

UNIVERSIDAD DEL BÍO- BÍO

FACULTAD DE INGENIERÍA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA CIVIL Y AMBIENTAL

PROFESOR PATROCINANTE:

DR. JOSÉ NORAMBUENA CONTRERAS

**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO FÍSICO Y
MECÁNICO DE UNA NUEVA MEMBRANA DE
CAUCHO REFORZADA CON FIBRAS**

**PROYECTO DE TÍTULO PRESENTADO EN CONFORMIDAD A LOS REQUISITOS
PARA OBTENER EL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL**

VIVIAN STEPHANIE GUTIÉRREZ AGUILAR

Concepción, Marzo de 2015

DEDICATORIA

A mis padres y hermano...

AGRADECIMIENTOS

Mi más amplio agradecimiento al profesor José Norambuena, por su inagotable entrega, buena disposición y ayuda en todo momento. Sobre todo gracias por su amistad y por ser un excelente guía en este proceso. Por enseñarme simplemente a través de su conversación cosas que escapan de lo académico. Agradezco también a Irene González-Torre por la ayuda prestada y por su amabilidad y simpatía hacia mí.

Por otra parte, quisiera agradecer la ayuda proporcionada por Pedro Cocco de la empresa Polambiente S.A., y Vittorio Tamagnini y Alejandro Cavallo de la empresa Virutex Ilko S.A., gracias por el suministro de polvo de caucho y fibras de lana de acero.

Además, agradezco la ayuda prestada con las medidas de las velocidades de ultrasonidos al Profesor Eric Baradit y a sus estudiantes Rodrigo Muñoz y Cristian Navarrete, del Departamento de Física de la Universidad del Bío-Bío.

También deseo agradecer la ayuda prestada por el Centro de Investigación de Polímeros Avanzados CIPA (CONICYT Regional, GORE BIO BIO R08C1002) y el Centro de Biomateriales y Nanotecnología (CBN), ambos centros afiliados a la Universidad del Bío-Bío. Así también agradecer a Alfredo Winterstein y Mario Nuñez del Laboratorio de Materiales de la Universidad del Bío-Bío. Gracias por su buena disposición a la hora de dejar que su laboratorio oliera a caucho quemado.

Finalmente agradezco a mis padres, abuela y hermano, por su incondicional amor y múltiples enseñanzas. Por su humildad y sacrificio y por poner a la familia siempre en primer lugar. Especialmente gracias a mi mamá, quien con su incansable dedicación me ha formado como persona e iluminado mi vida. Te admiro profundamente.

ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO FÍSICO Y MECÁNICO DE UNA NUEVA MEMBRANA DE CAUCHO REFORZADA CON FIBRAS

Vivian Gutiérrez Aguilar
Departamento de Ingeniería Civil y Ambiental, Universidad del Bío-Bío
vigutie@alumnos.ubiobio.cl

Dr. José Norambuena Contreras
Departamento de Ingeniería Civil y Ambiental, Universidad del Bío-Bío
Centro de Investigación de Polímeros Avanzados (CIPA)
jnorambuena@ubiobio.cl

RESUMEN

En este estudio, se ha utilizado polvo de caucho reciclado proveniente de neumáticos fuera de uso (NFUs) para el desarrollo de una nueva membrana elastomérica con fines de auto-reparación, a través del calentamiento por microondas. No obstante, debido a la exposición medioambiental de estos materiales, las condiciones climáticas pueden contribuir al deterioro prematuro de las membranas reduciendo su resistencia mecánica y durabilidad a lo largo del tiempo. Para mejorar esto, se pueden incorporar fibras de lana de acero en la matriz de caucho. Las fibras metálicas en materiales compuestos son conocidas por aumentar las características de resistencia y fatiga, así como su ductilidad. Estas fibras también pueden ser usadas con propósitos de auto-reparación a través de procesos de calentamiento. Por ello, la adición de fibras puede influenciar las propiedades de la nueva membrana, aunque no está claro de qué forma. Por esta razón, se han estudiado la distribución de fibras y el comportamiento mecánico de la membrana de caucho reforzada con fibras bajo la influencia de diversas condiciones climáticas. Con este fin, se han considerado cuatro membranas diferentes, empleando el mismo tamaño de polvo de caucho y cuatro porcentajes de fibras. Además, a través de ensayos de resistencia a la tracción se ha estudiado la influencia de las fibras en muestras pre-acondicionadas en tres diferentes condiciones ambientales: saturación con agua, frío y envejecimiento. Finalmente, los resultados muestran que las fibras de lana de acero presentan una correcta distribución dentro de la membrana de caucho. Sin embargo, debido al proceso de mezclado las fibras largas utilizadas pueden producir clusters en el área central de las membranas, mientras que las fibras cortas se dispersan muy bien en el contorno de las membranas. Adicionalmente, se ha encontrado que las fibras de lana de acero no contribuyen significativamente a mejorar las propiedades mecánicas de tracción de las membranas evaluadas bajo diferentes condiciones medioambientales.

Palabras claves: Membrana de caucho; Influencia de fibras; Clusters; Daño medioambiental; resistencia a tracción.

8494 + 21 Figuras/Tablas*250 + 1 Figura/Tabla* 500 = 14244 Palabras Totales.

STUDY OF THE PHYSICAL AND MECHANICAL BEHAVIOUR OF A NEW FIBRE-REINFORCED RUBBER MEMBRANE

Vivian Gutiérrez Aguilar

Department of Civil and Environmental Engineering, University of Bío-Bío
vigutie@alumnos.ubiobio.cl

José Norambuena Contreras, Ph.D

Department of Civil and Environmental Engineering, University of Bío-Bío
Centro de Investigación de Polímeros Avanzados (CIPA)
jnorambuena@ubiobio.cl

ABSTRACT

Recycled rubber powder from shredded End of Life Tyres (ELTs) has been used for the development of a new elastomeric membrane with self-healing purposes via microwave heating. Nevertheless, due to the environmental exposure of this rubber-based material, the environmental conditions may contribute to premature deterioration of membranes, reducing their mechanical strength and durability over time. To improve it, steel wool fibres can be incorporated in the rubber-based matrix. Metallic fibres in composite materials are known for enhancing its strength and fatigue characteristics while increasing ductility. These fibres can also be used for self-healing purposes via heating process. Hence, the addition of fibres may influence the properties of the new membrane, although it is not clear how this influence works. For these reasons, fibres distribution and mechanical behaviour of fibre-reinforced rubber membrane under the influence of different environmental conditions have been studied. With these purposes, four different membranes, with the same rubber powder gradation, but with four different percentages of steel wool fibres, have been considered. In addition, the influence of fibres on preconditioned test samples under three different environmental conditions: water-saturated, cold and ageing, have been evaluated via tensile strength test. Finally, fibre distribution results showed that steel wool fibres presented a good distribution into the rubber-based membrane. However, due to the mixing process long fibres used may produce clusters in the central area of membranes, while short fibres disperse very well in the contour of the membrane. Additionally, it was found that steel wool fibres do not significantly contribute to improve the tensile mechanical properties of the membranes evaluated under different environmental conditions.

Keywords: Rubber membrane; Fibres influence; Clusters; Environmental damage; Tensile strength.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

1	INTRODUCCIÓN	1
1.1	ANTECEDENTES	1
1.2	HIPÓTESIS.....	3
1.3	OBJETIVOS.....	3
1.3.1	<i>Objetivos generales</i>	3
1.3.2	<i>Objetivos específicos</i>	3
1.4	DECLARACIÓN DE AUTOR	4
2	MATERIALES Y MÉTODOS	5
2.1	MATERIALES	5
2.2	PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	5
2.3	DENSIDAD APARENTE Y CONTENIDO DE HUECOS EN LAS PROBETAS DE ENSAYO.....	8
2.4	DETERMINACIÓN DE LA LONGITUD Y EL DIÁMETRO DE LAS FIBRAS	9
2.5	MORFOLOGÍA DE LAS FIBRAS DE LANA DE ACERO.....	10
2.6	RESISTENCIA A TRACCIÓN DE LAS FIBRAS INDIVIDUALES	10
2.7	DETERMINACIÓN DE LA DISTRIBUCIÓN DE LAS FIBRAS EN LAS MEMBRANAS	11
2.8	MEDIDA DE CLÚSTERES DE FIBRAS DENTRO DE LAS MEMBRANAS.....	12
2.9	RESISTENCIA A TRACCIÓN DE LAS PROBETAS PRE-ACONDICIONADAS	13
2.10	VARIABLES EXPERIMENTALES EVALUADAS EN EL ESTUDIO.....	13
3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	15
3.1	LONGITUD Y DIÁMETRO DE LAS FIBRAS ANTES DE LA MEZCLA Y COMPACTACIÓN	15
3.2	PROPIEDADES FÍSICAS DE LAS PROBETAS DE ENSAYO A TRACCIÓN Y MEMBRANAS	17
3.3	DISTRIBUCIÓN DE LAS FIBRAS Y EXISTENCIA DE CLÚSTERES EN LAS MEMBRANAS	19
3.4	PROPIEDADES DE LAS MEMBRANAS EN CONDICIONES SECAS	22

3.5	INFLUENCIA DE LAS CONDICIONES AMBIENTALES EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS	24
4	CONCLUSIONES	30
5	REFERENCIAS	33

INDICE DE TABLAS

Tabla 1.	Composición de las membranas de caucho reforzadas con fibras de lana de acero.....	5
Tabla 2.	Variables incluidas en el estudio experimental.	14
Tabla 3.	Características de las fibras y propiedades de las membranas en condición seca.....	22
Tabla 4.	Propiedades mecánicas promedio de las probetas de ensayo pre-acondicionadas.....	25

