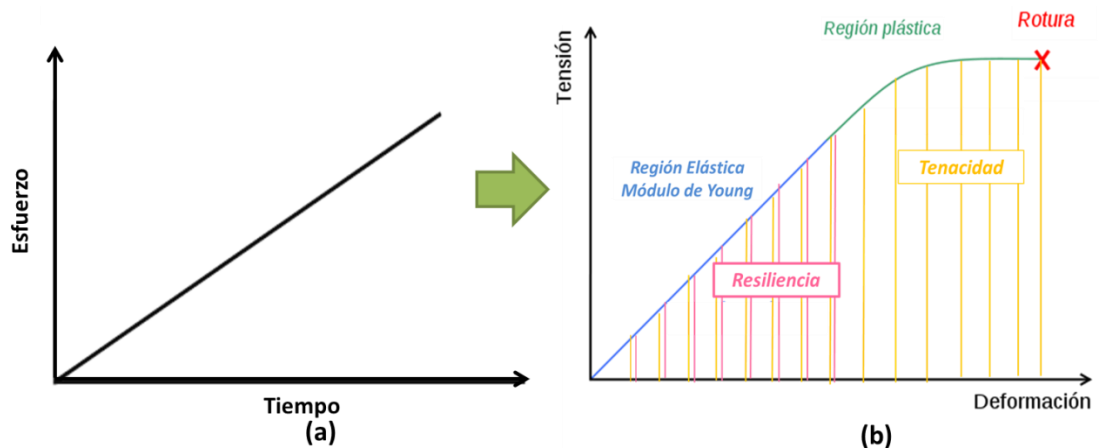
La reacción de síntesis da como resultado una cadena polimérica conformada por segmentos rígidos **SR** y segmentos suaves **SS** [2,7]. Los segmentos rígidos corresponden a tramos cortos en donde se ubica la molécula de MDI diisocianato y enlaces uretano, los segmentos suaves corresponden a largas cadenas flexibles de ácidos grasos presentes en el polioliol [8].

La proporción química de cada uno de los reactivos, la ruta de síntesis y la historia térmica definen las propiedades finales del poliuretano obteniendo desde espumas flexibles hasta plásticos rígidos con diferentes propiedades mecánicas, físicas y químicas. Razón por la que en muchas aplicaciones los elastómeros de poliuretano se encuentran en continua competencia comercial con otro tipo de materiales [9]. El campo de aplicación del poliuretano requiere un amplio conocimiento de las propiedades mecánicas y viscoelásticas que cuantifican la respuesta del material en condiciones a las que podría ser expuesto durante su servicio, para ello se requieren técnicas de caracterización que recreen este tipo de ambientes de trabajo .

Existen técnicas tradicionales de caracterización mecánica de polímeros que se basan en la aplicación de estímulos estáticos, estos consisten en aplicar una

carga que incrementa de forma lineal con el tiempo [10] (**Figura 2a**), obteniendo como respuesta la deformación gradual del material (**Figura 2b**). Las propiedades mecánicas que se obtienen mediante esta técnica son: El módulo de Young ( $E$ ) o capacidad de soportar esfuerzos adquiriendo deformaciones reversibles; el límite de cedencia, describe el esfuerzo en el que se inicia el registro del comportamiento viscoso, debido a que se presentan deformaciones irreversibles; deformación máxima ( $\epsilon_{máx}$ ) y esfuerzo último en el punto de rotura; la resiliencia y la tenacidad ( $T$ ) cuantifican la energía por unidad de volumen que acumula el material en la zona elástica y hasta el instante en que produce su fractura respectivamente [11].

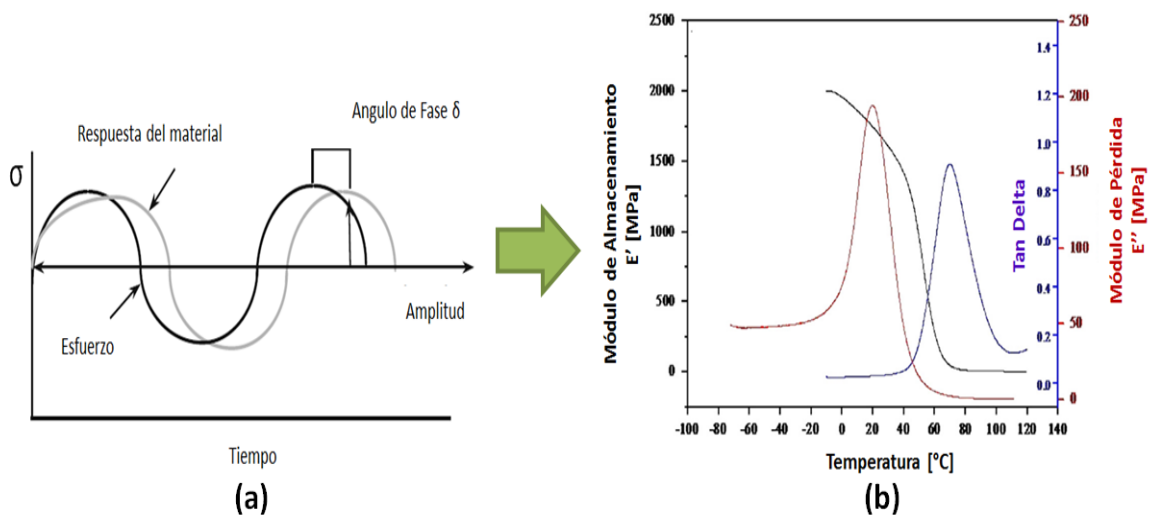
**Figura 2.** Efecto de la carga aplicada bajo estímulo estático.  
**a)** Estimulo Estático    **b)** Curva Tensión-Deformación



Sin embargo, en este tipo de caracterización no es posible observar la contribución viscosa que presenta el poliuretano, igualmente se desconoce la influencia de la temperatura en las propiedades mecánicas debido a que las pruebas son efectuadas a temperatura ambiente, otra desventaja es que la aplicación de esfuerzos bajo estímulo estático no simula las condiciones reales de trabajo, porque las cargas aplicadas durante la vida útil del material son en su mayoría dinámicas [12].

Con base en lo anterior, el análisis mecánico diferencial permite realizar una caracterización mecánica del material bajo ambientes controlados de temperatura, tipo y magnitud de esfuerzo. Adicionalmente permite realizar estudios reológicos para conocer el comportamiento viscoelástico del poliuretano por medio de un estímulo dinámico que consiste en aplicar una carga oscilatoria con amplitud, frecuencia y rango de temperatura definidos (**Figura 3a**) [13]. Con este tipo de análisis es posible obtener información relacionada con propiedades como: El módulo de almacenamiento  $E'$  cantidad de carga que el material puede acumular y reflejar mediante una respuesta netamente elástica en dirección opuesta al esfuerzo aplicado; el módulo de pérdida  $E''$ , cuantifica la carga que el material puede disipar debido a la fricción y a movimientos internos en la estructura molecular del material; el módulo total  $E^*$ , es la suma vectorial de la carga acumulada y disipada; y la relación entre el módulo de pérdida y el módulo de almacenamiento definido como  $\text{Tan } \delta$  que mide la proporción elástica y viscosa del material (**Figura 3b**), si  $\text{Tan } \delta=0^\circ$  el material es completamente elástico y si  $\text{Tan } \delta=90^\circ$  es totalmente viscoso [8,14].

**Figura 3.** Efecto de la carga aplicada bajo estímulo dinámico.  
**a)** Estimulo Dinámico. **b)** Curva propiedades Viscoelásticas vs Temperatura.



La literatura reporta investigaciones donde se evalúa la influencia del tipo de polioli [15], la modificación del polioli [16] y la relación molar NCO:OH [17] en las

propiedades finales del elastómero de poliuretano. El Grupo de investigación en Polímeros no ha desarrollado estudios que involucren la caracterización dinámico-mecánica de poliuretano a partir de aceite de Ricino como polioliol, por esta razón el objetivo de la presente investigación es realizar y aplicar una metodología que permita la caracterización mecánica y viscoelástica de elastómeros de poliuretano sintetizado con relación molar diisocianato/polioliol (NCO/OH) igual a 1 usando aceite de ricino como polioliol mediante análisis mecánico diferencial, evaluando cómo las condiciones de post-curado e historia térmica del polímero asociado a variables de operación del equipo afectan las propiedades mecánicas y viscoelásticas del poliuretano, tales como: módulo de Young, límite de fluencia, tenacidad, módulo de almacenamiento y de pérdida, mediante estímulos de tipo estático y dinámico, exponiendo el material a pruebas de tensión, flexión y compresión.

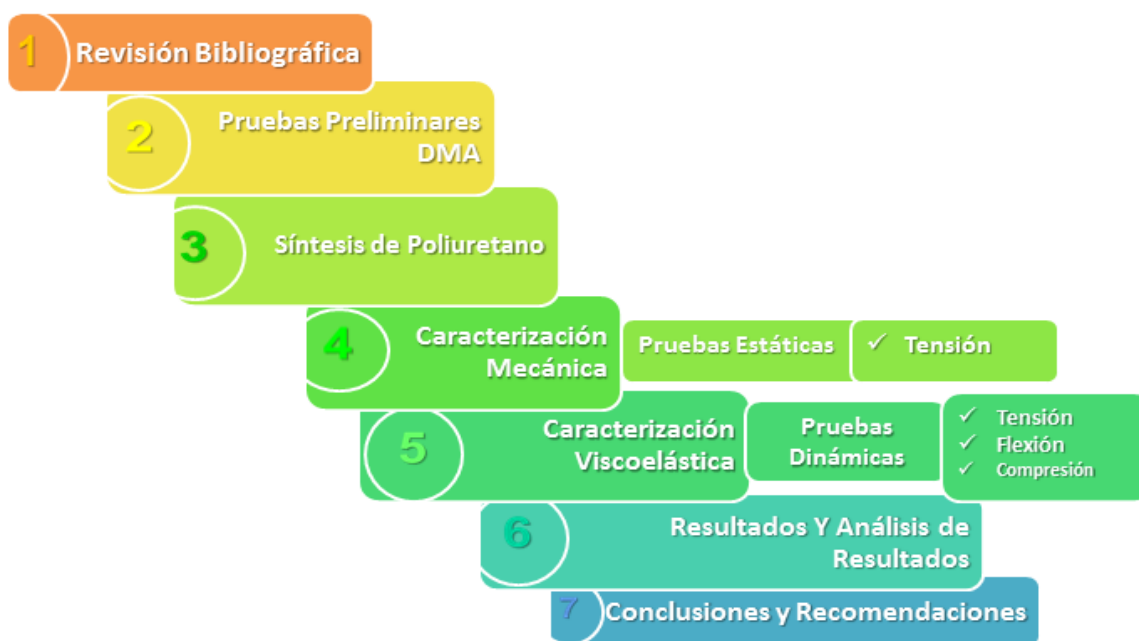
Este tipo de pruebas se realizan utilizando el Analizador Mecánico Diferencial DMA Serie Q800 TA INSTRUMENTS<sup>®</sup> ubicado en el laboratorio del Grupo de Investigación en Polímeros, que ofrece la posibilidad de efectuar estudios reológicos del material sometido a estímulos de tipo estático y dinámico en ambientes controlados de temperatura, carga, velocidad de deformación y frecuencia de oscilación [18].

Para esto, se elabora un protocolo de calibración y operación que permita realizar este tipo de análisis a un material determinado, posteriormente se plantea un diseño factorial de experimentos  $2^4$  en el cual los factores a estudiar son: la temperatura de curado y el tiempo de post-curado del polímero, así como también la velocidad de deformación y la temperatura de operación durante la prueba de tensión de estímulo estático. Finalmente se realizan pruebas dinámicas de tensión, flexión y compresión con el fin de conocer el comportamiento viscoelástico del poliuretano frente a este tipo de esfuerzos.

## 1. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La **Figura 4** muestra cada una de las etapas que se desarrollaron para la realización de la investigación, la cual comienza con una revisión bibliográfica de cada uno de los conceptos y practicas involucradas hasta la caracterización de los elastómeros de poliuretano sintetizados.

**Figura 4.** Descripción de Metodología para caracterización mecánica y viscoelástica de poliuretano.



### 1.1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

En esta etapa se consultó en bases de datos, libros, revistas y artículos científicos información relacionada con las propiedades fisicoquímicas de los reactivos a utilizar (**Anexo A**), de igual forma se establece la ruta de síntesis de los elastómeros de poliuretano a partir de aceite de ricino comercial y MDI (Metil-Difenil-isocianato) polimérico con el fin de calcular la cantidad de cada reactivo necesaria para llevar a cabo dicha reacción de polimerización.

De igual forma se realizó una revisión en la literatura con el fin de encontrar información relacionada con la influencia de algunas variables de síntesis y operación en las propiedades viscoelásticas finales del poliuretano.

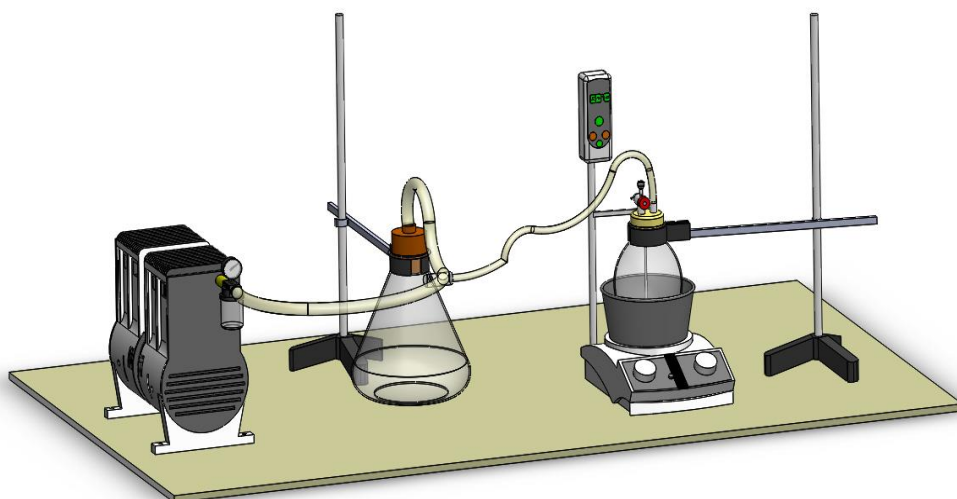
Paralelamente se consultaron los diferentes métodos y tipos de pruebas de caracterización mecánica y viscoelástica para este tipo de materiales y se adoptan las especificaciones descritas por la normas ASTM D4065-2 (American Society for Testing and Materials) [19], que estandariza el procedimiento y determinación de las propiedades dinámico mecánicas en plásticos y materiales poliméricos, también descritas en el manual de operación del equipo DMA Q800 [20].

## **1.2. PRUEBAS PRELIMINARES**

**1.2.1. Materiales y Reactivos.** Durante el desarrollo de la síntesis se utilizaron los siguientes reactivos: Aceite de Ricino como único polioliol y Metil-Difenil-Isocianato MDI, las propiedades fisicoquímicas se presentan en el **Anexo A**. Las cantidades volumétricas de producto y de cada uno de los reactivos se determinaron por medio de la relación NCO/OH (**Anexo B**), el cual para este estudio se seleccionó igual a 1 con el criterio de que los grupos funcionales hidroxilo reaccionen en su totalidad con el grupo isocianato para dar paso a la formación del grupo uretano.

**1.2.2 Síntesis de Elastómeros de Poliuretano.** El proceso inicia con un pretratamiento del polioliol que consiste en rotaevaporar el aceite de ricino a 80°C, 80 mmHg y 80 rpm durante un periodo de 30 minutos, con el fin de eliminar la humedad presente, debido a que esto puede conllevar a la creación de burbujas e imperfecciones que puedan afectar el normal desempeño del material. A continuación se procede a realizar el montaje experimental (**Figura 5**).

**Figura 5.** Montaje experimental Síntesis de Poliuretano



Inicialmente se agrega el aceite de ricino (poliol) en un reactor de 250 ml a una temperatura de 80°C, presión de vacío de 650 mmHg y 750 rpm de agitación por un periodo de 15 minutos. A continuación se dosifica el MDI diisocianato al contenido del reactor, para que inicie la formación de grupos uretano constituyente principal de la cadena polimérica. El tiempo en el que se lleva a cabo el proceso de polimerización es de 2 minutos para finalmente verter el contenido del reactor sobre un molde fabricado en acrílico (**Figura 6**).

El proceso de curado se desarrolló de dos formas: a temperatura ambiente (25°C) y a 120°C durante 2 y 10 días, para posteriormente realizar los respectivos análisis. Más especificaciones del proceso de síntesis en (**ANEXO C**).