INDICE DE FIGURAS

Fig. 1.	Polvo de caucho reciclado usado en el estudio.	6
Fig. 2.	Fibras de lana de acero cortadas manualmente.	7
Fig. 3.	Tipos de membrana y probetas normalizadas usadas en el estudio.	8
Fig. 4.	Función presión-tiempo de compactación usada en la fabricación de la membrana.	9
Fig. 5.	Resistencia a la tracción de fibras individuales: (a) antes, y (b) después del ensayo.....	10
Fig. 6.	Dispositivo de ensayo de ultrasonidos usado para evaluar la distribución de fibras dentro de las membranas.....	12
Fig. 7.	Resultados del análisis de probabilidad sobre la longitud de fibras: (a) gráfico de probabilidad-probabilidad, y (b) función de distribución acumulada en base a la función de probabilidad Weibull.	16
Fig. 8.	Imágenes SEM de fibras de lana de acero antes de la mezcla y compactación: (a) aspecto superficial y morfología de la fibra, y (b) sección transversal de la fibra.	17
Fig. 9.	Densidad aparente de las probetas del ensayo de tracción en función del contenido de huecos de las mismas.....	18
Fig. 10.	Resultados medios de la velocidad del pulso ultrasónico en membranas con: (a) 0% fibras, (b) 0.5% fibras, (c) 1% fibras, y (d) 2% fibras.	19

Fig. 11. Ejemplos de la existencia de clústeres de fibras en las membranas con: (a) 0.5% fibras, y (b) 2% fibras.	20
Fig. 12. Imágenes SEM de fibras de lana de acero después de la mezcla y compactación: (a) aspecto superficial y morfología de la fibra con partículas de polvo de caucho adheridas, y (b) sección transversal flexible de la fibra.	21
Fig. 13. Curva tensión-deformación promedio de las membranas con y sin fibras comparada con la curva de una fibra.	23
Fig. 14. Gráfico probabilidad-probabilidad Normal para: (a) fuerza de tracción máxima, y (b) deformación en tracción máxima.	24
Fig. 15. Resultados de resistencia a tracción en función del contenido de huecos obtenidos para las probetas pre-acondicionadas bajo: (a) condición seca, (b) condición saturada en agua, (c) condición fría, y (d) condición envejecida.	25
Fig. 16. Resultados promedio del Factor de Resistencia a la Tracción (FRT) en función del porcentaje de fibras.	27
Fig. 17. Gráfico probabilidad-probabilidad Weibull para los valores de FRT.	28
Fig. 18. Separación de las fibras de lana de acero de la matriz de caucho: ejemplo de una probeta de ensayo a tracción con un 2% de fibras pre-acondicionada bajo la condición de envejecimiento.	29

1 INTRODUCCIÓN

1.1 Antecedentes

El creciente número de vehículos en los países industrializados y desarrollados genera millones de neumáticos de deshecho cada año. En base a las estadísticas actuales, cada año cerca de 1.4 billones de neumáticos se venden en todo el mundo hasta que finalmente pueden considerarse como Neumáticos Fuera de Uso (NFUs) (Lo Presti, 2013). Los NFUs suponen uno de los mayores problemas en cuanto a residuos, debido al volumen producido y su durabilidad en el tiempo. En el caso de Chile, de acuerdo a un diagnóstico realizado en el año 2009 por el Consejo Nacional de Producción Limpia (CPL) y la Cámara de la Industria del Neumático de Chile (CINC), alrededor de 3 millones de NFUs se generan cada año, lo que representa una cantidad de 42000 toneladas de desechos (Pino Salinas, 2013). Es por esto que una eliminación inadecuada de los neumáticos puede constituir en una potencial amenaza para la salud humana y aumentar los riesgos para el medioambiente.

Como consecuencia y con el fin de minimizar estos riesgos, los vertederos están reduciendo la aceptación de neumáticos para su almacenamiento. Esta situación ha llevado a los investigadores a buscar usos alternativos para los Neumáticos Fuera de Uso. De esta forma, los NFUs y sus derivados, como el polvo de caucho y las fibras rígidas de acero, se han convertido en candidatos para el desarrollo de nuevos materiales en Ingeniería Civil con propiedades mejoradas (Eldin and Senouci, 1992; Li et al., 2014; Lo Presti, 2013; Pino Salinas, 2013; Shu and Huang, 2014; Siddique and Naik, 2004). Por ejemplo, el caucho proveniente de NFUs se ha usado en diversas aplicaciones en ingeniería civil como son la construcción de carreteras (Eldin and Senouci, 1992), el refuerzo de hormigones (Siddique and Naik, 2004) y su empleo en asfalto y hormigón de cemento Portland (Shu and Huang, 2014), entre otros.

Adicionalmente, el polvo de caucho reciclado en diferentes tamaños se ha usado en el desarrollo de nuevas mezclas asfálticas y materiales cementicios, pisos para parques infantiles y estadios deportivos, y también como amortiguadores de golpes, adoquines y materiales para techos (Li et al., 2014). Sin embargo, en la literatura no se han encontrado aplicaciones del polvo de caucho en la fabricación de membranas poliméricas con propósitos energéticos, tales como: membranas inteligentes para muros con aislamiento acústico o impermeabilización de cubiertas y membranas reforzadas con propiedades de auto-reparación. En el campo de la ingeniería, se han desarrollado membranas poliméricas con diferentes objetivos. Por ejemplo, las membranas de fluoruro de

polivinilideno (PVDF) (Kang and Cao, 2014), que tienen aplicaciones en el tratamiento de aguas como membranas de destilación, separación de gases, eliminación de contaminantes, recuperación de bioetanol y apoyo para la preparación de membranas compuestas, entre otros (Hermans et al., 2015). No obstante, debido a la exposición medioambiental de estos materiales, las condiciones climáticas pueden contribuir al deterioro prematuro de las membranas reduciendo su resistencia mecánica, funcionalidad y durabilidad a lo largo del tiempo. Por consiguiente, con el objetivo de mejorar el comportamiento mecánico de la nueva membrana de caucho frente a los daños mediambientales y prolongar su rehabilitación, se pueden incorporar fibras de lana de acero en la matriz de caucho (García et al., 2014b). Las fibras metálicas en materiales compuestos son conocidas por mejorar sus características de resistencia y fatiga a la vez que incrementan su ductilidad (Fitzgerald, 2000). Concretamente cuando las fibras tienen mayor resistencia a la tracción que la matriz, pueden mejorar la cohesión y la resistencia a tracción del material compuesto (Mahrez et al., 2003). En consecuencia, la membrana de caucho reforzada con fibras puede presentar una buena resistencia al envejecimiento, daños por humedad y agrietamiento.

Adicionalmente, las fibras metálicas dentro del material compuesto también pueden ser usadas con el fin de modificar sus conductividades térmica y eléctrica (García et al., 2013a). No obstante, el uso final de esta nueva membrana de caucho reforzada con fibras es la auto-recuperación de sus grietas a través del calentamiento por microondas (Benedetto and Calvi, 2013). Actualmente, la tecnología de microondas se considera como una técnica no-destructiva prometedora en el campo de la auto-reparación de materiales compuestos con fibras metálicas (Gallego et al., 2013). Esto es debido a que las fibras metálicas pueden incrementar la velocidad de calentamiento del material compuesto y en el caso específico de este trabajo, las fibras metálicas pueden absorber más energía térmica que la matriz de caucho. De este modo, empleando un horno microondas, es posible calentar las fibras metálicas localmente y por medio de la difusión de calor, calentar la matriz de polvo de caucho y sanar las grietas de la membrana.

Finalmente, esta Tesis ha sido llevada a cabo dentro de una investigación sobre el desarrollo de una nueva membrana elastomérica de caucho reciclado con propiedades de auto-reparación de sus grietas mediante el calentamiento por microondas. De esta manera, se han incorporado fibras conductoras de electricidad en la matriz de polvo de caucho. La adición de fibras puede tener influencia en las propiedades de la nueva membrana reforzada, aunque aún no está claro cómo funciona esta influencia. Por estas razones, se ha estudiado la distribución de fibras y el comportamiento mecánico de la nueva membrana de caucho reforzada con fibras. Para ello, se han

considerado cuatro membranas diferentes, empleando la misma granulometría de polvo de caucho pero cuatro porcentajes diferentes de fibras de lana de acero.

1.2 Hipótesis

- Es posible desarrollar una nueva membrana de caucho con propiedades de auto-reparación de sus grietas, añadiendo a la matriz del material fibras de lana de acero y empleando la técnica de calentamiento por microondas.
- Esta nueva membrana presentará ventajas en sus propiedades mecánicas y termo físicas frente a una membrana de caucho no-reforzada con fibras de lana de acero.
- En las nuevas membranas de caucho reforzadas con fibras de lana de acero, es posible medir las propiedades mecánicas y termo físicas mediante ensayos experimentales destructivos y no-destructivos.
- Una vez que el diseño óptimo de la nueva membrana de caucho reforzada con fibras de lana de acero esté definido, es posible llevar a cabo el calentamiento y reparación de las grietas mediante el uso de un horno microondas.

1.3 Objetivos

1.3.1 *Objetivos generales*

- Medir las propiedades volumétricas, físicas y mecánicas de una nueva membrana polimérica reforzada, empleando polvo de caucho procedente de Neumáticos Fuera de Uso y fibras de lana de acero.
- Evaluar la influencia del medioambiente en el comportamiento mecánico de la nueva membrana de caucho reforzada con fibras de lana de acero.

1.3.2 *Objetivos específicos*

- Revisar la literatura existente con el fin de definir el marco teórico en materia de membranas poliméricas reforzadas con fibras, con especial atención en los estudios sobre la auto-reparación de éstas mediante el uso de diferentes tecnologías de calentamiento.

- Caracterizar la morfología de las fibras de lana de acero, antes y después del mezclado y la compactación, mediante el uso de microscopía óptica y electrónica, con el fin de evaluar la influencia en las propiedades físicas y mecánicas de las membranas.
- Evaluar mediante ensayos no-destructivos la distribución de las fibras en el interior de las nuevas membranas de caucho reforzadas con fibras, con el objetivo de no tener un impacto negativo sobre su diseño.
- Desarrollar un estudio experimental para medir las propiedades físicas y mecánicas de las nuevas membranas reforzadas con diferentes porcentajes de fibras, mediante el uso de ensayos experimentales destructivos y no-destructivos.
- Evaluar el comportamiento mecánico de las nuevas membranas reforzadas con fibras, bajo la influencia de diferentes condiciones medioambientales simuladas en laboratorio.

1.4 Declaración de autor

Finalmente, esta Tesis corresponde a una traducción al idioma Español del artículo científico:

“Norambuena-Contreras J, Vivian Gutierrez A, Gonzalez-Torre I. Physical and mechanical behaviour of a new fibre-reinforced rubber membrane, submitted for review to the Journal Construction & Building Materials of Elsevier Publishers in Feb 11, 2015”

De este modo, el número total de palabras presentes en esta Tesis excede el reglamentario establecido por el Departamento de Ingeniería Civil y Ambiental de la Universidad del Bío-Bío.

2 MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materiales

En esta investigación se ha usado polvo de caucho reciclado con una densidad de 1189g/cm^3 . La granulometría del polvo de caucho se muestra en la Tabla 1. El polvo de caucho fue caracterizado en cuatro tamaños: 0.425mm, 0.25mm, 0.18mm y menor a 0.18mm. La Fig. 1 muestra la distribución granulométrica del polvo de caucho reciclado usado en este estudio. Adicionalmente, las fibras de lana de acero fueron cortadas manualmente y añadidas a la matriz de caucho, ver Fig. 2. El material usado en las fibras fue acero de bajo contenido en carbono, con una densidad de 7180g/cm^3 . Estas fibras tienen un diámetro promedio aproximado de 0.15 mm con una relación de aspecto promedio de 45 y una longitud inicial en el rango de 3 a 10 mm, lo que significa que tanto fibras cortas como largas fueron adicionadas a la matriz de polvo de caucho. Finalmente, se usaron 4 porcentajes de fibras, siendo: 0%, 0.5%, 1% y 2%, del volumen total de polvo de caucho (ver Tabla 1). En total, se prepararon 4 diferentes tipos de membranas de caucho: 1 membrana de referencia sin fibras de lana de acero y 3 membranas con diferentes porcentajes de fibras, manteniendo siempre la misma masa de polvo de caucho, pero cambiando la masa de fibras añadida.

Tabla 1. Composición de las membranas de caucho reforzadas con fibras de lana de acero.

Tamaño del tamiz (mm)	% retenido de polvo de caucho en masa	% retenido acumulado de polvo de caucho en masa	Membrana 1	Membrana 2
			Masa polvo de caucho (g)	Masa polvo de caucho (g)
0.425	10.8	10.8	47	41
0.25	63.6	74.4	278	244
0.18	21.0	95.3	92	80
<0.18	4.7	100.0	20	18
Fibras de lana de acero (% vol. de polvo de caucho)	Rango de Longitud (mm)	Diámetro promedio (mm)	Masa de fibra de lana de acero (g)	Masa de fibra de lana de acero (g)
0.5% Fibras	3.2 - 9.8	0.157	13	12
1% Fibras	(Fibras cortas y		26	23
2% Fibras	largas)		53	46

2.2 Preparación de las muestras

Los materiales fueron mezclados manualmente dentro de un recipiente metálico a una velocidad de 80 r.p.m. Para cada una de las 4 membranas se prepararon dos lotes de mezcla de caucho y fibras

de lana de acero. La cantidad de materias primas de cada mezcla se añadió de acuerdo a las proporciones de peso mostradas en la Tabla 1, en el siguiente orden: primero el polvo de caucho y luego las fibras. Posteriormente, se mezclaron los materiales durante aproximadamente 2 minutos. El primer lote de membranas de caucho, membrana tipo 1 en la Tabla 1, con dimensiones $350 \times 350 \times 3 \text{ mm}^3$ se usó para cortar las probetas normalizadas para el ensayo de tracción (ver Fig. 3(a)).

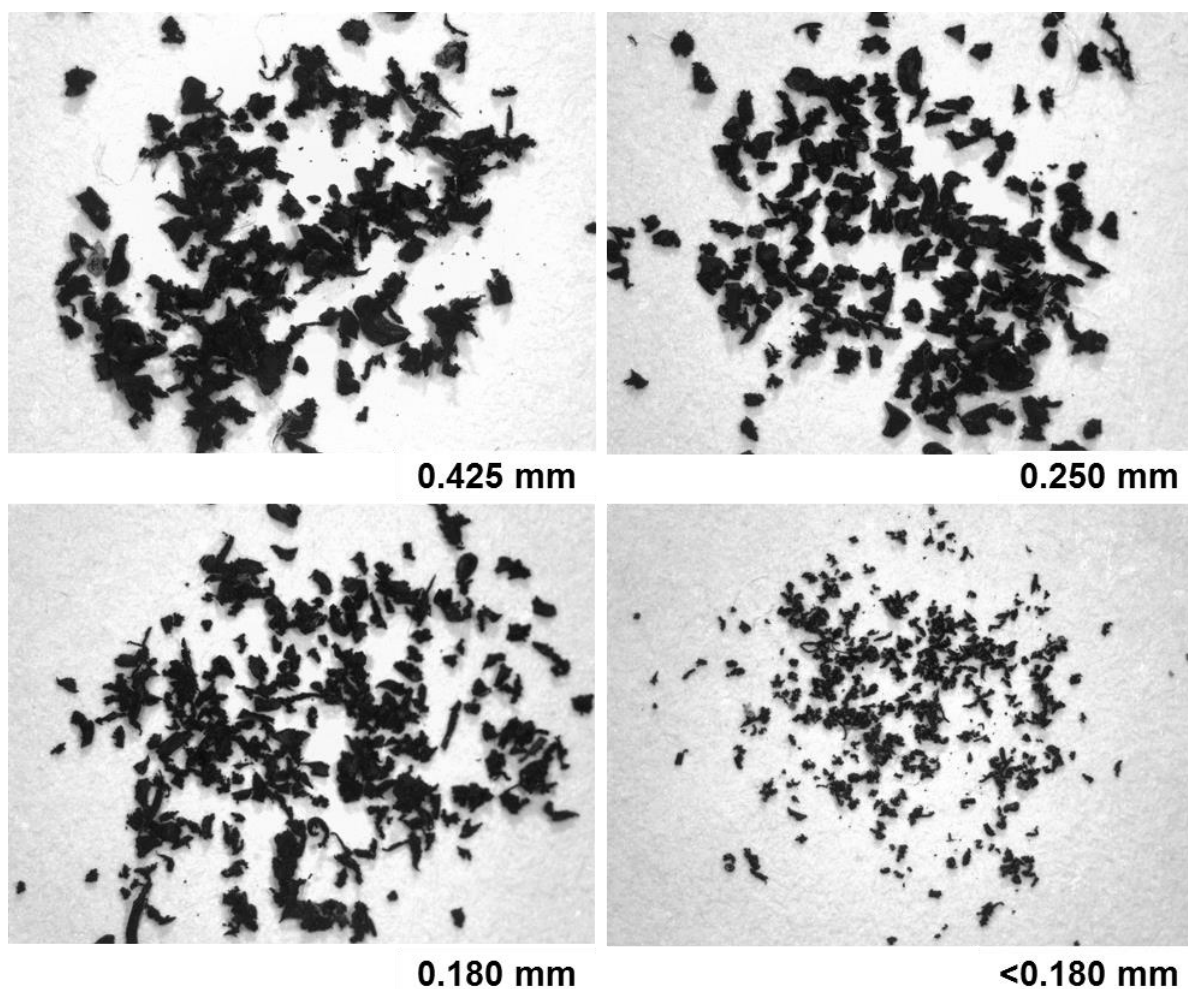


Fig. 1. Polvo de caucho reciclado usado en el estudio.

Adicionalmente, el segundo lote de membranas de caucho, membrana tipo 2 en Tabla 1, con dimensiones $170 \times 190 \times 10 \text{ mm}^3$ se usó para evaluar la distribución de fibras dentro de las mismas (ver Fig. 3(b)). Ambas membranas fueron fabricadas usando una placa neumática de compactación estática de laboratorio a una temperatura de 180°C . Para ello, la mezcla de polvo de caucho y fibras se colocó dentro de un marco de acero con las mismas dimensiones de las membranas

anteriormente definidas. Luego, la mezcla de polvo de caucho y fibras se distribuyó uniformemente dentro del marco evitando zonas con diferente densidad. Después de esto, la mezcla de polvo de caucho y fibras se colocó entre dos placas de compactación calientes con dimensiones de 600x600mm². Antes de comenzar la compactación, se colocó una placa separadora alrededor del marco con el fin de evitar el contacto directo entre los materiales y la placa caliente de compactación. La compactación se llevó a cabo de acuerdo a la función de presión-tiempo que se muestra en la Fig. 4. Después de la compactación, todas las membranas se extrajeron del compactador neumático y se colocaron bajo una masa prismática de 45kg durante aproximadamente 1800s (30min), hasta alcanzar la temperatura ambiente.