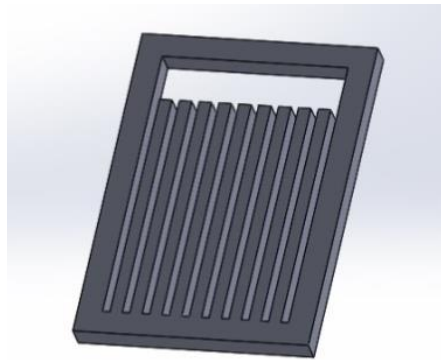
### **1.2.3 Pruebas Preliminares DMA**

Se llevaron a cabo pruebas de tensión estática a elastómeros de poliuretano siguiendo las especificaciones dadas por el manual del equipo [18], aplicando variaciones en el modo de operación del Clamp de tensión, precarga aplicada a este tipo de polímero, geometría de la muestra, temperatura de operación, velocidad de deformación y torque de sujeción a la muestra. Estas variaciones

permiten determinar los parámetros que se van a mantener fijos y las variables a estudiar en el desarrollo de la investigación.

Debido a la alta sensibilidad del equipo se observa que la geometría de la muestra es un factor determinante en la precisión de los resultados obtenidos, incluso cuando las dimensiones se mantienen dentro de los rangos permitidos. Por tal razón es necesario mantener esta variable controlada, para este fin se fabrica un molde en acrílico (**Figura 6**) el cual garantiza la uniformidad en las dimensiones de las muestras y lograr resultados con alto grado de confiabilidad.

**Figura 6.** Molde en Acrílico para muestras de poliuretano en prueba de Tensión.



### 1.3 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y VISCOELÁSTICA

El estudio de las propiedades mecánicas y viscoelásticas de los elastómeros de poliuretano se realizaron en el equipo DMA (Dynamic Mechanical Analyzer) serie Q-800 *TA-Instruments*® y ubicado en el laboratorio del Grupo de Investigación en Polímeros (GIP) de la Universidad Industrial de Santander (UIS). Se establece un protocolo de calibración y operación para reproducir este tipo de análisis en investigaciones futuras, este se encuentra disponible en el GIP. El montaje de la muestra se realiza mediante el protocolo (**ANEXO D**).

Este equipo cuenta con variadas características y especificaciones entre las que se destacan [20]:

- Emplea Clamps intercambiables de Tensión, Flexión, Compresión y Single/Dual Cantilever, que permiten medir propiedades incluyendo: módulo, amortiguación, fluencia, relajación de la tensión, transiciones vítreas y puntos de ablandamiento.
- Utiliza muestras que pueden estar en gránulos sólidos, películas, fibras, gel y líquidos viscosos.
- Determina cambios en las propiedades de las muestras resultantes en siete variables experimentales: temperatura, tiempo, frecuencia, carga, fuerza, desplazamiento y deformación.
- Opera en un rango de temperatura de -150 ° C a 600 ° C, usando velocidades de calentamiento desde 0,1 hasta 20 °C/min.
- Registra módulos de 0,001 MPa hasta 10<sup>6</sup> MPa con precisión de ±1%.
- Aplica cargas desde 0,001 N y hasta 18 N y una atmósfera controlada por el flujo de gases inertes o aire.

Para esta investigación se realizan cuatro tipos de pruebas: una con estímulo estático y tres con estímulo dinámico, utilizando los Clamps de Tensión, Flexión y Compresión.

### **1.3.1. Diseño de Experimentos**

De acuerdo a las pruebas preliminares se identifican las variables que afectarían significativamente el desempeño mecánico y viscoelástico del material, estas son: temperatura de curado y tiempo de post-curado del polímero, así como también la velocidad de deformación y la temperatura de operación durante la prueba.

Por tal razón, se diseña una matriz experimental (**Tabla 1**) que consiste de un diseño de experimentos 2<sup>4</sup>, los factores se mantienen constantes dentro de un

rango de niveles (alto y bajo) para obtener un total de 16 experimentos con su respectiva réplica, la nomenclatura usada para diferenciar cada prueba se presenta en el **Anexo E**.

**Tabla 1.** Diseño de Experimentos para Pruebas de Tensión bajo estímulo estático.

FACTORES NIVELES	Temperatura Curado (°C)	Tiempo Post-curado (Días)	Velocidad de deformación (%/min)	Temperatura Operación (°C)
Bajo (-)	25	2	5	50
Alto (+)	120	10	8	160

El diseño experimental permite estudiar el comportamiento mecánico de los elastómeros de Poliuretano con una relación molar NCO/OH=1 sometidos a una prueba de tensión bajo estímulo estático, con el fin de evaluar propiedades como el módulo de Young, el límite de cedencia, tenacidad, resiliencia, el esfuerzo y deformación máximos.

### 1.3.2 Caracterización Mecánica mediante pruebas de Tensión bajo estímulo estático

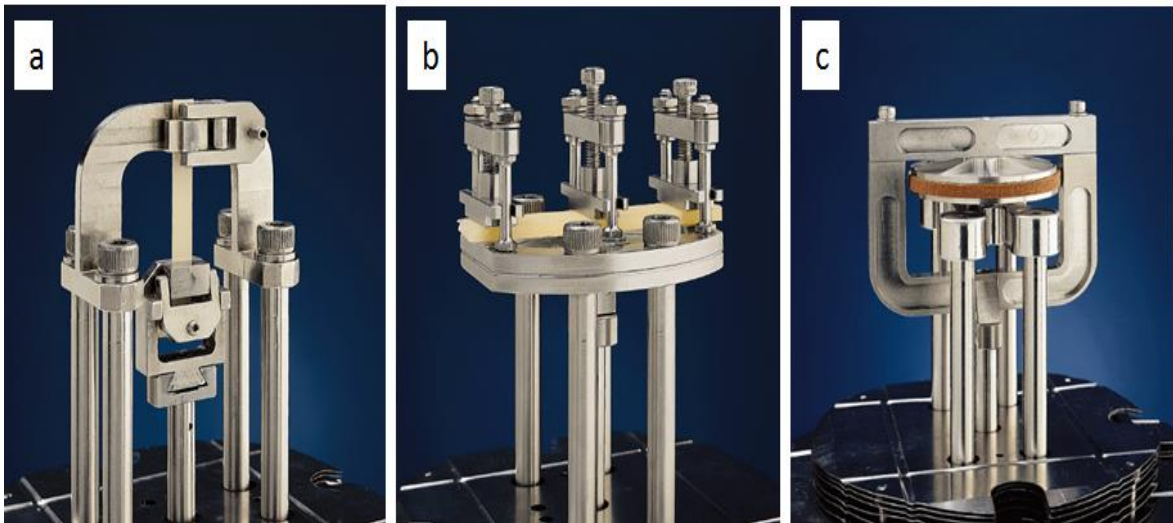
Esta prueba se realiza utilizando el Clamp de Tensión (**Figura 7a**) de acuerdo a las especificaciones que se presentan en el **Anexo F**. La prueba consiste en sujetar la muestra de dos mordazas una fija y una móvil, la cual realiza un esfuerzo de tipo axial hasta llevar al material a su máxima deformación y finalmente su fractura. Este fenómeno es presentado en una gráfica de esfuerzo vs deformación, que es posible observar mediante el software del equipo *TA Universal Analysis* ®. Los cálculos de las propiedades estudiadas mediante esta prueba y objeto de análisis en el diseño de experimentos se presentan en el **Anexo G**.

### 1.4.3. Caracterización Viscoelástica mediante estímulo dinámico.

Los análisis de tipo viscoelástico permiten conocer el comportamiento reológico del material expuesto a cargas de naturaleza oscilatoria con amplitud, frecuencia y rango de temperatura definidos, mostrando propiedades como: el Módulo de almacenamiento  $E'$ , el Módulo de pérdida  $E''$ , el Módulo Total  $E^*$  y la relación  $\tan \delta$  (**Anexo H**). Con el fin de conocer la variación de estas propiedades al aplicar en el material diferentes clases de esfuerzo, se realizan pruebas dinámicas de tensión, flexión y compresión, la nomenclatura usada para diferenciar cada muestra se presenta en el **Anexo E**.

**Figura 7.** Tipos de Clamps utilizados para pruebas de: a. Tensión b. Flexión c. Compresión

Fuente: TA Instruments



#### 1.4.3.1. Prueba de Tensión.

Esta prueba se realizó con el clamp de tensión (**Figura 7a**), siguiendo las especificaciones de la norma ASTM D5026-06 [21] y de acuerdo a las

condiciones de operación para el equipo que se observan en el **Anexo I**. Se sujeta la muestra rectangular de poliuretano con dimensiones de 20 x 2,8 x 1,8 mm de largo, ancho y espesor respectivamente de sus dos extremos a las mordazas del clamp, que aplica un esfuerzo axial oscilatorio, en un rango de temperatura de 40°C hasta 200°C a una rampa de calentamiento de 5°C/min.

#### **1.4.3.2. Prueba de Flexión.**

Se desarrolló utilizando el clamp de flexión (**Figura 7b**) de acuerdo a las condiciones que se observan en el **Anexo I** y siguiendo las especificaciones de la norma ASTM D5023-07 [22], esta prueba consiste en aplicar una fuerza oscilatoria perpendicular en la mitad de la superficie de una muestra rectangular de dimensiones 60 x 12,35 x 3,5 mm sujeta al clamp, en un rango de temperatura de 40°C hasta 200°C a una rampa de calentamiento de 5°C/min.

#### **1.4.3.3. Prueba de Compresión.**

Para la aplicación de esta prueba fue usado el Clamp de Compresión (**Figura 7c**) de acuerdo a las condiciones que se observan en el **Anexo I** y las especificaciones de la norma ASTM D5024-07 [23]. La prueba consiste en aplicar una fuerza oscilatoria perpendicular a la superficie de una muestra en forma de disco con 11,5 mm de diámetro y espesor de 3,5 mm ubicada entre 2 discos paralelos, en un rango de temperatura de 40°C hasta 200°C a una rampa de calentamiento de 5°C/min.

## 2. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

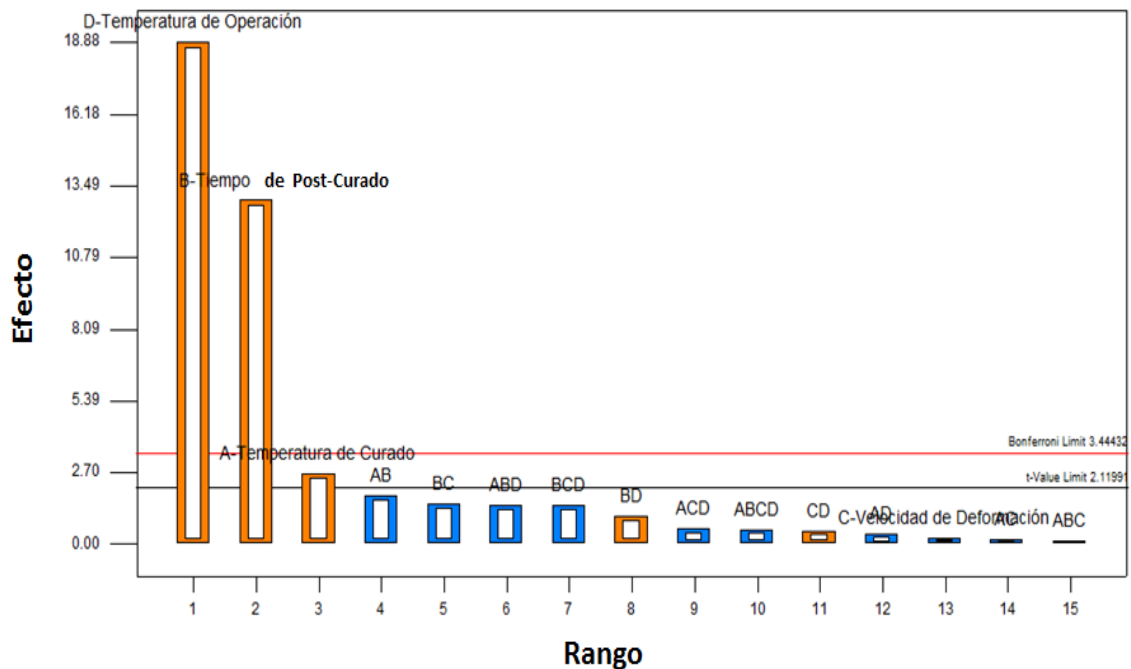
### 2.1 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA BAJO ESTÍMULO ESTÁTICO

Posterior al proceso de síntesis de los elastómeros de poliuretano, se realizaron pruebas de tensión evaluando la influencia de la velocidad de deformación, temperatura de operación del equipo, temperatura de curado y tiempo de post-curado del material.

#### 2.2.1 Prueba de Tensión.

Esta prueba se aplicó a las 16 muestras por duplicado de acuerdo a los factores y niveles planteados en el diseño experimental (**Tabla 1**). Los valores obtenidos del módulo de Young en cada prueba se exponen en el **Anexo J** donde se registran módulos en un rango de 7 a 16 MPa, estos datos se encuentran dentro del rango de resultados de los estudios reportados en la literatura para este tipo de polímero [10].

**Figura 8.** Diagrama de Pareto para Módulo de Young.

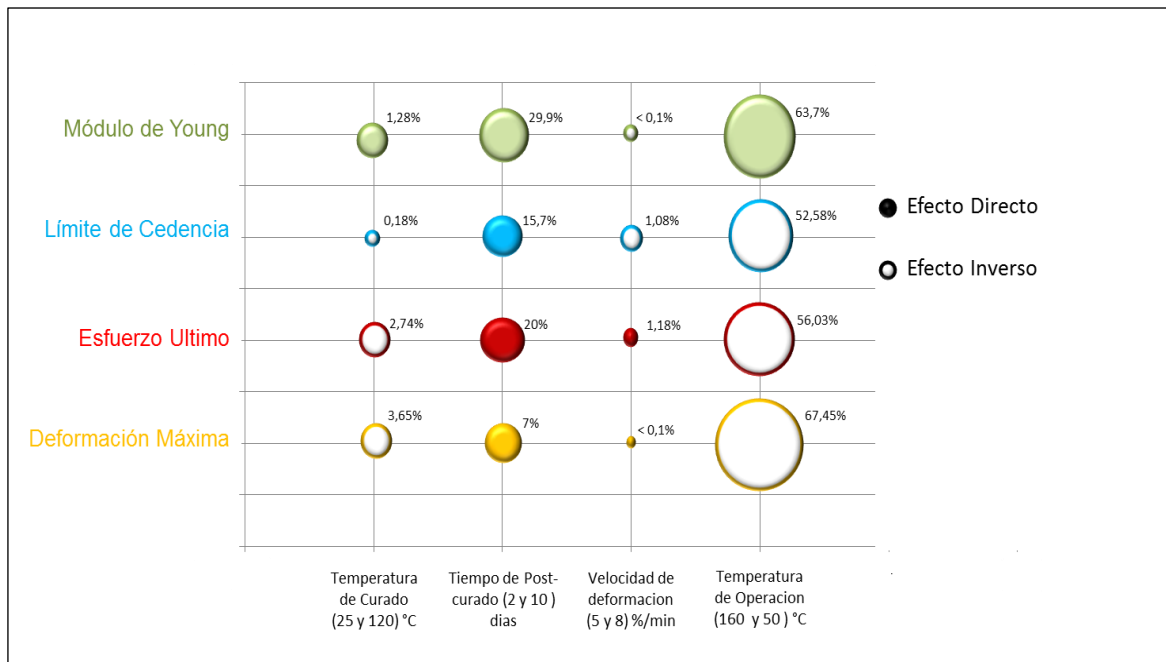


Con el fin de evaluar el nivel de significancia de cada uno de los factores propuestos en el diseño de experimentos, se realizó un tratamiento estadístico ANOVA a los valores obtenidos en esta prueba utilizando el software *Design Expert 9.0.4.*, en el diagrama de Pareto (**Figura 8**) se observa que la temperatura de operación y tiempo de post-curado influyen significativamente en la variable de respuesta con Valor P menor a 0,0001, de igual forma la temperatura de curado del poliuretano logra ser significativa pero en una proporción menor comparado con las anteriores (Valor P de 0,0167) su interacción correspondiente se observa en el **Anexo K**. Por otro lado la velocidad de deformación para el rango estudiado y las interacciones entre los factores no tienen un efecto significativo en el módulo de Young debido a que presentan un Valor P fuera del intervalo de confianza (0,05).

La temperatura de operación en el equipo DMA resulta ser la variable más significativa en este estudio, mostrando un incremento de 49,86% en el módulo de Young en el nivel alto (160°C) en comparación con el nivel bajo (50°C) según se muestra en el **Anexo L**. Esto se debe a que este poliuretano tiene un comportamiento típico de un polímero termoestable el cual presenta un aumento en la rigidez de su estructura influenciado por un aumento considerable en la temperatura, lo que finalmente ocasiona que los átomos presentes en la red polimérica se agrupen y no permitan la movilidad de las cadenas largas y flexibles aumentando la fragilidad y rigidez del material [8,24]. De igual forma se observa que el tiempo de post-curado del poliuretano es la segunda variable que afecta significativamente el módulo de Young, representando un incremento de 31,7% en la variable de respuesta a los 10 días en comparación a los 2 días de realizada la síntesis del poliuretano (**Anexo L**). Esto se presenta debido a que durante la etapa de curado y post curado del material, continúa la formación de grupos uretano que no se formaron durante la síntesis, dando lugar a un acomodamiento continuo de las moléculas dentro de la red polimérica [7,25], lo que conlleva a un aumento de los grupos uretano formando segmentos rígidos a lo largo de la red polimérica [8].

Con el fin de comprobar experimentalmente lo anterior se realizó una prueba de seguimiento (**Anexo M**) evaluando el módulo de Young del material trascurridos varios días de la síntesis, y se encontró un aumento directamente proporcional de la variable evaluada respecto al tiempo de post-curado hasta los 27 días, mostrando una disminución del incremento sin llegar a estabilizarse. La temperatura de curado ejerce un nivel de significancia de 5,8% a 120°C respecto al curado a 25°C (**Anexo L**) por lo cual se presume que curar el poliuretano a 160°C reduce el tiempo de curado en comparación de si se hiciera a 25 °C. Por último se observa que la velocidad de deformación no es una variable significativa para el rango de valores que se propuso en la presente investigación.

**Figura 9.** Contribución de las variables de estudio en el módulo de Young, límite de cedencia, esfuerzo y deformación máximas



Los valores obtenidos para el límite de cedencia, el esfuerzo y la deformación máxima se presentan en el **Anexo J**, de igual forma se evaluó la contribución de las variables objeto de estudio en las propiedades anteriormente nombradas como

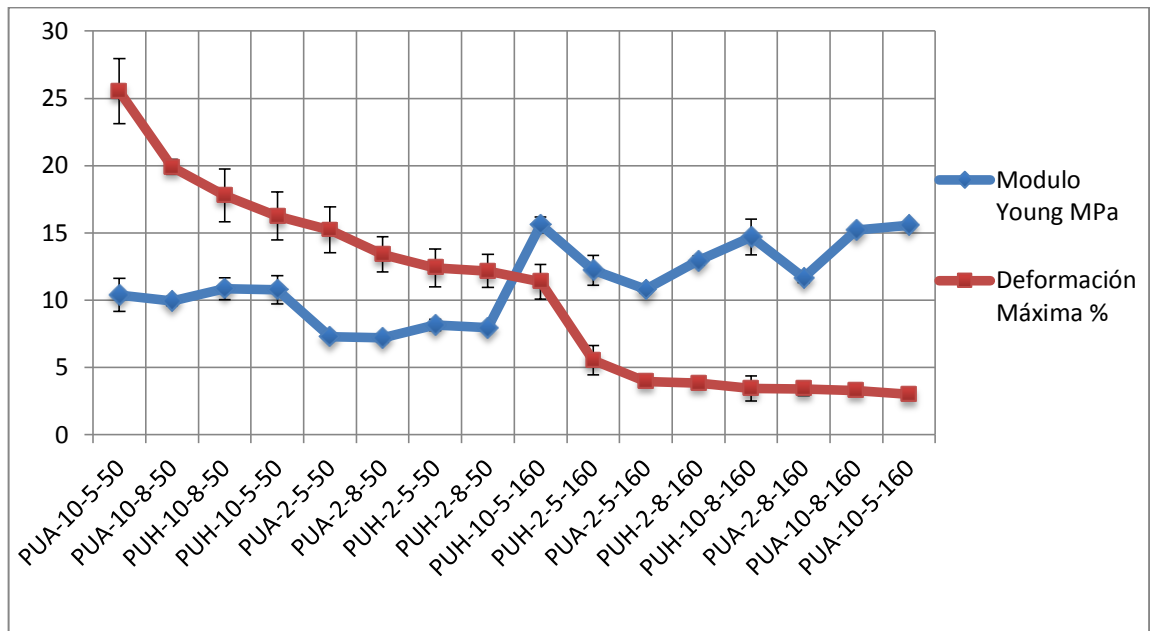
se presenta en la **Figura 9**, donde es posible observar que la temperatura de operación a la que es expuesto el poliuretano aporta la mayor contribución en las propiedades calculadas, además tiene un efecto inverso, esto indica que el nivel bajo en la temperatura de operación (50°C) representa un incremento en el límite de cedencia, el esfuerzo y la deformación máxima. Esto se debe a que los segmentos suaves de la macromolécula del elastómero presentan mayor movilidad a temperaturas bajas, de igual forma el tiempo de post-curado en el nivel alto influye significativamente en las variables de respuesta debido a que el poliuretano presenta mejor comportamiento mecánico en las pruebas realizadas a los 10 días después del proceso de síntesis, lo anterior se debe a que el poliuretano presenta una serie de reacciones colaterales durante la etapa de post-curado [7], en las que los grupos isocianato que no logran reaccionar con el polioliol, reaccionan con las moléculas de agua presente en la humedad del ambiente produciendo grupos amino y finalmente ureas que aumentan la densidad de entrecruzamiento del poliuretano y por consiguiente un aumento en la rigidez [13].

Respecto al esfuerzo último se puede observar que es inversamente proporcional a la temperatura de operación mostrando un incremento en el nivel más bajo (50°C) y directamente proporcional al tiempo de post-curado.

Por otro lado se presenta que el módulo de Young y la deformación máxima tienen comportamientos opuestos debido a que en los resultados obtenidos en el diseño experimental, se observa que obtener un alto módulo implica una baja deformación del poliuretano, influenciado fuertemente por la temperatura de operación y el tiempo de post-curado, esto se muestra con mayor detalle en la **Figura 10** donde se evidencian mayor deformabilidad a temperaturas bajas. La prueba PUA-10-5-50 se efectuó a una temperatura de operación de 50°C y presentó una deformación superior al 25% mientras que las pruebas PUA-2-5-160, PUH-2-8-160, PUA-10-5-160, PUA-2-8-160, PUH-10-8-160 y PUH-10-5-160 fueron elongadas a una temperatura de 160°C y no presentaron deformaciones

superiores al 5%, es decir, predominaron las deformaciones elásticas sobre las viscosas.

**Figura 10.** Valores obtenidos de % deformación máximo en Prueba de tensión Estática

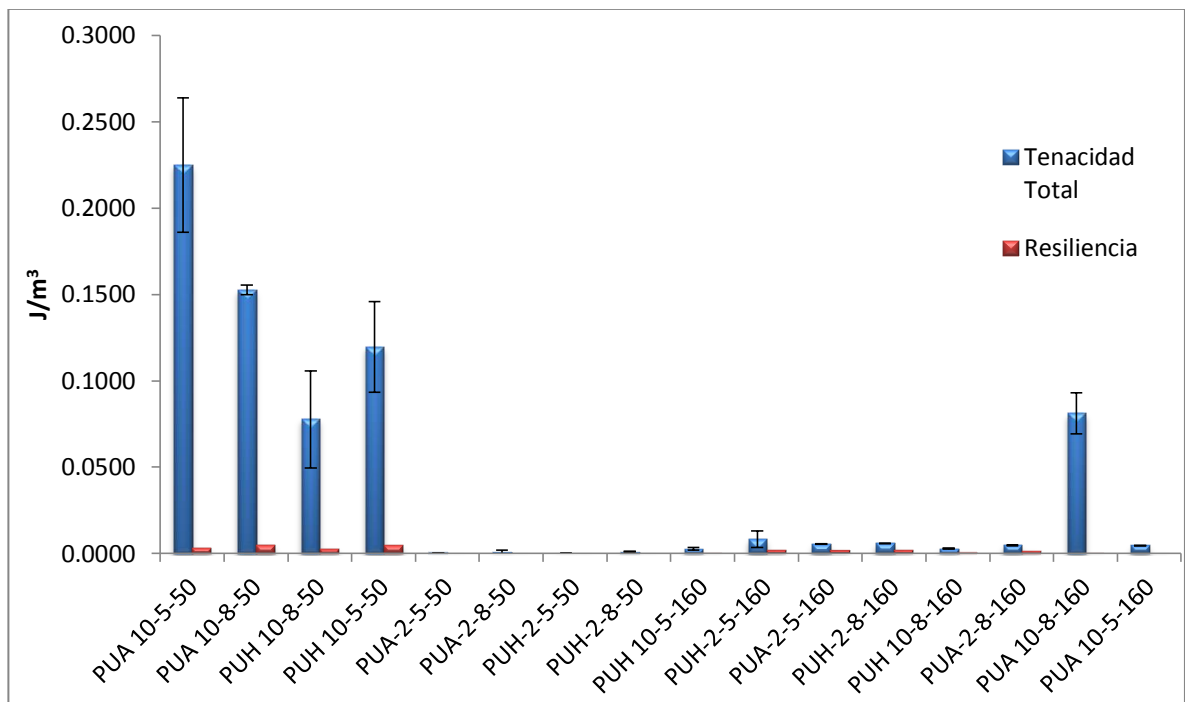


Esto ocurre, debido a que el poliuretano es un material termoestable [8,13] en el que su rigidez y fragilidad aumentan mientras que su capacidad de deformación disminuye. Por tal razón, para que el poliuretano estudiado sea capaz de soportar una deformación superior al 10% se debe exponer a una temperatura de trabajo igual o menor a 50°C.

La tenacidad total y la resiliencia se obtienen realizando los cálculos correspondientes (**ANEXO J**) y se presentan en la **Figura 11**. Se puede observar que la resiliencia promedio del poliuretano representa menos del 5% de la tenacidad total, razón por la cual el material es frágil en la zona elástica. De igual forma, se observa que las pruebas PUA-10-5-50, PUA-10-8-50, PUA-10-8-160, PUH-10-5-50 y PUH-10-5-50 con valores entre 0,2250 J/m<sup>3</sup> y 0,0812 J/m<sup>3</sup> se

destacan sobre las demás pruebas, debido a la baja temperatura de operación que se aplicó sobre las muestras se tienen mayores deformaciones máximas hasta el momento de la fractura y por consiguiente mayor energía acumulada hasta el momento de la fractura.

**Figura 11.** Valores calculados de Tenacidad en Prueba de tensión Estática.



Por otro lado las pruebas con temperaturas de operación altas presentaron valores de tenacidad y resiliencia de 0,0084 y 0,0020 J/m<sup>3</sup>. De acuerdo a como se mencionó anteriormente, a altas temperaturas, el poliuretano aumenta la fragilidad disminuyendo su capacidad de deformarse y finalmente reduciendo la energía total acumulada.

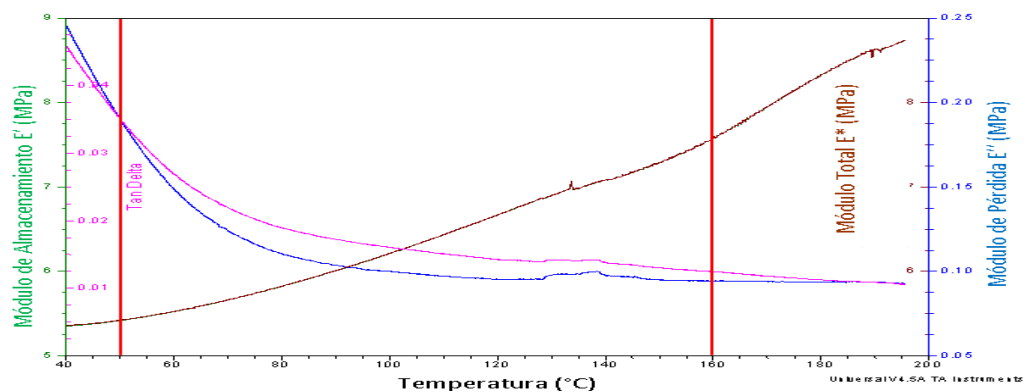
## 2.2. CARACTERIZACIÓN VISCOELÁSTICA BAJO ESTÍMULO DINÁMICO

La caracterización viscoelástica de los elastómeros de poliuretano se realizó aplicando cargas oscilatorias en pruebas de tensión, flexión y compresión, a 4 de las 16 muestras del diseño de experimentos, teniendo en cuenta las condiciones en las que se obtuvieron altos valores del módulo de Young en las pruebas de tensión bajo estímulo estático (temperatura de curado y tiempo de post-curado), usando la nomenclatura mostrada en el **Anexo E**.

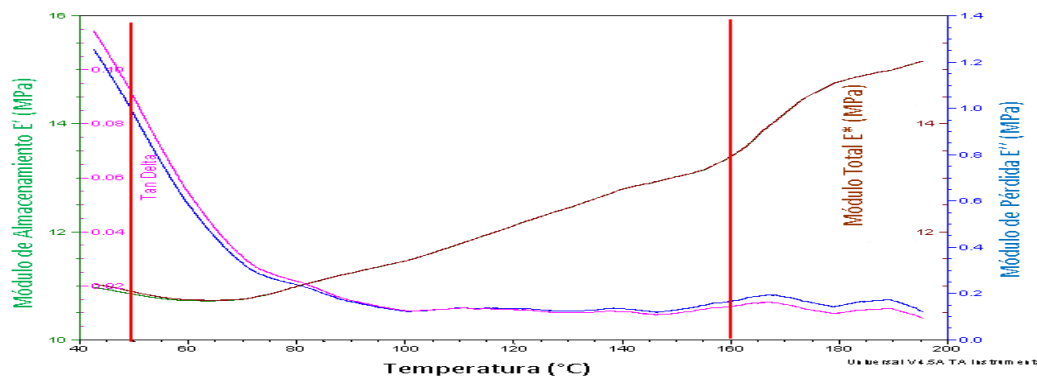
### 2.2.1 Prueba de Tensión

**Figura 12.** Prueba de Tensión Dinámica para Poliuretano

a) DPUH-2-0.1T y b) DPUH-10-0.1T



a)



b)

Esta prueba se efectuó para conocer la naturaleza viscoelástica del poliuretano además de encontrar similitudes y diferencias con las pruebas de tensión estática, en la **(Figura 12)** se exponen los resultados de las pruebas DPUH-2-0.1T y DPUH-10-0.1T en las que únicamente difiere el tiempo de post-curado (2 y 10 días). Se puede observar que el tiempo de post-curado aumenta significativamente las variables módulo de almacenamiento  $E'$ , módulo de pérdida  $E''$ , módulo de Total  $E^*$  y  $\tan \delta$  a lo largo del rango de temperatura evaluado.

En la zona de 40-50°C se puede observar que para las muestras DPUH-2-0.1T y DPUH-10-0.1T, presentan módulos de pérdida  $E''$  y  $\tan \delta$  con valores superiores en comparación a otro valor de temperatura, por lo cual se infiere que en este rango de temperatura se presenta una contribución máxima de la parte viscosa del material. Lo anterior es congruente con los altos valores de deformación que se reportaron a 50°C durante la aplicación de la prueba de tensión estática **(Figura 10)**.

En la zona que comprende los 160°C se reporta un aumento en el módulo de almacenamiento  $E'$  y una disminución considerable en el módulo de pérdida  $E''$  y por ende en el  $\tan \delta$ , en este orden de ideas se puede decir que predomina el comportamiento elástico, esto se debe a que el poliuretano a dicha temperatura registra el comportamiento típico de un polímero termoestable frágil. Los resultados de todas las pruebas se reportan en el **(Anexo N)**.

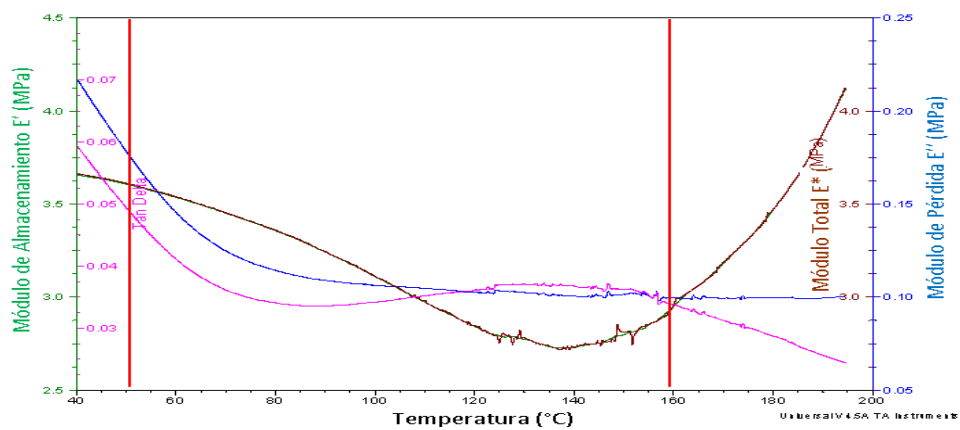
De acuerdo a la prueba de tensión dinámica realizada a DPUH-10-0.1T, se registran valores del módulo de almacenamiento  $E'$  de 10,88 MPa y 13,51 MPa a 50°C y 160°C respectivamente, encontrando que, estos son similares a los módulos de Young  $E$  obtenidos en la prueba de tensión estática en donde se presentan módulos de 10,86 y 14,58 MPa para PUH-10-8-50 y PUH-10-8-160 **(Figura 21)**. Valores obtenidos del Módulo de Young en Prueba de tensión Estática. Con base en lo anterior, se puede afirmar que para este tipo de

poliuretano el módulo de almacenamiento es idealmente equivalente al módulo de Young debido a que predomina la parte elástica sobre la parte viscosa [16].