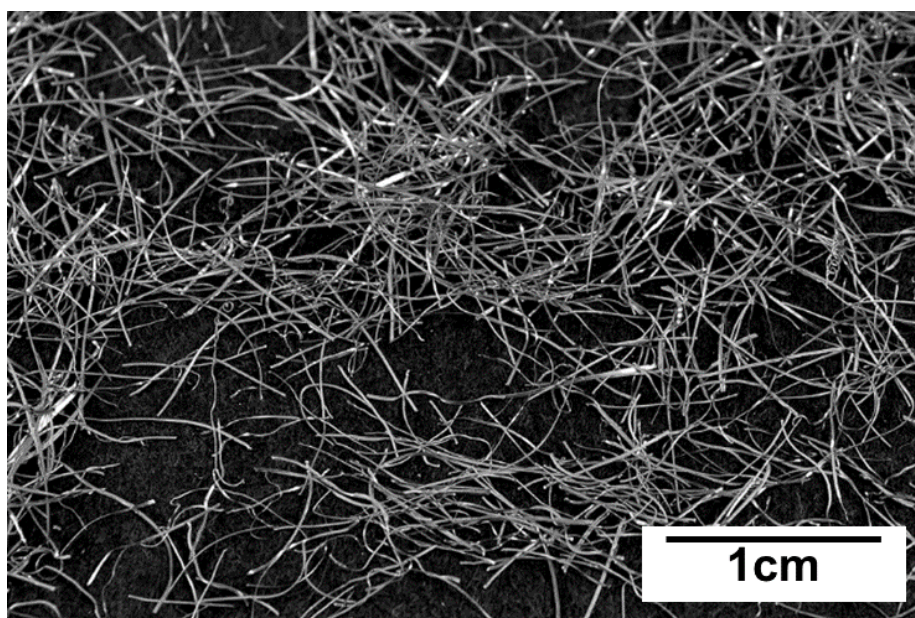


Fig. 2. Fibras de lana de acero cortadas manualmente.

Finalmente, se fabricaron un total de 16 membranas tipo 1 y 4 membranas tipo 2 de acuerdo a la metodología descrita anteriormente. Además, se cortaron como promedio 20 probetas normalizadas para el ensayo de tracción de forma aleatoria a partir de las membranas tipo 1 (ver Fig. 3(c)), que luego fueron pre-acondicionadas en cuatro estados antes del ensayo de tracción, de acuerdo a la siguiente configuración:

- Probetas secas: se acondicionaron las probetas del ensayo de tracción en una habitación a una temperatura controlada de 20°C durante 24 horas.
- Probetas saturadas en agua: primero, las probetas del ensayo de tracción fueron saturadas en vacío y posteriormente, se sumergieron en un baño de agua a 40°C durante 120 horas.

- Probetas en estado frío: se acondicionaron las probetas del ensayo de tracción en un congelador a una temperatura controlada de -30°C durante 24 horas.
- Probetas envejecidas: las probetas del ensayo a tracción se acondicionaron dentro de una estufa durante 240 horas a una temperatura de 85°C.

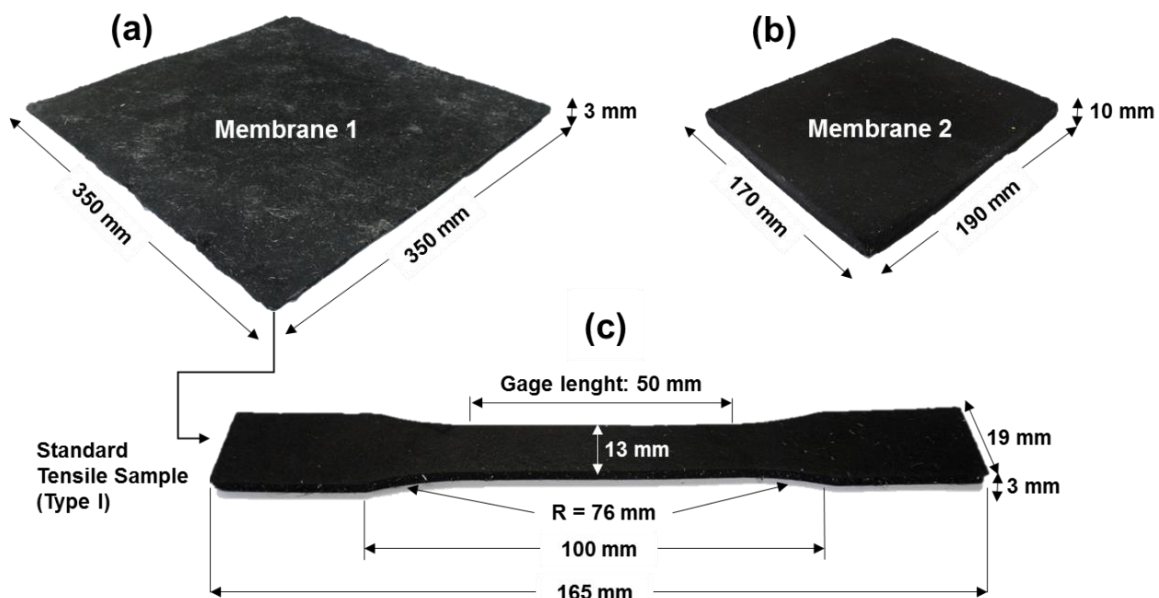


Fig. 3. Tipos de membrana y probetas normalizadas usadas en el estudio.

2.3 Densidad aparente y contenido de huecos en las probetas de ensayo

Con el fin de evaluar las propiedades físicas de las membranas de polvo de caucho con y sin fibras de lana de acero, se han determinado la densidad aparente y el contenido de huecos de aire de todas las probetas ensayadas a tracción. La densidad aparente se ha calculado como la relación entre la masa en seco y el volumen real de cada muestra de ensayo a tracción. Para ello, se han medido la masa en seco y el volumen real, obtenido a partir de la masa sumergida en agua, para cada probeta de ensayo. Adicionalmente, el contenido de huecos de cada probeta de ensayo se ha calculado en base al cálculo previo de la densidad aparente. Por lo tanto, como la masa en seco y el volumen teórico sin huecos dado por la geometría estándar de la probeta son conocidos, se ha calculado la densidad máxima teórica sin huecos para cada probeta del ensayo de tracción. Además, el contenido de huecos (CH) de cada probeta de ensayo se calculó como:

$$CH(\%) = \frac{\rho_{mt} - \rho_a}{\rho_{mt}} \quad (1)$$

Donde ρ_a es la densidad aparente de cada probeta, medida en g/cm^3 y ρ_{mt} es la densidad máxima teórica sin huecos de cada probeta del ensayo de tracción, medida en g/cm^3 . Finalmente, la densidad aparente y el contenido de huecos de cada membrana han sido calculados como el valor promedio de las 80 probetas ensayadas a tracción.

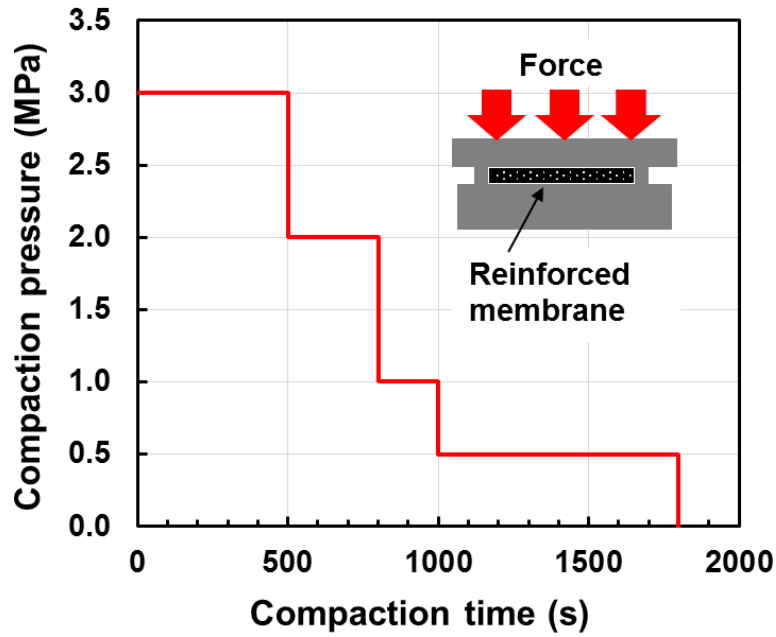


Fig. 4. Función presión-tiempo de compactación usada en la fabricación de la membrana.

2.4 Determinación de la longitud y el diámetro de las fibras

La longitud de 80 fibras de lana de acero se determinó mediante fotografías realizadas con un microscopio óptico empleando una magnificación de 30x y mediante la posterior medición de la longitud de fibras individuales con un programa de procesamiento de imagen (ImageJ®). Para ello, el programa de imagen consideraba que 148 píxeles eran equivalentes a una longitud de 1mm. Para concluir, se desarrolló un análisis de probabilidad con el fin de evaluar la distribución media de los resultados. Por otra parte, el diámetro promedio de las fibras fue calculado a partir de la medición de 10 fibras individuales usando un micrómetro digital calibrado, tomando para cada fibra tres medidas de repetición.