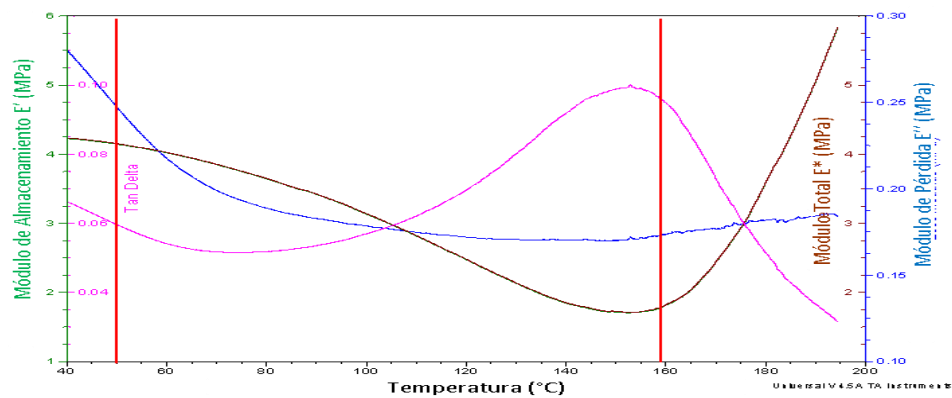
### 2.2.2. Prueba de Flexión.

Esta prueba se aplicó con el fin de evidenciar el comportamiento de los elastómeros de poliuretano sometido a esfuerzos oscilatorios que fueron aplicados en la mitad de las muestras en dirección perpendicular a la superficie de las mismas.

**Figura 13.** Prueba de Flexión Dinámica para Poliuretano  
a) DPUH-2-0.1F y b) DPUH-10-0.1F



a)



b)

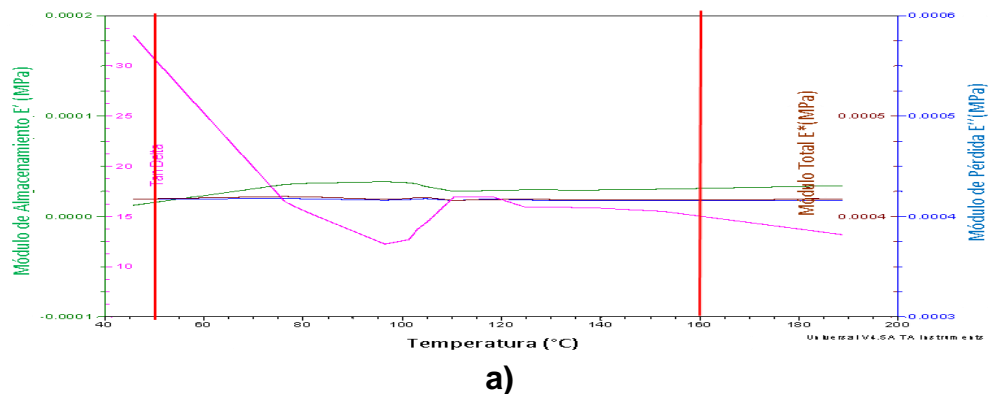
En la **Figura 13**, se presentan los resultados de las pruebas DPUH-2-0.1F y DPUH-10-0.1F en los que solo difiere el tiempo de post-curado (2 y 10 días). Se

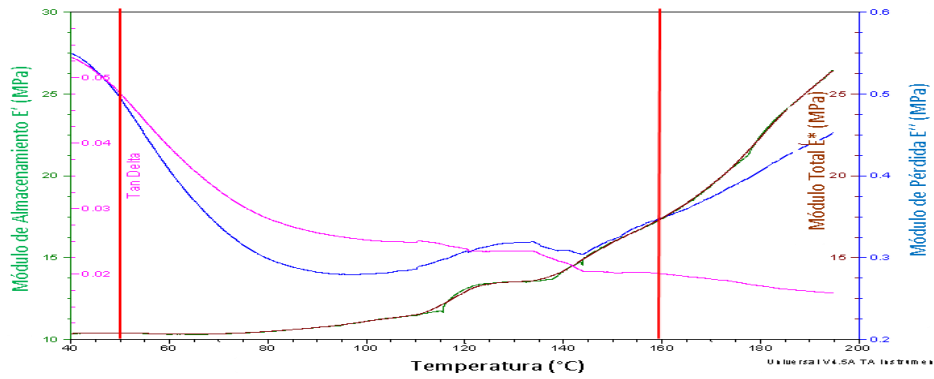
infiere que el Módulo de pérdida  $E''$  y  $\text{Tan } \delta$  son inversamente proporcionales al tiempo de post-curado en el rango de temperatura evaluado. Esto ocurre, debido a que la cinética de la reacción de polimerización es muy lenta y durante el tiempo de post-curado se presentan acomodamientos continuos de la macromolécula principalmente por los segmentos rígidos constituidos por los grupos uretano y el MDI, aumentando la densidad de entrecruzamiento y por consiguiente un aumento en la rigidez del poliuretano [16].

Se hace evidente que el módulo de almacenamiento  $E'$  representa una gran parte del módulo total  $E^*$  debido a que registran el mismo comportamiento en las dos pruebas presentadas en la anterior figura. Por otro lado el módulo de pérdida  $E''$  representa una disminución prolongada a medida que incrementa la temperatura de las muestras. Por lo cual se hace más evidente su carácter elástico sobre el viscoso impidiendo la disipación de carga aplicada. La relación entre  $E''$  y  $E'$  conocida como  $\text{Tan } \delta$  presenta máximos en el rango de 140 a 160°C influenciado por una disminución en  $E'$  y un aumento en  $E''$  por consiguiente su capacidad óptima de disipar carga se encuentra en el rango de temperatura anteriormente mencionado.

### 2.2.2. Prueba de Compresión.

**Figura 14.** Prueba de Compresión Dinámica para Poliuretano  
**a) DPUH-2-0.1C y b) DPUH-10-0.1C**





b)

El desarrollo de esta prueba permite conocer el comportamiento de las variables que determinan el comportamiento viscoelástico del Poliuretano sintetizado ( $E^*$ ,  $E'$ ,  $E''$  y  $\text{Tan } \delta$ ). Consiste en aplicar una carga oscilatoria a una muestra en forma de disco. En la **Figura 14** se muestran los resultados de las pruebas DPUH-2-0.1C y DPUH-10-0.1C en los que varían el tiempo de post-curado (2 y 10 días). Se evidencia que el tiempo de post-curado afecta de forma positiva cada una de las propiedades viscoelásticas anteriormente mencionadas a lo largo del rango de temperatura evaluado.

Para la prueba DPUH-10-0.1C **Figura 14a** se presentan módulos de almacenamiento  $E'$  de 10,40 MPa y 17,41 MPa a 50°C y 160°C respectivamente, mientras que los módulos de pérdida  $E''$  son de 0,49 MPa y 0,38 MPa para las mismas temperaturas; de acuerdo a lo anterior se puede afirmar: Primero, la naturaleza elástica del poliuretano predomina sobre la viscosa a cualquier temperatura, segundo, aunque el módulo de Pérdida  $E''$  presenta valores relativamente bajos, estos se presentan con mayor intensidad a temperaturas entre 40° y 60°C, lo anterior se ratifica con los valores de  $\text{Tan } \delta$  registrados para el mismo rango de temperatura.

Respecto al módulo Total  $E^*$ , se observa que está altamente predominado por la componente elástica del material presentando un comportamiento similar al módulo de almacenamiento  $E'$  entre 40°C y 200°C, lo anterior indica que el

poliuretano presenta gran capacidad de acumular y reflejar cargas mecánicas llegando a disipar una mínima cantidad de la misma.

La temperatura de operación representa un efecto directo sobre el módulo de almacenamiento  $E'$  y ejerce un efecto inverso sobre el módulo de pérdida  $E''$ , debido a que el poliuretano es un material termoestable en el que las moléculas de ácido ricinoleico que conforman los segmentos flexibles presentan una reducción en la movilidad, producida por el reagrupamiento de los segmentos rígidos al experimentar un incremento en la temperatura [16].

### 3. CONCLUSIONES

Se realizó una metodología para caracterizar de forma mecánica y viscoelástica materiales poliméricos y compuestos mediante Análisis Mecánico Diferencial, aplicado a poliuretano sintetizado usando aceite de ricino como polioliol por medio de reacciones de poli adición con MDI polimérico. Además se logró determinar la influencia que tienen variables como la historia térmica y de operación en las propiedades finales del material.

Se efectuaron pruebas de tensión estáticas y dinámicas con el fin de determinar su naturaleza mecánica y viscoelástica, en las que se evidenció que un aumento en el tiempo de post-curado y la temperatura de operación afectan de forma positiva la rigidez del material limitando su capacidad de elongación.

De igual forma se evaluó la respuesta del poliuretano en pruebas de tensión, flexión y compresión con cargas oscilatorias en las que predominó el carácter elástico en el rango de temperatura estudiado, comportamiento típico de un polímero termoestable.

#### **4. RECOMENDACIONES**

Efectuar un estudio que comprenda un rango más amplio para la velocidad de deformación para determinar experimentalmente si esta variable afecta o no el desempeño mecánico y viscoelástico del este tipo de polímero.

Determinar las propiedades que complementan el comportamiento reológico del poliuretano como la viscosidad dinámica y compararlos con métodos de análisis tradicionales como reómetros.

Realizar investigaciones que involucren la caracterización mecánica y viscoelástica en otro tipo de materiales poliméricos y compuestos, para comparar cada una de las variables evaluadas en la presente investigación.

Determinar la posible aplicación industrial del poliuretano sintetizado comparando sus propiedades con las de polímeros comerciales.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. VALERO, Manuel., et al., *Biopolímeros: Avances y perspectivas*. Dyna, 2013. **80** (181): p. 171-180.
2. GIL, Angélica., *Poliuretanos degradables a partir de aceite de higuera*. Scientia et Technica Año XIII, 2007. **36**: p.1-6.
3. CUÉLLAR, Mónica y RIVAS, Ana., *El uso del aceite de palma en la producción de poliuretanos*. Revista Palmas, 2004. **25** (I): p. 422-425.
4. SHARMA, Vinay, and KUNDU P., *Addition polymers from natural oils – A review*. Progress in Polymer Science, 2006. **31**: p. 983-1008.
5. GÜNER, S. F., et al., *Polymers from triglycerid oils*. Progress in Polymer Science, 2006. **31**: p. 633-670.
6. CHATTOPADHYAY D., and RAJU K., *Structural engineering of polyurethane coatings for high performance applications*. Progress in Polymer Science, 2007. **32**: p. 352-418.
7. PRISACARIU, Cristina and AGHERGHINEI., Ion. *Reactions in solid state within polyurethanes. Kinetics and post-cure reaction mechanism in casting polyurethane elastomers*. Journal of Macromolecular Science, Part A: Pure and Applied Chemistry, 2000. **37**(7), p 785-806.
8. PRISACARIU, Cristina., *Polyurethane Elastomers from Morphology Aspects*. Springer Science & Business Media, Austria. 2011, **21**: 276 p.
9. ODIAN, George., *Principles of Polymerization*. Fourth Edition. A Jhon Wiley & Sons, inc., 2004, 812 p.
10. OPREA, Stefan., *Synthesis and Properties of Polyurethane of Polyurethane Elastomers with Castor Oil as Crosslinker*. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2010. **87**(3): p. 313-320.

11. ASKELAND, Donald., and PHULÉ., Pradeep. *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. 4ta Edición. México D.F.: International Thompson Editores S.A., 2004. 962p.
12. VEGA, José., et al., *Síntesis y caracterización de redes elastoméricas de poliuretano (EPU) utilizado en la elaboración de calzado. I. Estudio de la relación estructura-propiedad*. Revista Iberoamericana de Polímeros. 2006. **7**(2), p 99-112.
13. PATEL, Hemul., *Soya Based Polyurethane: Dynamic Mechanical Characterization*. *Polymers from Renewable Resources*. 2010. **1** (1). 57-67 p.
14. MENARD, Hevin., *Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction*. 2da. Edición. Londres.: Taylor & Francis Group. 2008, 203 p.
15. TROVATI, Graziella et al., *Rigid and semi rigid polyurethane resins A structural investigation using DMA, SAXS and Le Bail method*. *Journal Of Molecular Structure*, 2014. (1075): p. 589-593.
16. VALERO, Manuel., et al., *Relación estructura-propiedades de poliuretanos obtenidos a partir de recursos renovables*. Revista Iberoamericana de Polímeros, 2007. **8** (3): p 203-217.
17. GARCÍA, Aron y MACHADO, Leonardo., *Evaluación del comportamiento físico mecánico de un PU reforzado, producido a partir de aceite de ricino, y su competitividad técnica como material de aplicabilidad industrial*. Trabajo de Grado Ingeniero Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2013. 83p.
18. TA INSTRUMENTS. *Getting Started Guide*. New Castle, 2007. 74 p.
19. ASTM, international. *Standard practice for plastics: Dynamical mechanical properties: Determination and Report of Procedures*. D4065-12. United States of America. 2012. 7 p.
20. TA INSTRUMENTS. *DMA Q800 Specifications*. New Castle, 2010. 95 p.

21. ASTM, international. *Standard Test Method for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: in Tension*. D5026-06. United States of America. 2014. 4 p.
22. ASTM, international. *Standard Test Method for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: in Flexure (Three Point Bending)*. D5023-07. United States of America. 2007. 4 p.
23. ASTM, international. *Standard Test Method for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: in Compression*. D5024-07. United States of America. 2007. 4 p.
24. HABLOT, Elodie., et al., *Polyurethanes Based on Castor Oil: Kinetics, Chemical, Mechanical and Thermal Properties*. *Macromolecular Materials and Engineering*, 2008. **293**(1): p 922-929.
25. PRISACARIU, Cristina., et al., *New Insights into Polyurethane Elastomers Obtained by Changing the Polyaddition Procedures*. *Proceedings of the World Congress on Engineering*, 2011. **3**(1): p. 978-988.
26. SEYMOUR, R B. and CANTAHHER, C E, *Introducción a la Química de los Polímeros*. 1ª. Edición. España: Reverté Editores S.A., 1995. 715p.

## BIBLIOGRAFÍA

ASKELAND, Donald., and PHULÉ., Pradeep. *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. 4ta Edición. México D.F.: International Thompson Editores S.A., 2004. 962p.

ASTM, international. *Standard practice for plastics: Dynamical mechanical properties: Determination and Report of Procedures*. D4065-12. United States of America. 2012. 7 p.

ASTM, international. *Standard Test Method for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: in Tension*. D5026-06. United States of America. 2014. 4 p.

ASTM, international. *Standard Test Method for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: in Flexure (Three Point Bending)*. D5023-07. United States of America. 2007. 4 p.

ASTM, international. *Standard Test Method for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: in Compression*. D5024-07. United States of America. 2007. 4 p.

CHATTOPADHYAY D., and RAJU K., *Structural engineering of polyurethane coatings for high performance applications*. Progress in Polymer Science, 2007. **32**: p. 352-418.

CUÉLLAR, Mónica y RIVAS, Ana., *El uso del aceite de palma en la producción de poliuretanos*. Revista Palmas, 2004. **25** (I): p. 422-425.

GARCÍA, Aron y MACHADO, Leonardo., *Evaluación del comportamiento físico mecánico de un PU reforzado, producido a partir de aceite de ricino, y su competitividad técnica como material de aplicabilidad industrial*. Trabajo de Grado Ingeniero Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2013. 83p.

GIL, Angélica., *Poliuretanos degradables a partir de aceite de higuera*. Scientia et Technica Año XIII, 2007. **36**: p.1-6.

GÜNER, S. F., et al., *Polymers from triglycerid oils*. Progress in Polymer Science, 2006. **31**: p. 633-670.

HABLOT, Elodie., et al., *Polyurethanes Based on Castor Oil: Kinetics, Chemical, Mechanical and Thermal Properties*. Macromolecular Materials and Engineering, 2008. **293**(1): p 922-929.

MENARD, Hevin., *Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction*. 2da. Edición. Londres.: Taylor & Francis Group. 2008, 203 p.

ODIAN, George., *Principles of Polymerization*. Fourth Edition. A Jhon Wiley & Sons, inc., 2004, 812 p.

OPREA, Stefan., *Synthesis and Properties of Polyurethane of Polyurethane Elastomers with Castor Oil as Crosslinker*. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2010. **87**(3): p. 313-320.

PATEL, Hemul., *Soya Based Polyurethane: Dynamic Mechanical Characterization. Polymers from Renewable Resources*. 2010. **1** (1). 57-67 p.

PRISACARIU, Cristina and AGHERGHINEI., Ion. *Reactions in solid state within polyurethanes. Kinetics and post-cure reaction mechanism in casting polyurethane elastomers*. Journal of Macromolecular Science, Part A: Pure and Applied Chemistry, 2000. **37**(7), p 785-806.

PRISACARIU, Cristina., et al., *New Insights into Polyurethane Elastomers Obtained by Changing the Polyaddition Procedures*. Proceedings of the World Congress on Engineering, 2011. **3**(1): p. 978-988.

PRISACARIU, Cristina., *Polyurethane Elastomers from Morphology Aspects*. Springer Science & Business Media, Austria. 2011, **21**: 276 p.

SEYMOUR, R B. and CANTAHAR, C E, *Introducción a la Química de los Polímeros*. 1ª. Edición. España: Reverté Editores S.A., 1995. 715p.

SHARMA, Vinay, and KUNDU P., *Addition polymers from natural oils – A review*. Progress in Polymer Science, 2006. **31**: p. 983-1008.

TA INSTRUMENTS. *DMA Q800 Specifications*. New Castle, 2010. 95 p.

TA INSTRUMENTS. *Getting Started Guide*. New Castle, 2007. 74 p.

TROVATI, Graziella et al., *Rigid and semi rigid polyurethane resins A structural investigation using DMA, SAXS and Le Bail method*. Journal Of Molecular Structure, 2014. (1075): p. 589-593.

VALERO, Manuel., et al., *Biopolímeros: Avances y perspectivas*. Dyna, 2013. **80** (181): p. 171-180.

VALERO, Manuel., et al., *Relación estructura-propiedades de poliuretanos obtenidos a partir de recursos renovables*. Revista Iberoamericana de Polímeros, 2007. **8** (3): p 203-217.

VEGA, José., et al., *Síntesis y caracterización de redes elastoméricas de poliuretano (EPU) utilizado en la elaboración de calzado. I. Estudio de la relación estructura-propiedad*. Revista Iberoamericana de Polímeros. 2006. **7**(2), p 99-112.

## ANEXOS

### Anexo A. Propiedades fisicoquímicas de los reactivos.

**Tabla 2.** Propiedades Fisicoquímicas Aceite de Ricino

Aceite de Ricino (Laboratorios León) Grado USP	
Índice de Hidroxilo (mg KOH/g aceite)	160
Índice de Acidez (mg KOH/g aceite)	2,33
Densidad (kg/m <sup>3</sup> )	968
Punto de inflamación (°C)	255-300
Solubilidad en agua	insoluble

**Tabla 3.** Propiedades Fisicoquímicas MDI Diisocianato

Rubinate 5005 MDI (Laboratorios HUNSTMAN)	
Funcionalidad aprox.	2,7
Peso equivalente	133
Peso molecular promedio (g/mol)	340
Acidez (ppm HCl)	50-250
Viscosidad (25°C) cPs	170-250
Gravedad Especifica (25°C)	1,23
Punto de Inflamación (°C)	218
Presión de vapor a 25°C mmHg	1x10

## Anexo B. Cálculo de las Cantidades Estequiométricas de Polioliol y MDI.

Mediante estudios anteriores por parte del Grupo de Investigación en Polímeros GIP de la UIS, se realizaron estudios para determinar la cantidad de reactivo a utilizar en base a la funcionalidad del polioliol.

### Cálculo de relación estequiométrica NCO/OH

$$\frac{NCO}{OH} = \frac{\text{moles de NCO}}{\text{moles de OH}}$$

Para el cálculo de la cantidad de moles de OH:

$$\text{moles de OH} = \frac{g \text{ de polioliol} * 1H \left( mg \text{ de } \frac{KOH}{g \text{ de polioliol}} \right)}{1000 * 56,1g \text{ de } \frac{KOH}{mol}}$$

Donde IH se refiere al índice de hidroxilo del polioliol según el Anexo A es 160 mg KOH/g aceite.

Para el cálculo de la cantidad de moles del grupo isocianato NCO se tiene

$$\text{moles de NCO} = \frac{g \text{ de isocianato} * \text{funcionalidad}}{\text{peso molecular del isocianato} \frac{g}{mol}}$$

En el Anexo A se tiene que el peso molecular del isocianato es de 340 g/mol y su funcionalidad es aproximadamente 2,7.

## Anexo C. Procedimiento de Síntesis de Elastómeros de Poliuretano

Los ítems 1 y 2 se refieren al pre-tratamiento del Polioli (Aceite de Ricino).


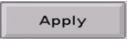

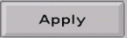

1. Rotaevaporar cada uno los reactivos a utilizar bajo las siguientes condiciones:

**Tabla 4.** Condiciones de rotoevaporación para los reactivos

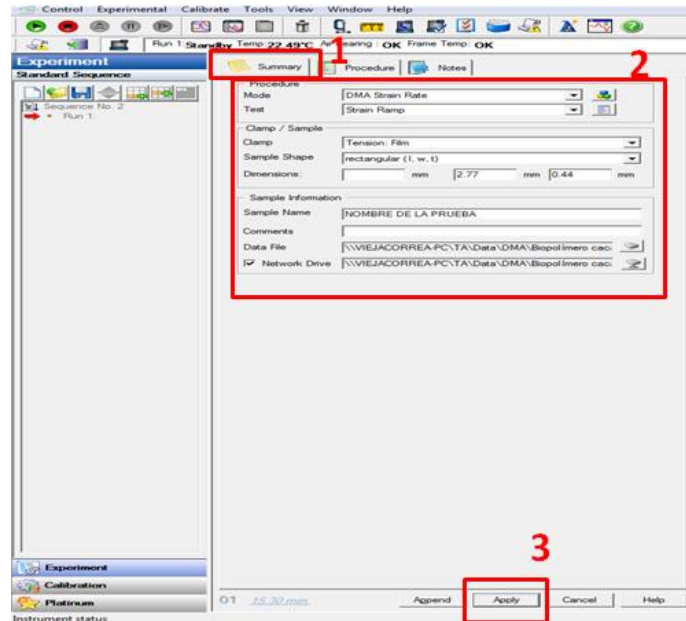
REACTIVO	TEMPERATURA (°C)	PRESIÓN (mmHg)	TIEMPO (min)
Aceite de Ricino	80	80	30
Isocianato MDI	80	80	90

2. Adicionar el Aceite de Ricino en un reactor de vidrio de 250 ml junto con un agitador magnético.
3. Tapar el reactor con un corcho el cual tiene una llave de paso y un ducto de conexión para el vacío generado por una bomba centrífuga a 650 mmHg.
4. Calentar el aceite a una temperatura de 80° en un baño de aceite mineral y una agitación constante de 750 rpm por medio de una plancha de calentamiento durante un periodo de 15 minutos.
5. Posterior a los 15 minutos, se debe agregarse inmediatamente el MDI al reactor por medio de una llave de paso ubicada en la tapa del reactor y esperar que se produzca la reacción por 2 minutos.
6. Finalmente desconectar la manguera de vacío y extraer con cuidado el reactor de la plancha de calentamiento.
7. Retirar la tapa del reactor y depositar el contenido del mismo en un molde de acrílico en el que se llevara el proceso de curado del poliuretano.
8. El proceso de curado se llevó a cabo de dos formas: una a temperatura ambiente (25°C) y a otra a 120°C.
9. Para extraer las probetas se retira con mucho cuidado el contenido de los moldes y así obtener elastómeros con la geometría específica para las pruebas de caracterización.

## Anexo D. Montaje de la muestra en DMA

1. Antes de montar la muestra debe hacerse una inspección visual y es necesario hacer un registro fotográfico por medio de un estereoscopio con el fin de detectar posibles fallas que no se observan a simple vista, como creación de micro burbujas o no homogeneidad del material, los cuales se conviertan en puntos concentradores de esfuerzos que ocasionen resultados no deseados.
2. Abrir el horno del equipo: **ABRIR EL HORNO**  >> **APPLY** 
3. Tomar las medidas de ancho y espesor de la muestra con el calibrador, según el tipo prueba.
4. Montar la muestra sujetando la parte inferior de la pinza móvil evitando que la muestra quede en contacto con el tornillo asegurador.
5. Ajustar manualmente la longitud de la muestra realizando movimientos verticales hacia arriba y hacia abajo en la pinza móvil hasta obtener una longitud entre 15-20 mm según las especificaciones del fabricante para el clamp de tensión. Al tener la longitud deseada para la prueba se realiza el bloqueo de la pinza móvil **BLOQUEAR**  >> **APPLY**  y se lee el valor de la longitud utilizando el botón **MEASURE**  en la pantalla táctil del equipo DMA.
6. Ingresar la siguiente información en el ordenador, dirigiéndose a la pestaña **SUMMARY** como se muestra en la (**Figura 15**. Condiciones de operación **en la pestaña SUMMARY** del software en el ordenador.

**Figura 15.** Condiciones de operación en la pestaña SUMMARY del software en el ordenador.



- **Modo:** Strain Rate
- **Test:** Strain Ramp
- **Clamp:** Tensión: Film
- **Sample shape (Forma de la muestra):** Rectangular (l,w,t)
- **Dimensions:** ingresar las dimensiones de la muestra (Largo, ancho y espesor).
- Asignar un nombre a la prueba y seleccionar la ruta de destino de la prueba en:

Disco C → TA → Data → DMA → CREAR NUEVA CARPETA → Asignar nombre a la carpeta, a continuación dar clic en **APPLY**

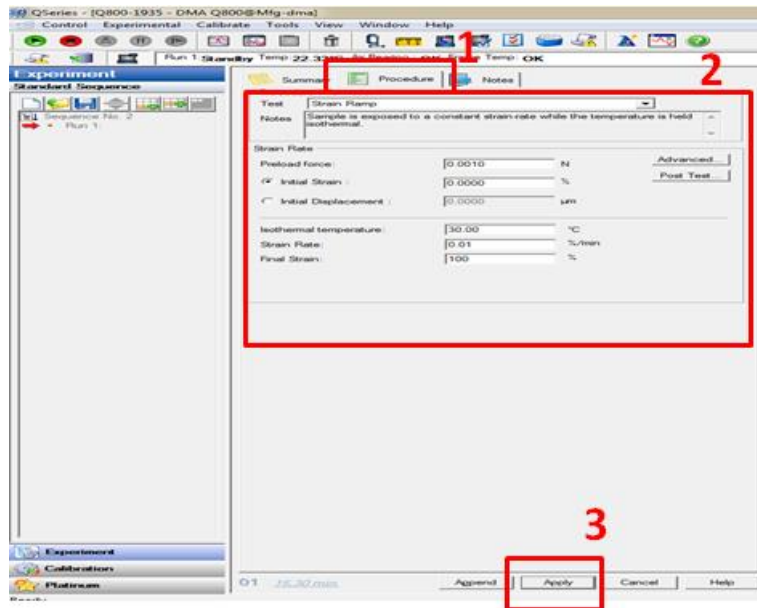
Ruta:

\\VIEJACORREA

PC\TA\Data\DMA\Nombredelacarpeta\Nombredelaprueba

7. Ingresar la siguiente información en el ordenador, dirigiéndose a la pestaña **PROCEDURE** como se muestra en la (**Figura 16**):

**Figura 16.** Condiciones de operación en la pestaña PROCEDURE del software en el ordenador



- **Test:** Strain Ramp

Parámetros ajustables según las condiciones de la prueba

- **Preload Force:** Precarga 0.001 N.
- **Initial Strain:** Deformación inicial 0 %.
- **Initial displacement: Desplazamiento inicial:** 0 µm.
- **Temperatura isotérmica:** 30°C.
- **Strain Rate:** Velocidad de deformación en (%/min).
- **Final Strain:** Deformación final: 100%

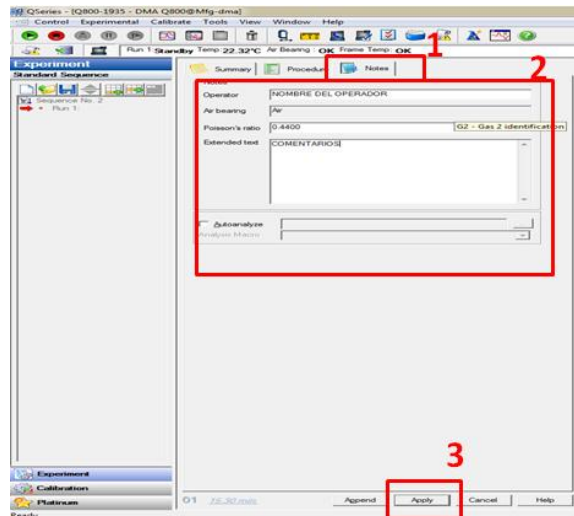
8. Dirigiéndose a la pestaña **NOTES** es necesario ingresar el nombre del operador, el tipo de suministro que para este caso es **AIRE** y comentarios extras a decisión del operador, como se muestra en la (


9.


10.

11. Figura 17).

**Figura 17.** Condiciones de operación en la pestaña NOTES del software en el ordenador



12.  Antes de cerrar el horno es necesario asegurarse de que la termocupla quede en medio de las dos abrazaderas y cerca de la muestra pero sin tocarla.

13.  Debe revisar que el horno abra y cierre efectivamente para evitar inconvenientes físicos, como que el horno se bloquee con el poste móvil.

14. **CERRAR EL HORNO** pulsando el botón  en la pantalla táctil del equipo DMA y luego >> **APPLY** 

15. En la pantalla del ordenador Dar clic derecho en **RUN** y seleccionar la opción **RESET ALL AND START RUN** para iniciar la prueba.

## Anexo E. Nomenclatura usada para pruebas estáticas y dinámicas

Figura 18. Nomenclatura usada en pruebas con estímulo estático.

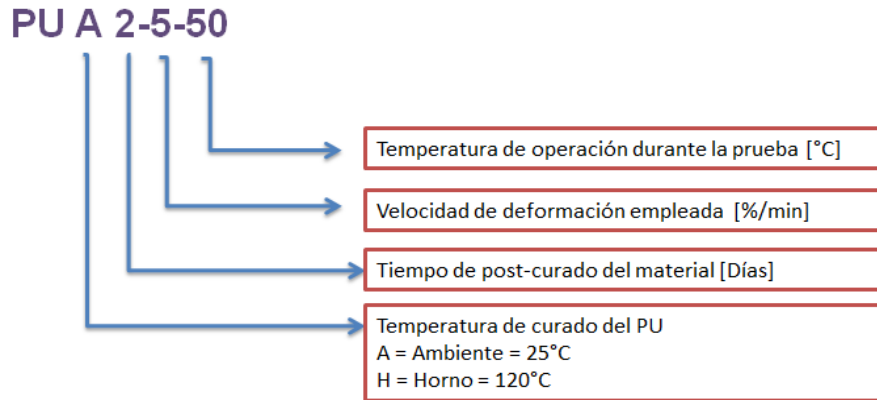
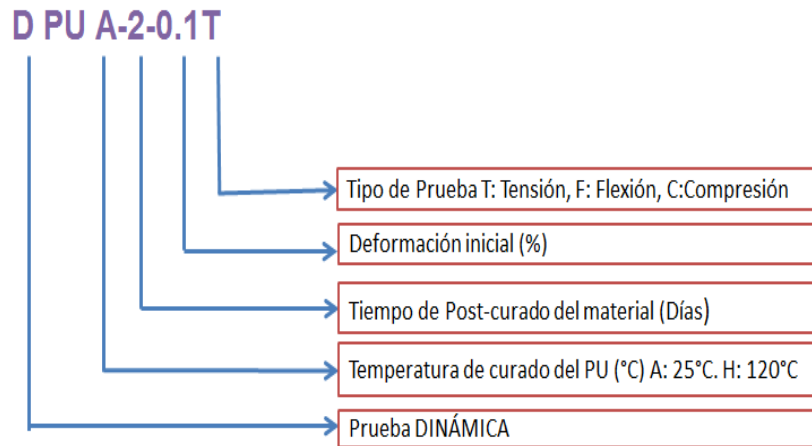


Figura 19. Nomenclatura usada en pruebas con estímulo dinámico.



## Anexo F. Condiciones de Operación Pruebas Estáticas en Equipo DMA

**Tabla 5.** Condiciones de Operación DMA en Prueba de Tensión Estática

Clamp	Tension Film
Mode	DMA Strain Rate
Test	Strain Ramp
Sample Shape	Rectangular (l,w,t)
Dimensions	20x2.8x1.8 mm
Preload Force	0.001 N
Initial Strain	0%
Final Strain	100%
Isothermal Temperature	50°C y 160°C
Strain Rate	5%/min ó 8%/min

## Anexo G. Cálculo de las propiedades mecánicas obtenidas en la prueba de tensión bajo estímulo estático

El **Módulo de Young** es posible calcularlo mediante la relación entre el esfuerzo aplicado y la deformación unitaria en la región lineal de la curva generada durante la prueba, **Ecuación 1**.

$$\text{Módulo de Young } E = \frac{\text{Esfuerzo aplicado (MPa)}}{\text{Deformación unitaria}} \quad \text{Ecuación 1}$$

El **límite de cedencia** se calcula empleando el método ingenieril convencional, el cual consiste en desplazar 0,2% la pendiente calculada en la ecuación 1 e intersectándola con la curva generada en la prueba y finalmente leer el valor del esfuerzo correspondiente en el eje Y.

Matemáticamente la **tenacidad** se define como el área bajo la curva generada por la curva Esfuerzo-Deformación hasta la fractura del material, o de acuerdo a la siguiente expresión:

$$\int_{\varepsilon_0}^{\varepsilon} \sigma(\varepsilon) d\varepsilon$$

Dónde:

$\varepsilon_0$  = Deformación inicial.