2.5 Morfología de las fibras de lana de acero

El aspecto superficial y la morfología de las fibras individuales se ha estudiado usando un Microscopio Electrónico de Barrido (JEOL JSM-6610/LV) disponible en el Centro de Biomateriales y Nanotecnología (CBN) de la Universidad del Bío-Bío. En este estudio, las fibras fueron examinadas antes y después de su mezcla y compactación mecánica.

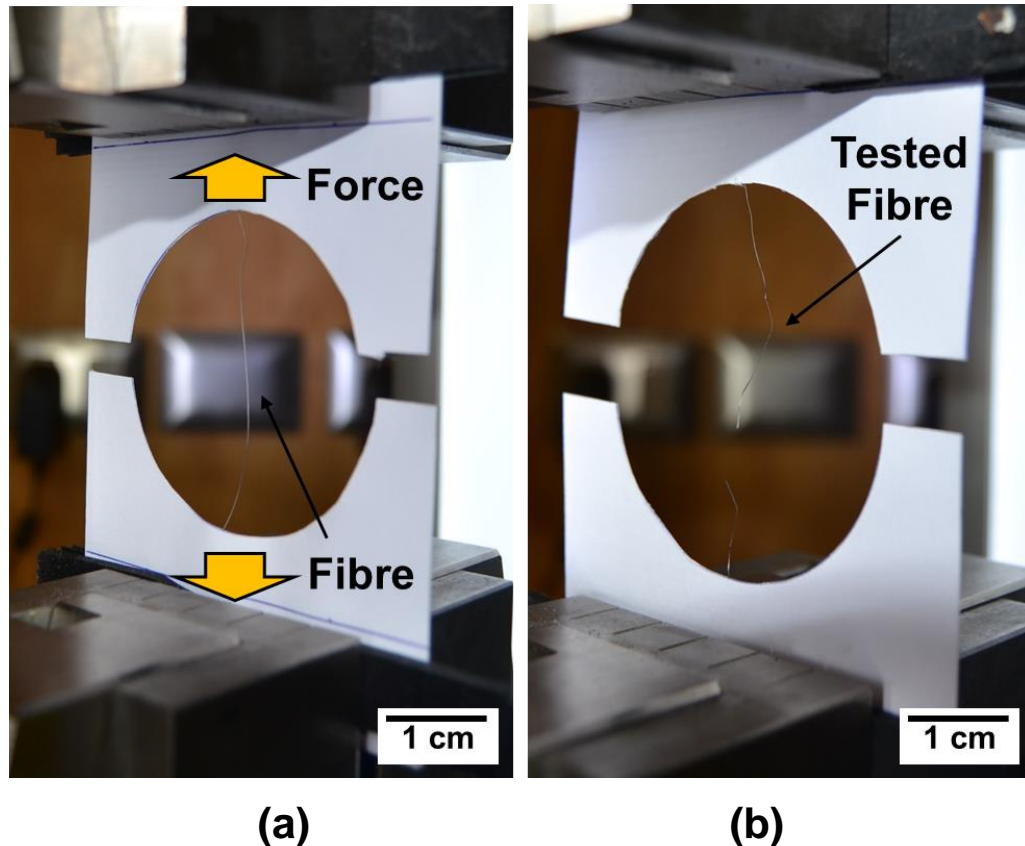


Fig. 5. Resistencia a la tracción de fibras individuales: (a) antes, y (b) después del ensayo.

2.6 Resistencia a tracción de las fibras individuales

La resistencia a tracción de las fibras individuales de lana de acero se midió empleando una máquina estática universal de ensayos Zwick/Roell con una célula de carga de 20kN y controlada por computador disponible en el CBN. De esta forma, después de medir el diámetro de cada fibra individual, éstas se pegaron por los extremos dentro de un marco de papel de $80 \times 100 \text{ mm}^2$ con aproximadamente 55mm de diámetro y se ensayaron a tracción hasta rotura, ver Fig. 5. Todos los ensayos se realizaron a una velocidad de 5 mm/min. La fuerza resistida por las fibras se definió como el valor medio obtenido a partir de 10 fibras.

2.7 Determinación de la distribución de las fibras en las membranas

Con el fin de evaluar la distribución de las fibras en las membranas, se ha medido la velocidad de pulso ultrasónico a través de membranas con y sin fibras utilizando un equipo de ultrasonidos. Los ensayos con ultrasonidos son una herramienta no-destructiva valiosa para determinar la integridad de materiales porosos (Norambuena-Contreras et al., 2010). Un equipo de ultrasonidos funciona mediante la generación de señales utilizando un transductor emisor, que son recibidas por un transductor receptor colocado en la superficie de la probeta (Tigdemir et al., 2004).

En este estudio, se ha usado un ensayo directo sobre una membrana, donde los transductores emisor y receptor estaban alineados en las caras opuestas de la membrana. Además, estos transductores estaban acoplados a la superficie de la membrana usando dispositivos que permitían la mayor transferencia de energía. De esta forma, la onda viajaba a través de la sección transversal y era capturada por el transductor receptor, localizado a una distancia (l) del transductor emisor, el cual al mismo tiempo convertía la energía mecánica de la onda en energía eléctrica (ver Fig. 6).

El tiempo de transmisión ultrasónica (t) se determinó electrónicamente en μs y la velocidad del pulso ultrasónico (V) se calculó utilizando la ecuación (2). Esta velocidad de pulso ultrasónico está relacionada con las propiedades físicas del material evaluado. Por lo tanto, las velocidades más bajas se asocian a materiales con mayor porosidad, mientras que una mayor velocidad de propagación del pulso implica materiales de baja porosidad o zonas con mayor densidad de materiales (por ejemplo, agrupaciones de fibras).

$$V = \frac{l}{t} \quad (2)$$

Con estos fines, el procedimiento consistió en aplicar una onda de compresión de alta frecuencia (kHz) sobre cuatro membranas con dimensiones $170 \times 190 \times 10 \text{ mm}^3$ y con cuatro diferentes porcentajes de fibras, usando un transmisor electro-acústico en contacto con una cara, a temperatura ambiente. La Fig. 6 muestra el dispositivo de ensayos de ultrasonidos utilizado en este estudio. Se utilizó un equipo ultrasónico Pundit Lab para generar los impulsos ultrasónicos a una frecuencia de 250kHz, donde los transductores emisor y receptor fueron piezoeléctricos. Además, se utilizó vaselina para evitar los huecos en la zona del contacto entre el transductor y la cara de la membrana. Por lo tanto, para desarrollar los ensayos en las cuatro membranas cada una se dividió en 16 cuadrículas de igual dimensión, y a continuación, las muestras se colocaron entre dos placas

fijas a fin de garantizar el paralelismo de la probeta (ver Fig. 6). Finalmente, después de verificar la calibración del equipo de ultrasonidos, se determinó el tiempo de transmisión ultrasónica (t_i) para cada i -ésima cuadrícula de la membrana. El valor de t_i se definió como el valor medio obtenido a partir de tres repeticiones. Por lo tanto, en base a la ecuación (2), la velocidad del pulso ultrasónico para la membrana evaluada puede representarse como una matriz bidimensional que contiene la velocidad ultrasónica (V_i) de cada cuadrícula medida, de la siguiente manera:

$$[V_i] = \frac{l_i}{t_i} = \begin{bmatrix} V_{i=1} & \cdots & V_{i=4} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ V_{i=13} & \cdots & V_{i=16} \end{bmatrix} \quad (3)$$

Donde l_i es el espesor de la cuadrícula 1, 2, 3... i -ésima en metros, respectivamente y V_i es la matriz bidimensional promedio de la velocidad ultrasónica de la membrana en m/s.

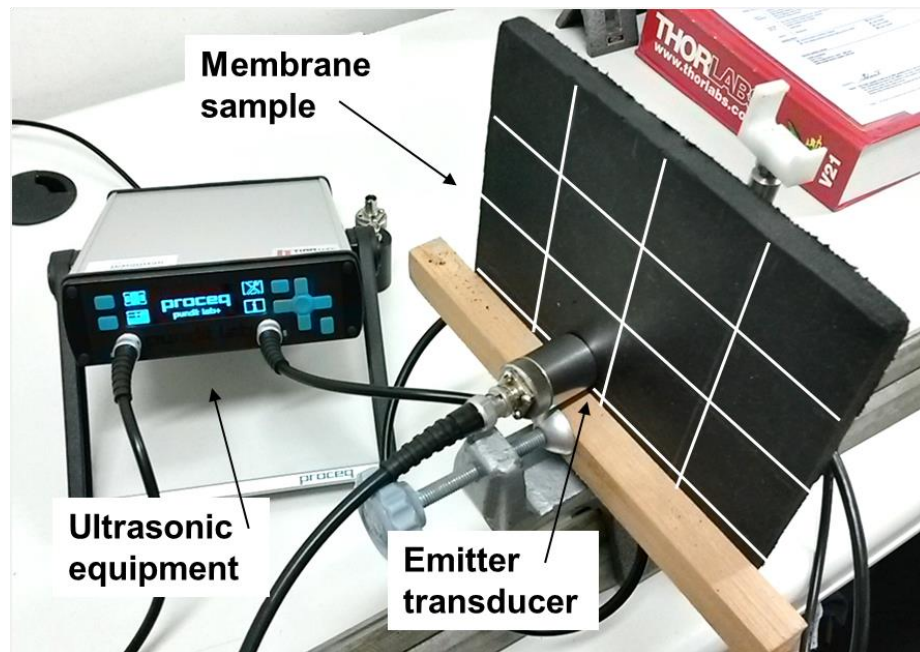


Fig. 6. Dispositivo de ensayo de ultrasonidos usado para evaluar la distribución de fibras dentro de las membranas.

2.8 Medida de clústeres de fibras dentro de las membranas

El porcentaje de clústeres de fibras (PC) de cada membrana reforzada ha sido estimado en base al cálculo previo de la matriz bidimensional de la velocidad ultrasónica. Por ello, basado en la hipótesis de que los clústeres de fibras se encuentran en las zonas con mayores velocidades ultrasónicas, el porcentaje de clústeres de fibras en la membrana reforzada se ha calculado como:

$$PC(\%) = \frac{A_c}{A_m} \quad (4)$$

Donde, A_c es el área de clústeres de fibras en la membrana calculado a una velocidad máxima específica V_{i-t} y A_m es el área total de la membrana de ensayo.

2.9 Resistencia a tracción de las probetas pre-acondicionadas

Con el objetivo de evaluar el efecto de las condiciones ambientales en las propiedades de las membranas, un total de 320 probetas han sido ensayadas a tracción. Para ello, se han realizado ensayos mecánicos de tracción de acuerdo a la norma ASTM D638-10, como ensayo comparativo entre las diferentes condiciones ambientales aplicadas. La resistencia a tracción de cada muestra pre-acondicionada (ver Fig. 3(c)) se calculó usando la máquina universal de ensayos estática Zwick/Roell con una célula de carga de 20kN y con control computarizado disponible en el CBN. Todos los ensayos se realizaron a una velocidad de 5 mm/min. Finalmente, se han calculado la resistencia a tracción, la deformación máxima, el módulo elástico al 10% de la deformación y la relación de Poisson, para cada probeta ensayada.

2.10 Variables experimentales evaluadas en el estudio

Finalmente, en la Tabla 2 se han representado las abreviaturas para las variables incluidas en este estudio. Se han analizado un total de 10 variables, de las cuales dos son referentes a las características de las fibras de lana de acero: el diámetro y la longitud de las fibras; cuatro están relacionadas con las propiedades físicas de las membranas: los porcentajes de fibras en la membrana, la densidad aparente, el contenido de huecos y el porcentaje de clústeres; y cuatro se definen en relación con las propiedades mecánicas de las membranas: la resistencia a tracción, la deformación bajo carga máxima, el módulo elástico y la relación de Poisson.

Tabla 2. Variables incluidas en el estudio experimental.

Clasificación	Nombre	Abreviación	Unidad
1. Características de las fibras	Diámetro de fibras	DF	mm
	Longitud de fibras	LF	mm
2. Propiedades físicas de las membranas	Porcentaje de fibras	PF	%
	Densidad aparente	DA	g/cm ³
	Contenido de huecos	CH	%
	Porcentaje de clústeres	PC	%
3. Propiedades mecánicas de las membranas	Resistencia a tracción	FT	N
	Deformación bajo carga máxima	DT	mm
	Módulo elástico (al 10%.def)	E	MPa
	Relación de Poisson	v	(-)

3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Longitud y diámetro de las fibras antes de la mezcla y compactación

Las fibras de lana de acero deben tener una longitud óptima con el fin de garantizar una buena distribución e integración en la matriz de caucho. Por lo tanto, se ha desarrollado un análisis probabilístico considerando todos los resultados de longitud con el objetivo de demostrar que la longitud de las fibras cortadas mecánicamente sigue una ley de probabilidad. Para ello, todas las fibras con el mismo diámetro e independientemente de su longitud original, se han representado como una función de distribución de probabilidad de tipo Weibull, ver Fig. 7(a). Éste puede ser considerado un buen ajuste debido al hecho de que todos los resultados, independientemente de su longitud original se pueden alinear en una recta con pendiente 1:1. Este resultado es similar al publicado por otros autores tras realizar estudios sobre las fibras de lana de acero en materiales compuestos (García et al., 2013b). La función de distribución de probabilidad de tipo Weibull se ha empleado en este análisis como una función de daño del material, teniendo en cuenta que el corte de las fibras se produce debido al esfuerzo de cizalla que ocurre durante cada ciclo mecánico de corte vibratorio. Además, con el fin de conocer la probabilidad de ocurrencia de la variable analizada, la Función de Distribución Acumulada (FDA) para la longitud de las fibras también ha sido representada en la Fig. 7(b). En base a esta Figura, la probabilidad acumulada para conseguir una cierta longitud de la fibra antes de la mezcla y la compactación se ha calculado como:

$$P_a = \frac{i - 0.5}{n} \quad (5)$$

Donde P_a es la probabilidad acumulada para una longitud de fibra determinada, n es el número de fibras medidas inicialmente e i es la longitud de cada fibra ajustada a la función de distribución de probabilidad de Weibull.

A partir de la Fig. 7(b), se puede demostrar que independientemente de la cantidad de fibras de lana de acero añadidas a la matriz de caucho, hay una alta probabilidad de que la mayoría de las fibras sean largas. Por ejemplo, la probabilidad de que las fibras sean mayores a 7mm es del 50 % mientras que la probabilidad de obtener fibras cortas es cuatro veces menor. Como se puede ver, hay una probabilidad del 10% de que las fibras sean inferiores a 4mm. En consecuencia, la longitud de las fibras oscila entre 3.2 y 9.8mm, siendo la longitud promedio de 7mm. Este valor puede ser considerado como una fibra larga de acuerdo a los resultados obtenidos en un estudio previo usando

fibras de diferentes tamaños (García et al., 2014b). Por otro lado, el diámetro de las fibras calculado a partir de la medida de 10 fibras individuales usando un micrómetro digital calibrado, ha sido en promedio 0.157mm. Este valor puede considerarse como una fibra gruesa en relación a los resultados obtenidos en un estudio previo que empleaba fibras de lana de acero con diferentes diámetros (Gallego et al., 2013; García et al., 2014b).

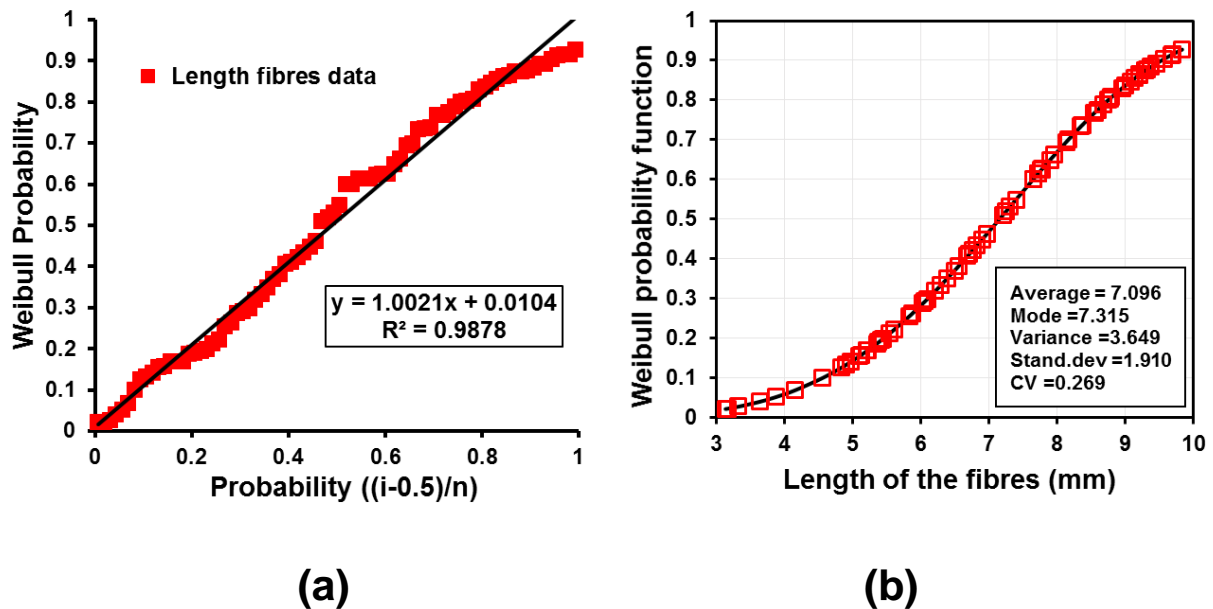


Fig. 7. Resultados del análisis de probabilidad sobre la longitud de fibras: (a) gráfico de probabilidad-probabilidad, y (b) función de distribución acumulada en base a la función de probabilidad Weibull.

Adicionalmente y con el fin de confirmar este resultado, se ha realizado una caracterización de fibras individuales usando un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM). Como ejemplo, en la Fig.8 se muestran el aspecto superficial y morfológico (Fig.8(a)), y la sección transversal de la fibra (Fig.8 (b)). En estas Figuras, se puede observar que las fibras de lana de acero presentan algunos defectos en su longitud y sección transversal. La razón es que las fibras de lana de acero fueron cortadas de cables de acero de mayor diámetro (aproximadamente 2mm). Las cuchillas utilizadas para ello se sometieron a diferentes tipos de vibraciones, que crearon defectos en la superficie de la fibra, ver Fig. 8(a). Finalmente y de acuerdo a esto, la sección transversal de las fibras puede presentar distintos diámetros dependiendo de la vibración de corte, ver Fig.8 (b). En este estudio, se ha considerado como valor representativo el mayor diámetro medido de las fibras, debido a que supone una mayor superficie en contacto con la matriz de caucho.