$\varepsilon$  = Deformación final.

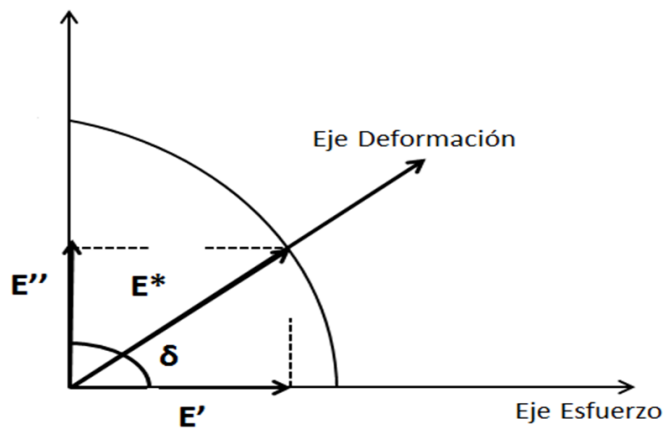
$\sigma(\varepsilon)$  = Esfuerzo aplicado en función de la deformación unitaria.

$d\varepsilon$  = incremento deformación.

La **Resiliencia** al igual que la tenacidad se representa como la energía por unidad de volumen hasta el límite elástico.

### Anexo H. Representación gráfica y ecuaciones de las propiedades viscoelásticas

**Figura 20.** Componentes Viscoelásticas del Poliuretano  
Fuente: [16]



$$E' = E^* \cdot \cos\delta$$

$$E'' = E^* \cdot \sin\delta$$

$$E^* = E' + iE''$$

$$|E^*| = \sqrt{E'^2 + E''^2}$$

$$\tan\delta = \frac{E''}{E'}$$

## Anexo I. Condiciones de Operación Pruebas Dinámicas en Equipo DMA

**Tabla 6.** Condiciones de Operación DMA en Pruebas de Tensión Dinámica

Clamp	Tension Film
Mode	DMA Multifrequency Strain
Test	Temp. Ramp/Freq. Sweep
Sample	Rectangular (l,w,t)
Dimensions	20x2,8x1,8 mm
Strain	0.10%
Preload Force	0,01 N
Force Track	125%
Soak time	5 min
Initial Temp.	50°C
Final Temp	200°C
Ramp Rate	5°C/min
Frequency	1 Hz

**Tabla 7.** Condiciones de Operación DMA en Prueba de Flexión Dinámica.

Clamp	Dual Cantilever
Mode	DMA Multifrequency Strain
Test	Temp. Ramp/Freq. Sweep
Sample	Rectangular (l,w,t)
Dimensions	35x12,35x3,5 mm
Strain	0.10%
Preload Force	0,01 N
Force Track	125%
Soak time	5 min
Initial Temp.	50°C
Final Temp	200°C
Ramp Rate	5°C/min
Frequency	1 Hz

**Tabla 8.** Condiciones de Operación DMA en Prueba de Compresión Dinámica

Clamp	Compresion
Mode	DMA Multifrequency Strain
Test	Temp Ramp/ Frequency Sweep
Sample Shape	Round disk (t,d)
Dimensions	3.2x11.4 mm
Strain	0.10%
Preload Force	0.01 N
Force Track	125%
Soak Time	5 min
Initial Temp.	40°C
Final Temp	160°C
Ramp Rate	5°C/min
Frequency	1 Hz

## Anexo J. Valores obtenidos de propiedades mecánicas durante prueba de Tensión Estática

Figura 21. Valores obtenidos del Módulo de Young en Prueba de tensión Estática.

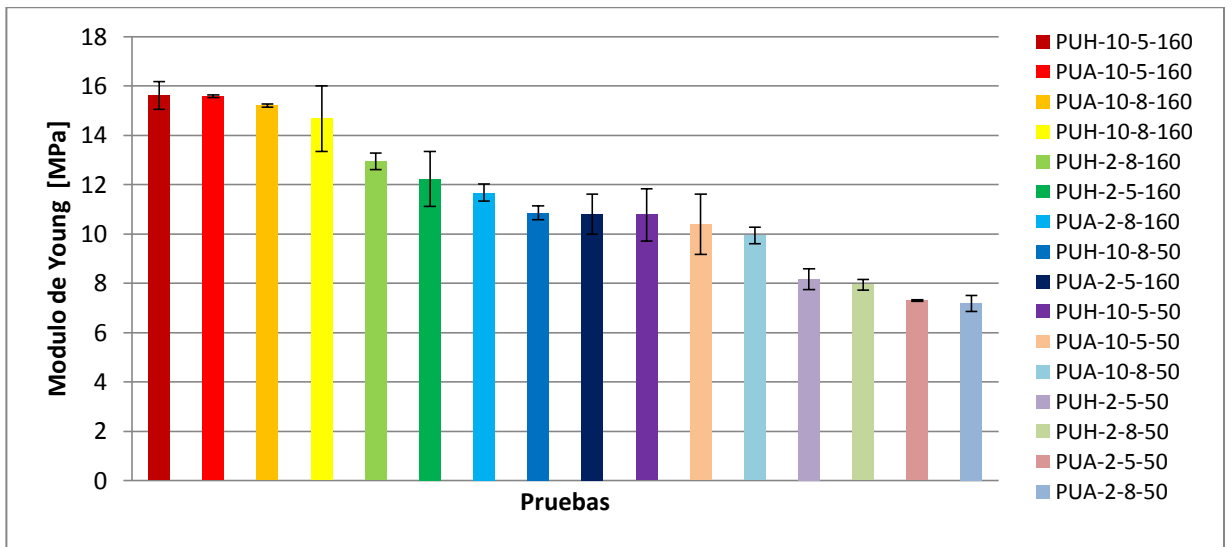
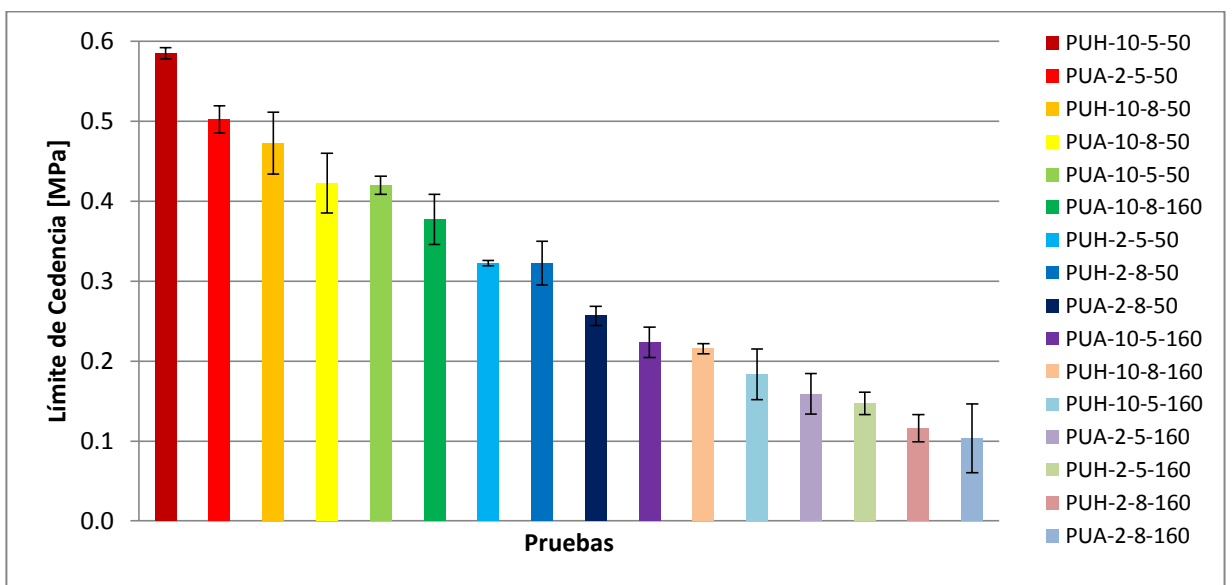
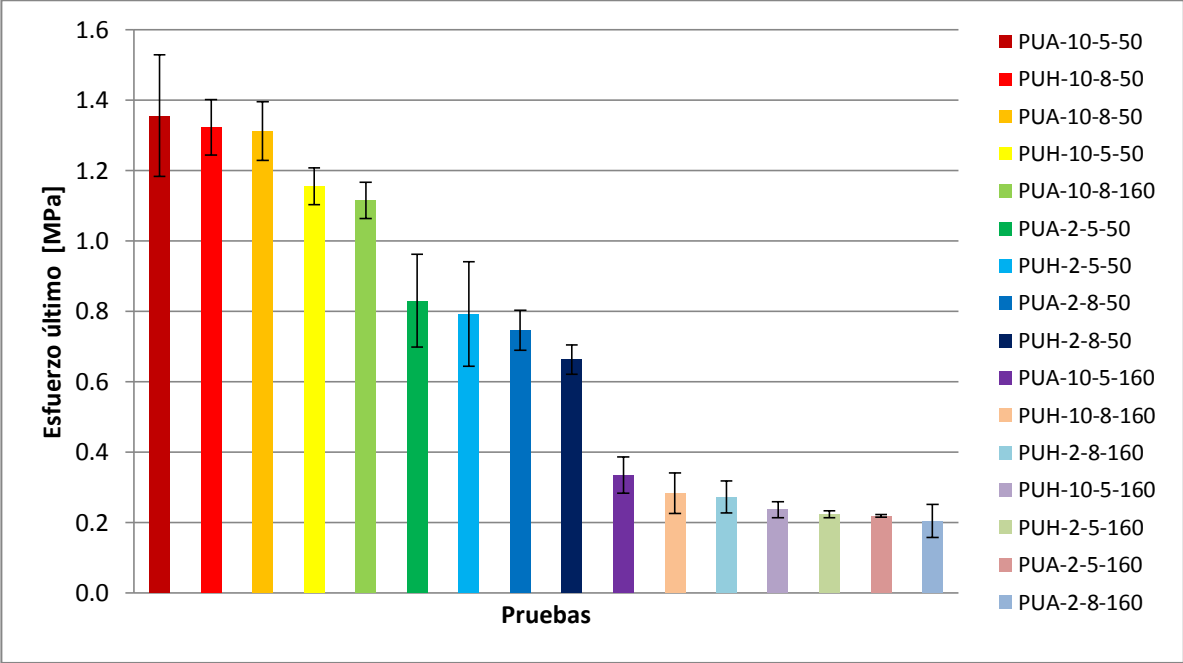


Figura 22. Valores obtenidos del Límite de Cedencia en Prueba de tensión Estática

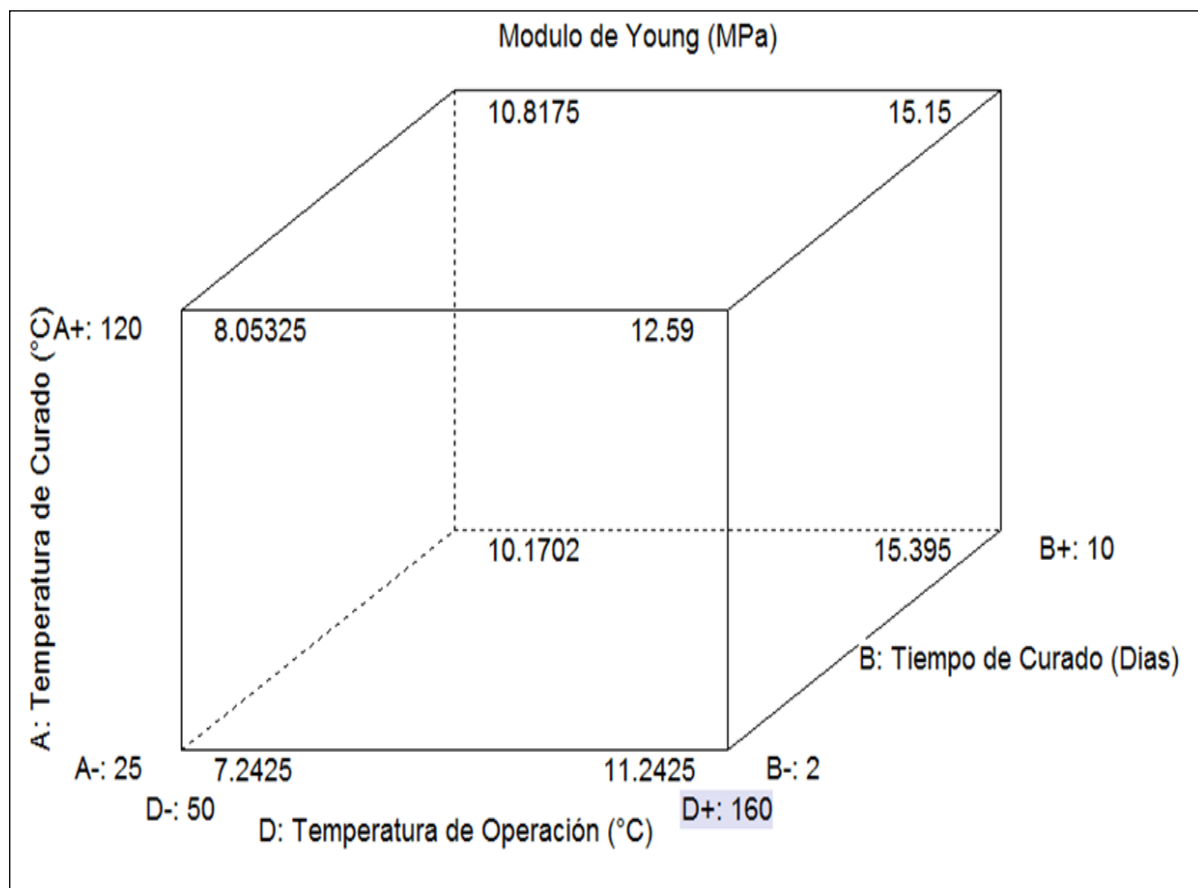


**Figura 23.** Valores obtenidos del Esfuerzo Último en Prueba de tensión Estática.



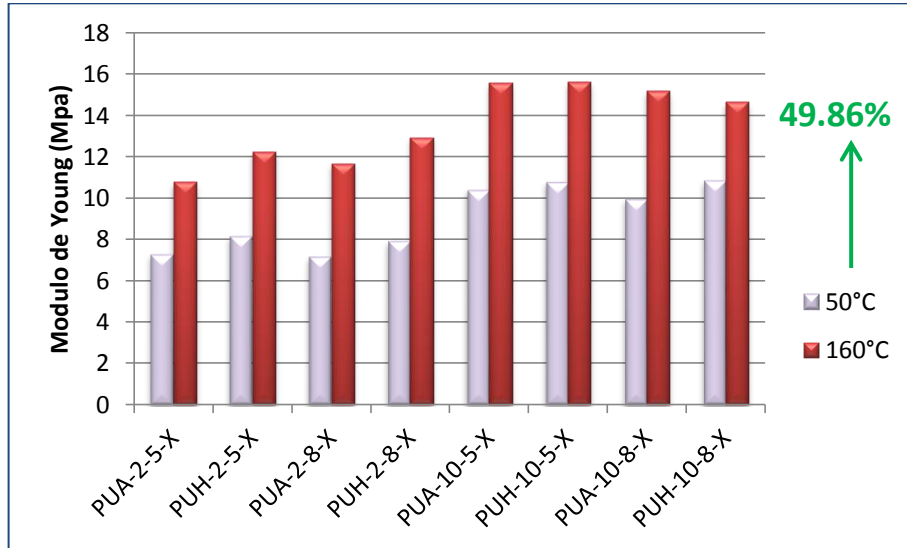
## Anexo K. Interacción entre variables significativas en el Módulo de Young

Figura 24. Interacción entre variables significativas en el Módulo de Young.