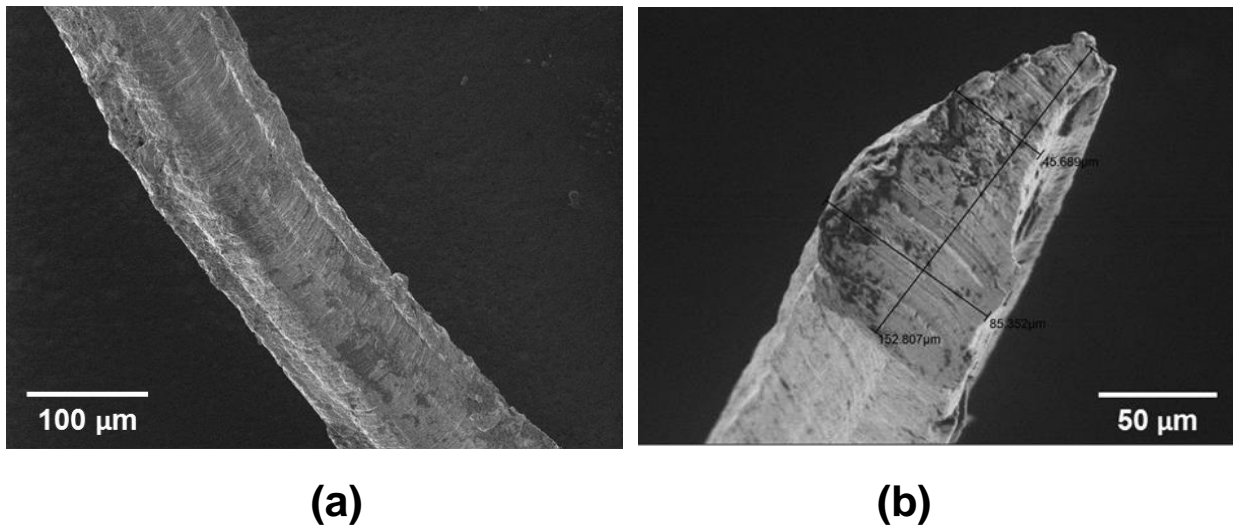


Fig. 8. Imágenes SEM de fibras de lana de acero antes de la mezcla y compactación: (a) aspecto superficial y morfología de la fibra, y (b) sección transversal de la fibra.

3.2 Propiedades físicas de las probetas de ensayo a tracción y membranas

La Fig.9 muestra todos los resultados de la densidad aparente medidos en las probetas de ensayo de tracción en función del contenido de huecos en las mismas. En esta Figura, se puede observar que la relación entre el contenido de huecos y la densidad aparente de las probetas es lineal, y que la densidad se reduce con el incremento del contenido de huecos. Adicionalmente, en la Fig.9 se puede observar que el valor más bajo de densidad aparente obtenido fue para la membrana de referencia sin fibras (densidad aparente promedio 1134g/cm^3), mientras que un mayor porcentaje de fibras como 0,5%, 1% y 2% presentaron valores de densidad aparente promedio más altos ($1,142\text{g/cm}^3$, 1164g/cm^3 y 1.216g/cm^3 , respectivamente). Este aumento de densidad se puede explicar mediante la regla de las mezclas en materiales compuestos (Newell, 2009), que establece que la densidad de un material compuesto (ρ_c) puede obtenerse como la suma lineal de la multiplicación de las densidades y volúmenes proporcionados por cada materia prima en el compuesto, como sigue:

$$\rho_c = \rho_m V_m + \rho_f V_f \quad (6)$$

Donde ρ_m y V_m son la densidad específica y la proporción en volumen de la matriz de caucho en la membrana con fibras y ρ_f y V_f son la densidad y la proporción de volumen de fibras de lana de acero en la membrana, respectivamente. Por ello, de la Ecuación (6) y considerando que la matriz de caucho tiene una densidad de 1189g/cm^3 y las fibras de 7180g/cm^3 , cuanto mayor es el

porcentaje de fibras en la membrana, mayor es la densidad de la membrana reforzada. Además, en la Fig.9 se observa que las membranas con mayor porcentaje de fibras presentan mayor contenido de huecos y dispersión de los datos. De acuerdo a esto, puede observarse que el menor contenido de huecos se obtuvo en la membrana de referencia sin fibras (contenido de huecos promedio de 4.61%). Esto ocurre debido a que la superficie específica total es menor que en los casos donde se usaron fibras.

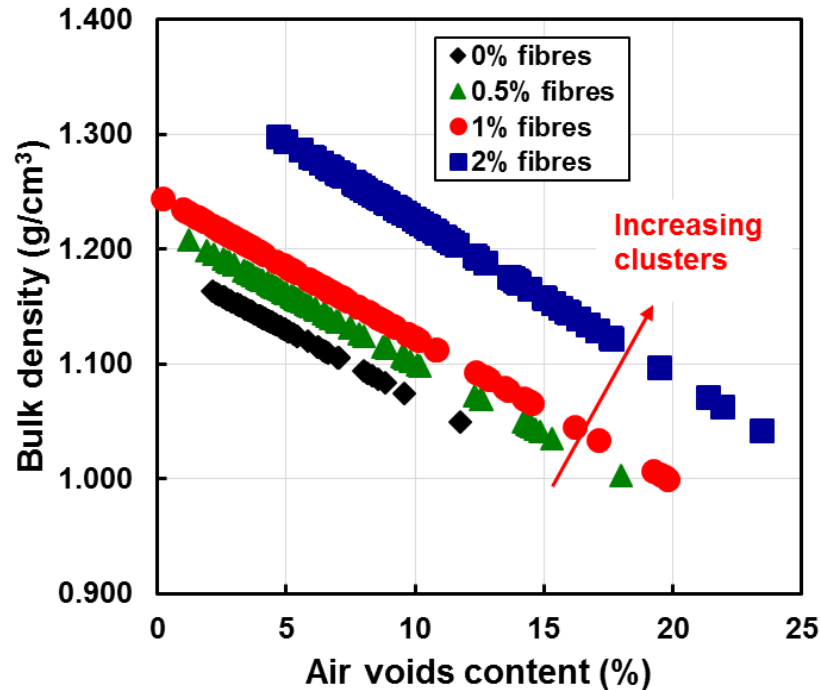


Fig. 9. Densidad aparente de las probetas del ensayo de tracción en función del contenido de huecos de las mismas.

El segundo punto a destacar en la Fig. 9 son los datos del contenido de huecos en el caso de tener 0,5% y 1% de fibras, donde se obtuvieron 6.57% y 6.70% de huecos promedio, respectivamente. Además, en el caso de las probetas con 2% de fibras se obtuvo un menor contenido de huecos (10.69% de huecos promedio). Esto ocurre debido a que, como se puede ver en la Fig.7 (b), la membrana con mayor porcentaje de fibras tiene más probabilidad de tener fibras largas y por lo tanto un mayor incremento del volumen total en la membrana debido a la formación de grupos de fibras. Sin embargo, estos resultados podrán ser mejor entendidos cuando se analice la distribución de fibras en las membranas.

3.3 Distribución de las fibras y existencia de clústeres en las membranas

En la Fig.10 se muestran los resultados medios obtenido para la velocidad del pulso ultrasónico dentro de las membranas para los cuatro diferentes porcentajes de fibras. De esta forma, la Fig.10(a) representa la membrana de polvo de caucho de referencia sin fibras, la Fig.10 (b) representa una membrana con un 0.5% de fibras cortas y largas, la Fig.10(c) representa una membrana con un 1% de fibras cortas y largas, y la Fig.10 (d) representa una membrana con un 2% de fibras cortas y largas. En estas Figuras, la velocidad del pulso ultrasónico en las membranas evaluadas se ha representado como una matriz bidimensional que contiene la velocidad promedio medida en cada cuadrícula y la distribución de acuerdo a la Ecuación (3).