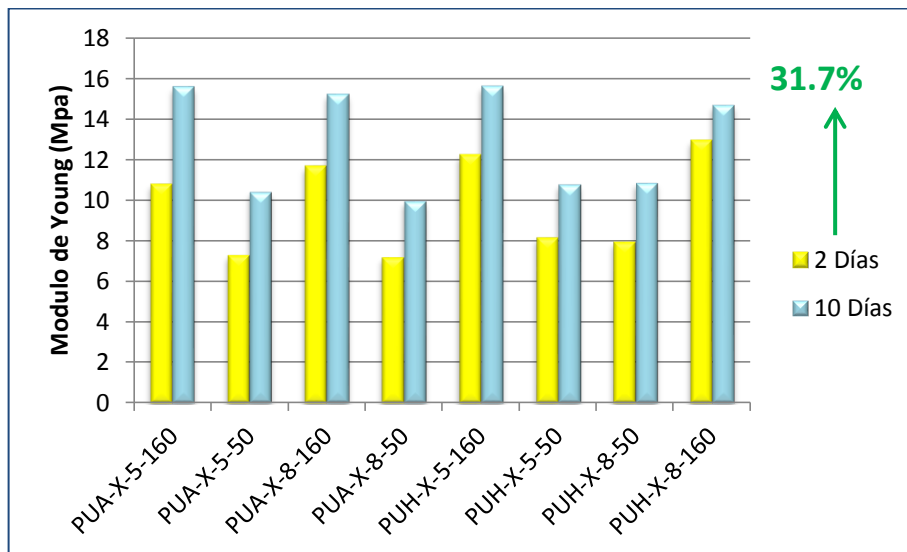


## Anexo L. Comparación entre los niveles de un mismo factor en el Módulo de Young

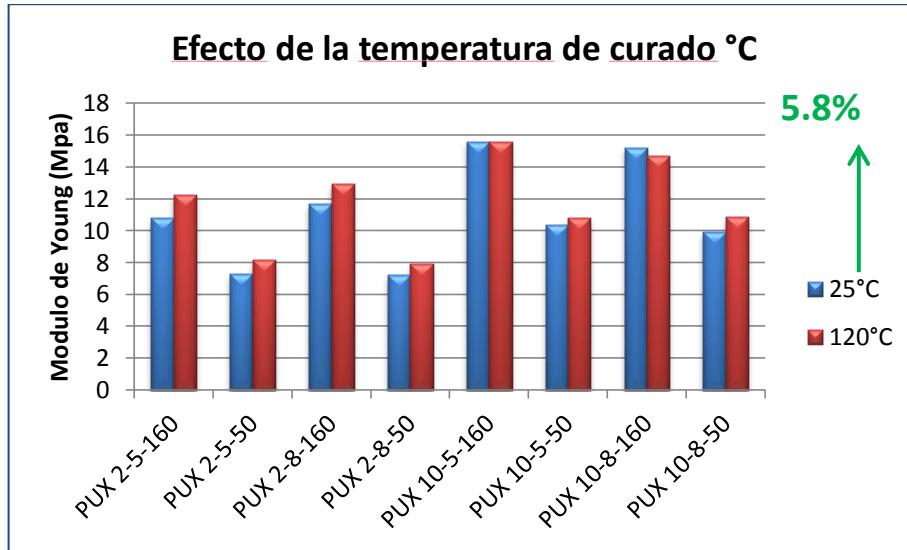
**Figura 25.** Efecto de la Temperatura de Operación de la Prueba.



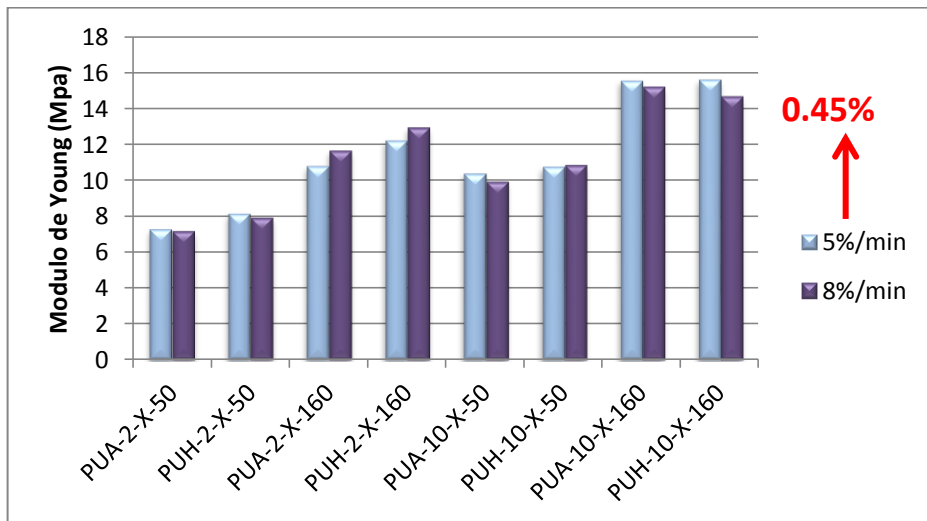
**Figura 26.** Efecto del Tiempo de Post-Curado.



**Figura 27.** Efecto de la Temperatura de Curado

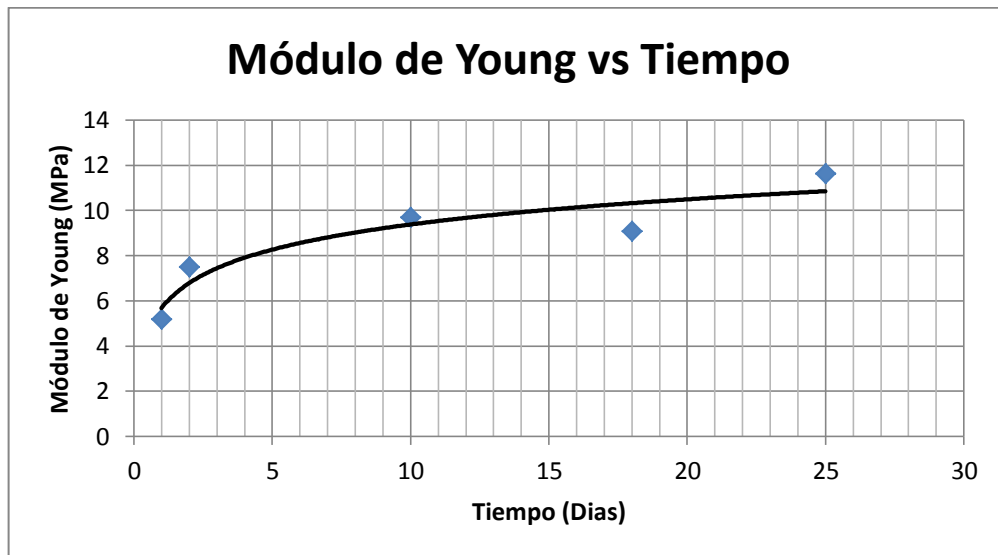
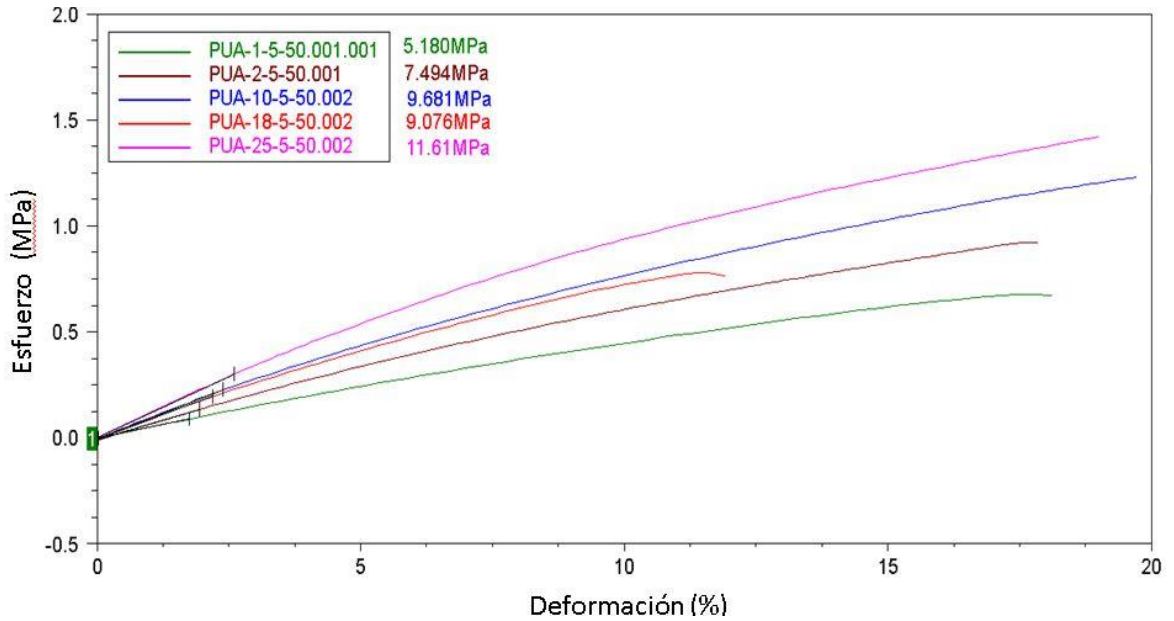


**Figura 28.** Efecto de la Velocidad de Deformación



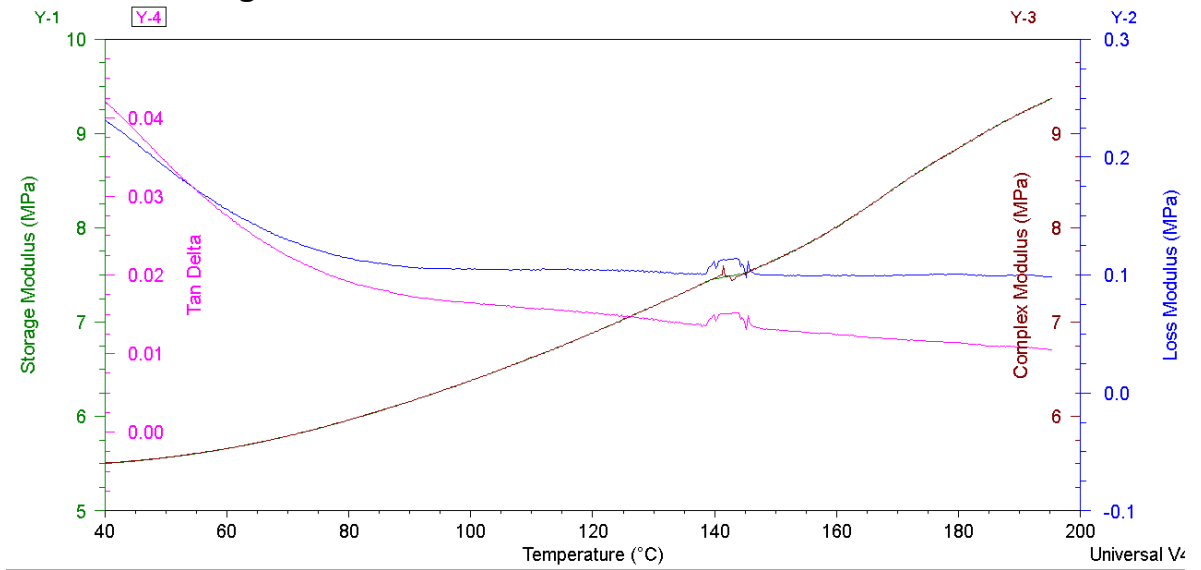
## ANEXO M. Pruebas de seguimiento Efecto de tiempo de post-curado en Módulo de Young

Figura 29. Pruebas de seguimiento Efecto de tiempo de post-curado en Módulo de Young

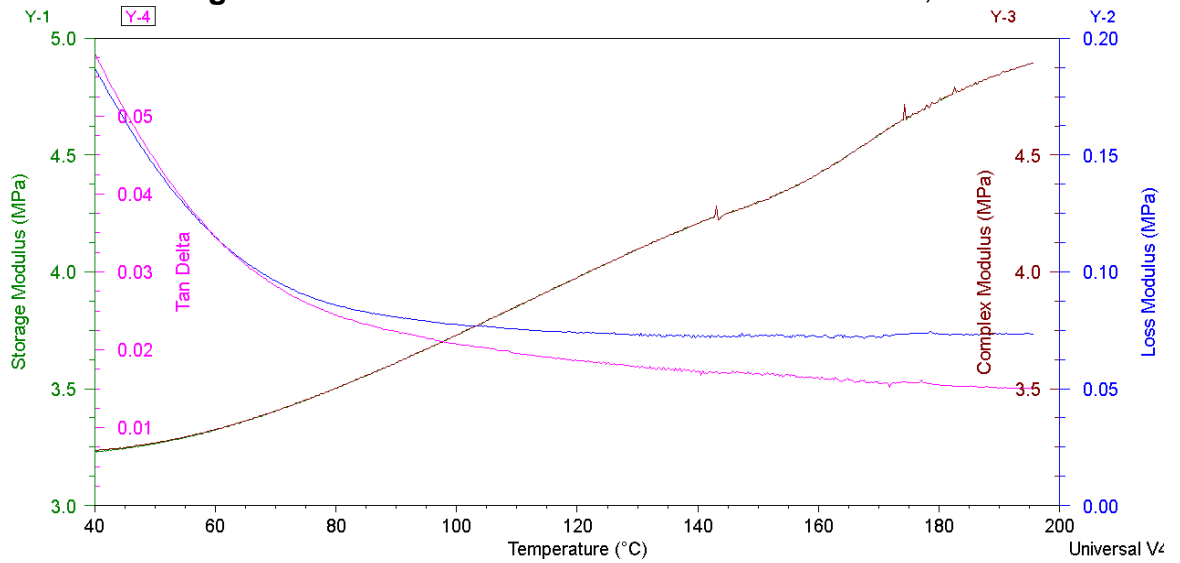


## ANEXO N. Pruebas de Tensión Dinámicas

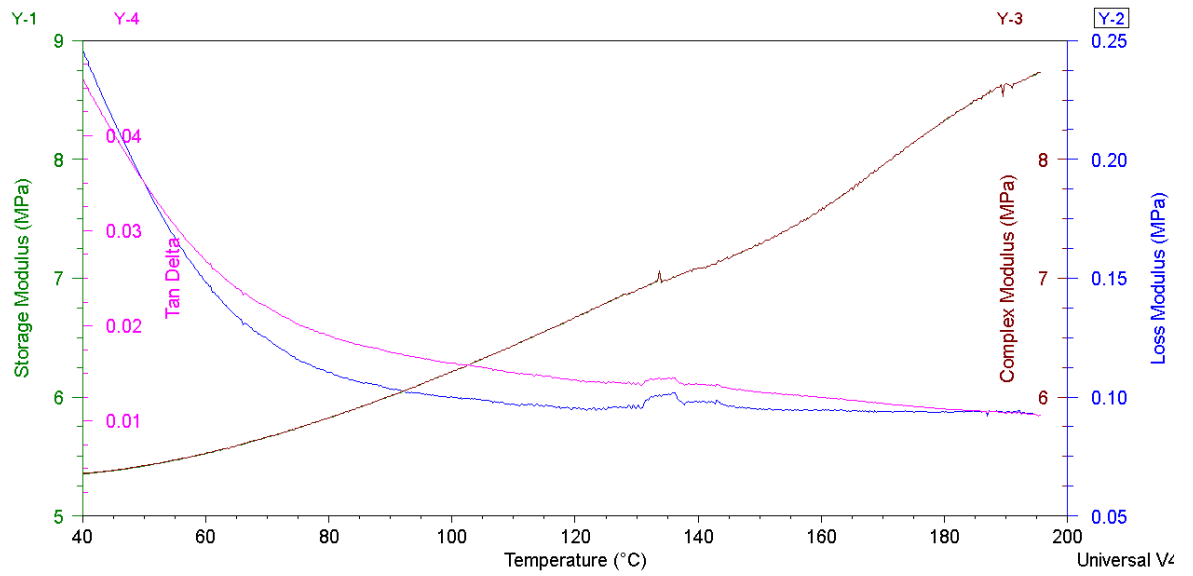
**Figura 30. Prueba de Tensión Dinámica DPUA-2-0,1T**



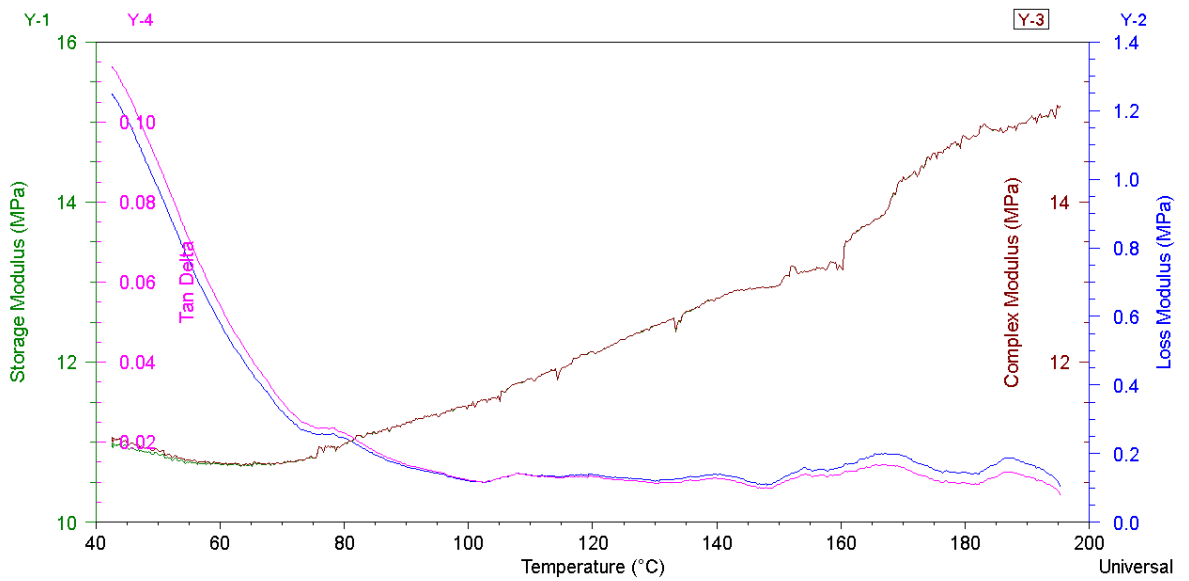
**Figura 31. Prueba de Tensión Dinámica DPUA-10-0,1T**



**Figura 32. Prueba de Tensión Dinámica DPUH-2-0,1T**

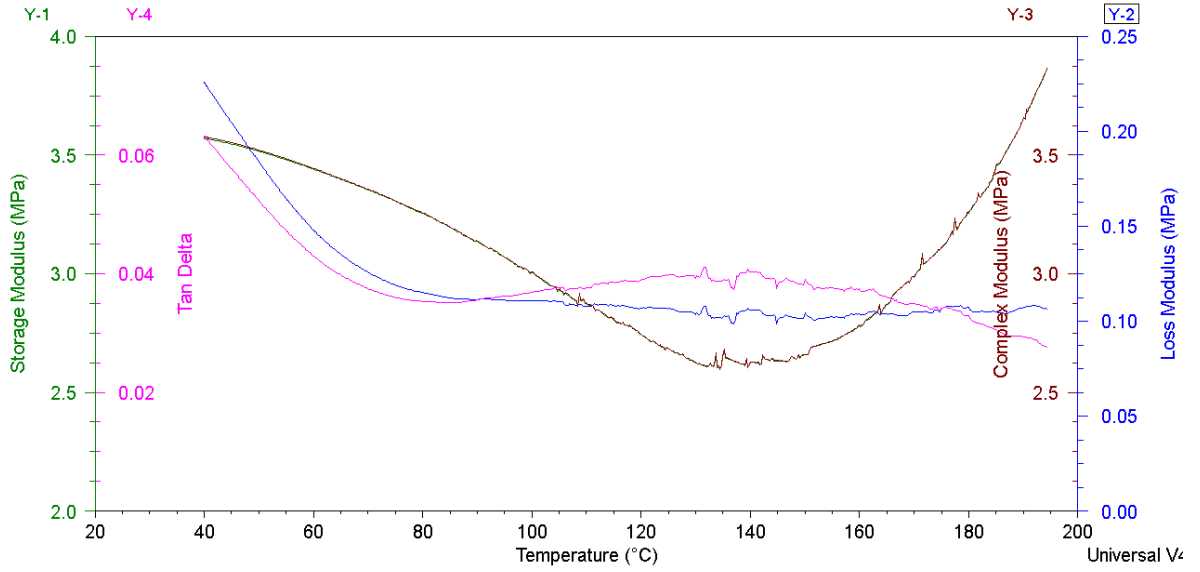


**Figura 33. Prueba de Tensión Dinámica DPUH-10-0,1T**

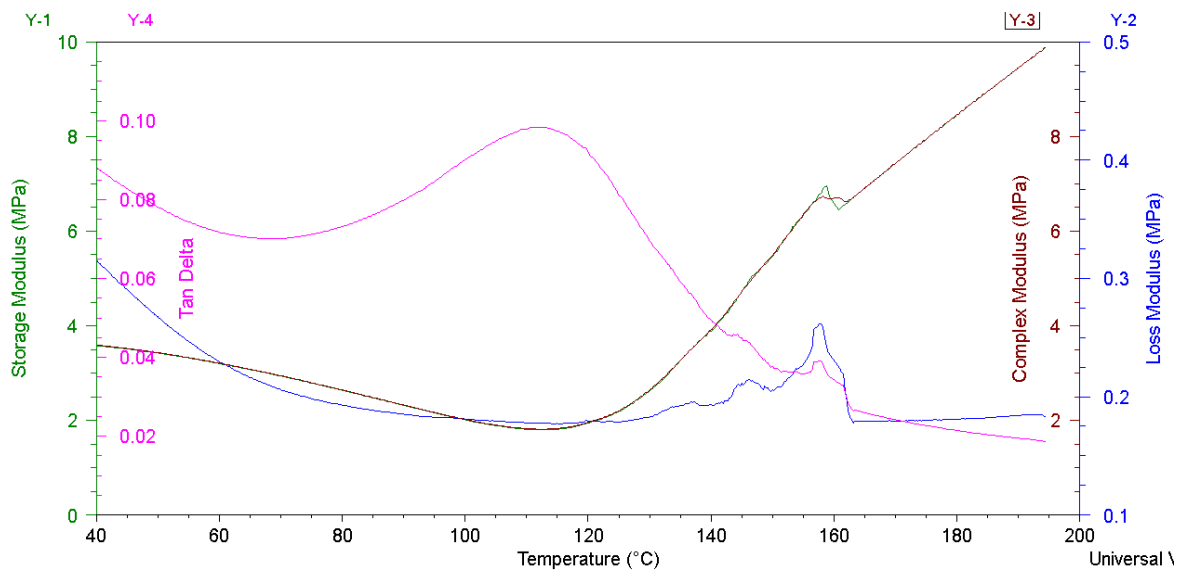


## ANEXO Ñ. Pruebas de Flexión Dinámicas

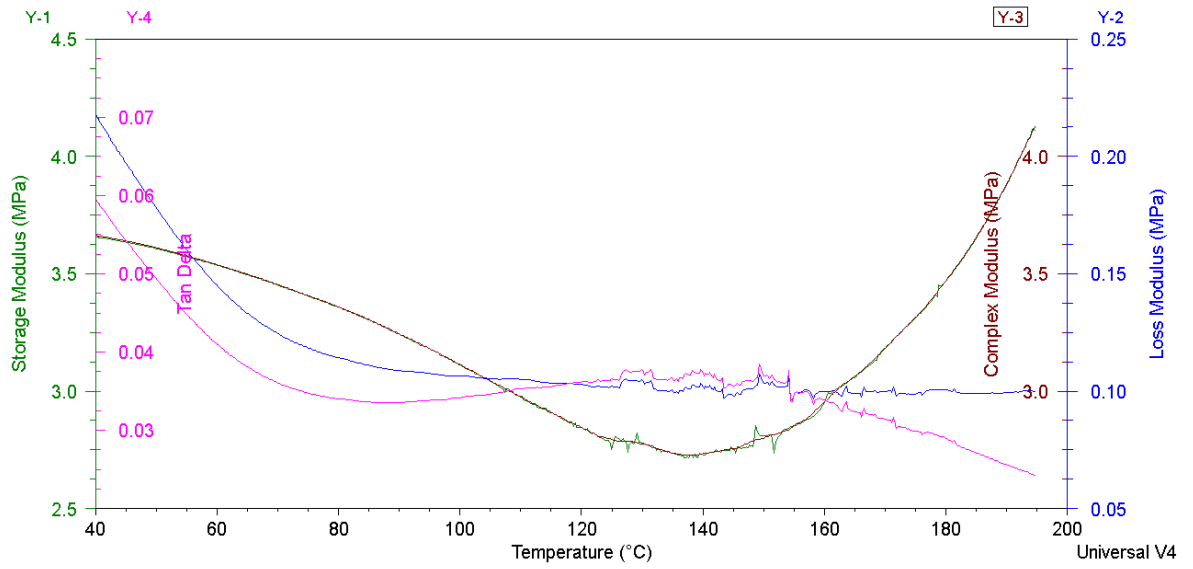
### Figura 34. Prueba de Flexión Dinámica DPUA-2-0,1F



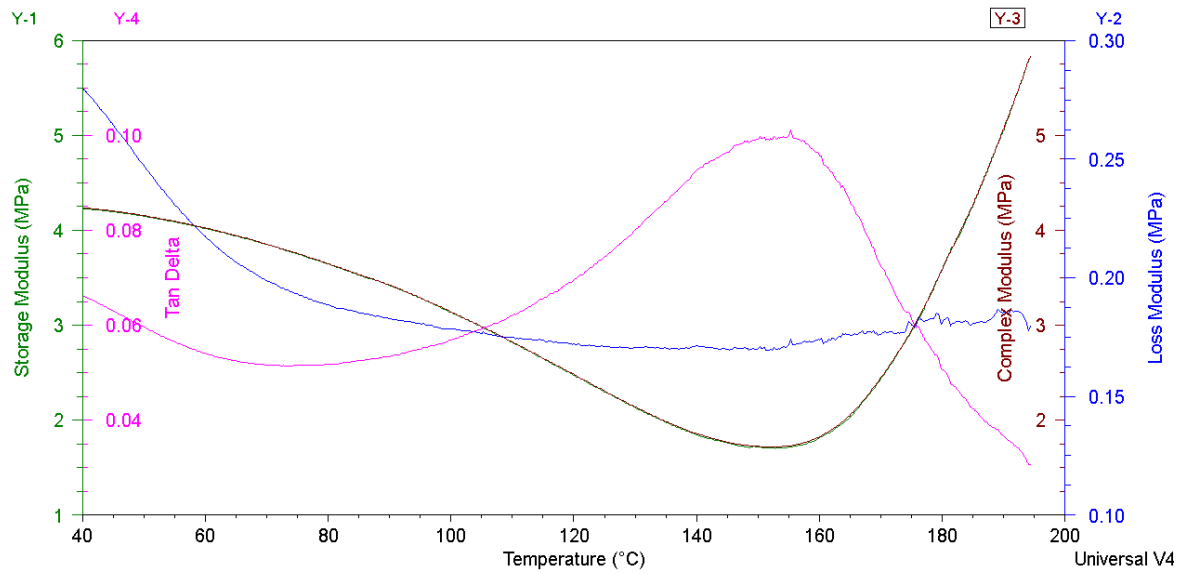
### Figura 35. Prueba de Flexión Dinámica DPUA-10-0,1F



**Figura 36. Prueba de Flexión Dinámica DPUH-2-0,1F**



**Figura 37. Prueba de Flexión Dinámica DPUH-10-0,1F**



## ANEXO O. Pruebas de Compresión Dinámicas

Figura 38. Prueba de Compresión Dinámica DPUA-2-0,1C

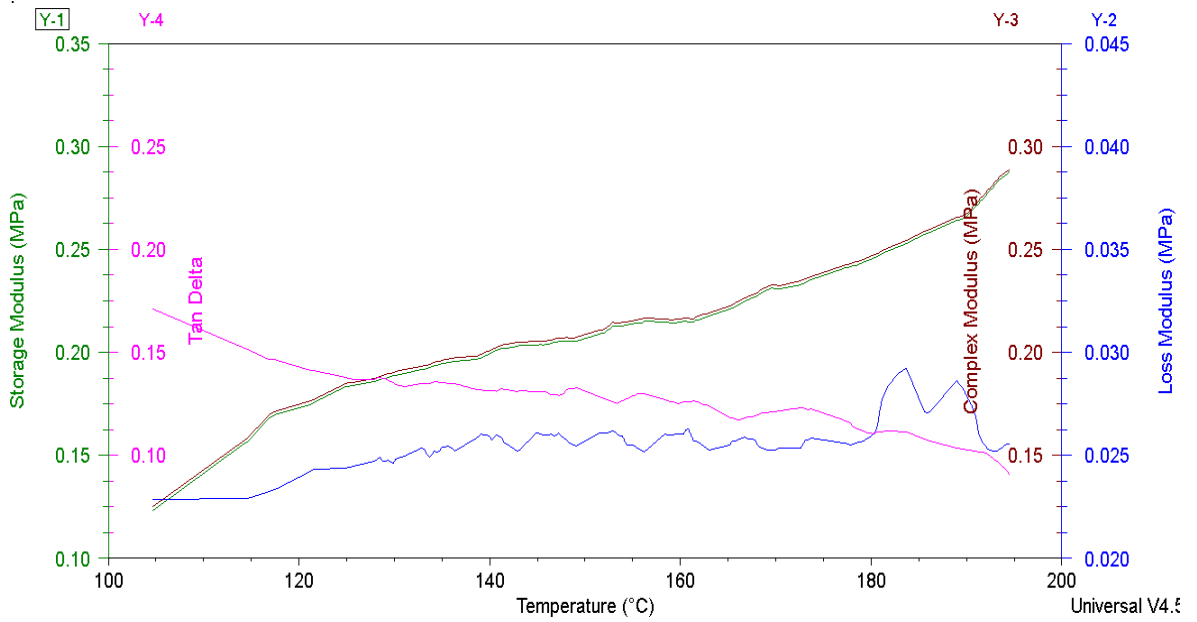
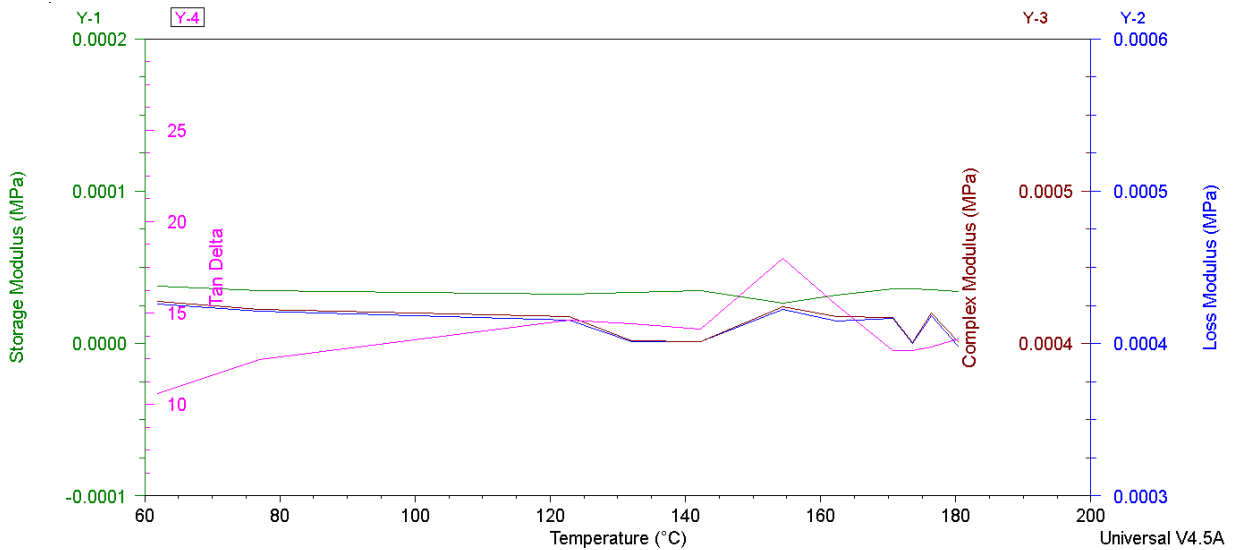
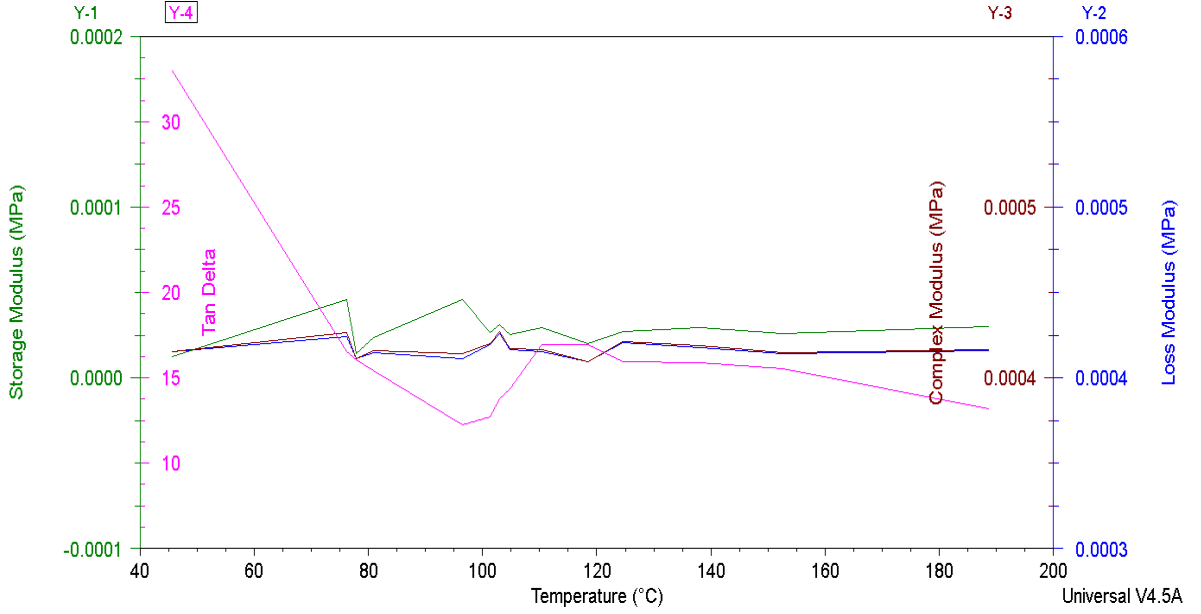


Figura 39. Prueba de Compresión Dinámica DPUA-10-0,1C



**Figura 40. Prueba de Compresión Dinámica DPUH-2-0,1C**



**Figura 41. Prueba de Compresión Dinámica DPUH-10-0,1C**