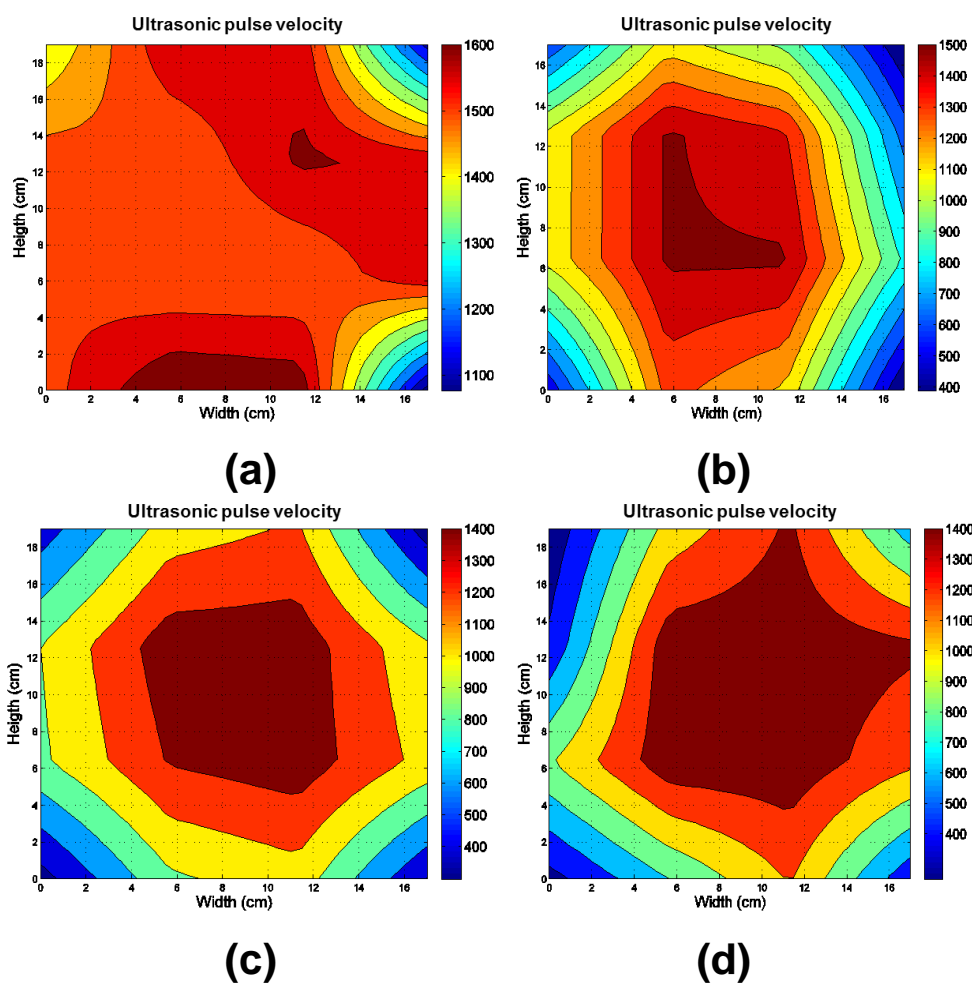


Fig. 10. Resultados medios de la velocidad del pulso ultrasónico en membranas con: (a) 0% fibras, (b) 0.5% fibras, (c) 1% fibras, y (d) 2% fibras.

En consecuencia, los resultados de la velocidad del pulso ultrasónico se pueden interpretar como una representación cualitativa de la distribución de fibras dentro de las membranas después del proceso de fabricación. De esta forma, las menores velocidades (400 a 900m/s) pueden asociarse a

zonas con mayor contenido de huecos o a áreas con buena distribución de fibras, mientras que las mayores velocidades (1000 a 1500m/s) pueden asociarse a zonas con menor contenido de huecos de aire o a áreas con mayor densidad y peores distribuciones de fibras, por ejemplo, zonas con clústeres de fibras de menor o mayor densidad. Así, la membrana de referencia sin fibras muestra un comportamiento uniforme registrando mayor velocidad del pulso ultrasónico, lo que representa una membrana con una menor distribución de huecos. Sin embargo, en el caso de las membranas con fibras (Fig.10 (b), (c) y (d)), se puede observar que la distribución de fibras es muy similar en las distintas membranas, incluso cuando se usaron diferentes porcentajes y longitudes de fibras (ver Fig. 2). Este fenómeno se puede explicar debido al proceso de mezcla manual de las membranas con fibras, en el cual las fibras pueden separarse en dos grupos: fibras cortas y largas. Como resultado, las fibras largas pueden producir clústeres en el área central de las membranas (zonas con mayores velocidades del pulso ultrasónico).

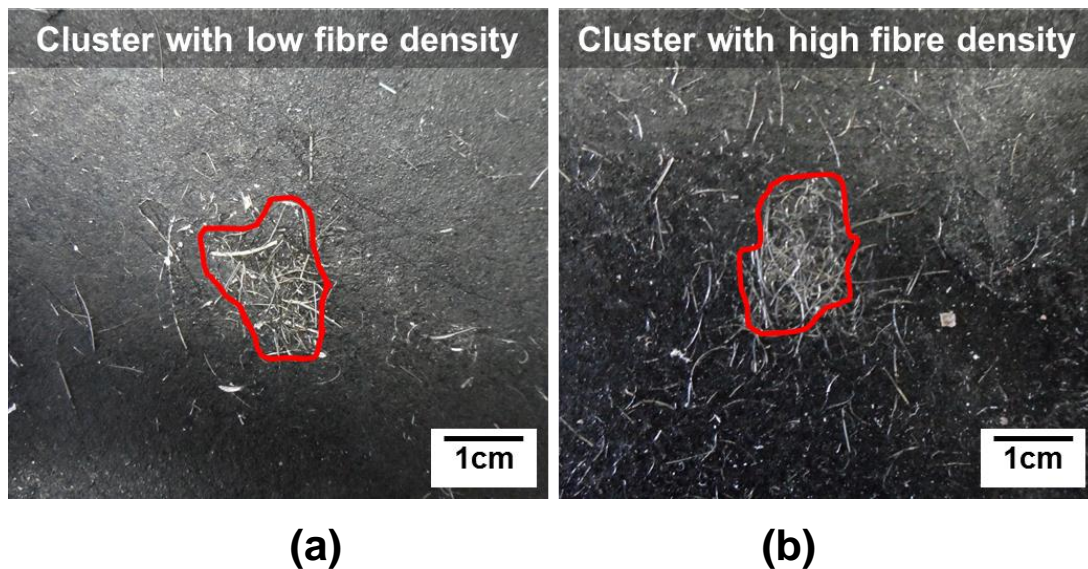


Fig. 11. Ejemplos de la existencia de clústeres de fibras en las membranas con: (a) 0.5% fibras, y (b) 2% fibras.

Como conclusión, se puede establecer que las fibras cortas presentan una mejor distribución dentro de las membranas reforzadas. Además, cuando las fibras largas no se dispersan durante el proceso de mezcla, pueden aparecer agrupaciones (fibras enredadas) con una menor o mayor densidad de fibras (ver Fig. 11). En este contexto, la Fig. 12 muestra imágenes SEM de fibras de lana de acero después del proceso de mezcla y compactación. En esta Figura, se ha encontrado que la formación de clústeres ocurrió debido a la elevada adherencia y flexibilidad que presentan las fibras al ser enredadas con otras. Por lo tanto, la formación de grupos de fibras en las membranas puede tener

un efecto negativo en las propiedades mecánicas de las mismas, ya que estos grupos representan puntos débiles en la matriz de caucho (García et al., 2013b). Además, de acuerdo a los resultados obtenidos después de aplicar la Ecuación (3), el porcentaje de clústeres calculado en las membranas con 0.5%, 1% y 2% de fibras a una velocidad límite $V_{i-t}=1200$ m/s, fue de 22%, 25% y 44% respectivamente.

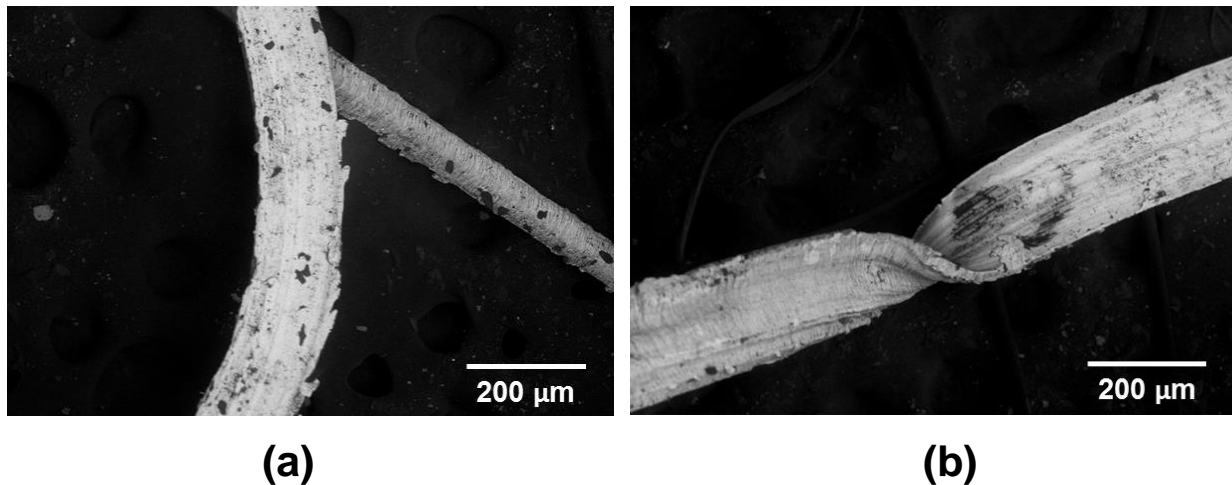


Fig. 12. Imágenes SEM de fibras de lana de acero después de la mezcla y compactación: (a) aspecto superficial y morfología de la fibra con partículas de polvo de caucho adheridas, y (b) sección transversal flexible de la fibra.

Este resultado demuestra que cuanto mayor sea el porcentaje de fibras en la membrana, mayor es la probabilidad de que aparezcan grupos de fibras (ver áreas rojas no uniformes en las Fig. 10(b) a la Fig. 10(c)). En consecuencia, también se puede concluir que el porcentaje de clústeres, así como el contenido de huecos, son altamente dependientes del porcentaje de fibras en la membrana. Debido a eso, también se puede observar que el contenido de huecos en las membranas aumenta con el número de grupos de fibras (véase, Fig. 10 y Fig. 11). Esto comprueba los resultados obtenidos en un estudio previo en el cual se usaron fibras de lana de acero en materiales compuestos (García et al., 2013a and 2013b). Finalmente, una solución para mejorar la distribución de fibras en las membranas sería aumentar la velocidad de mezclado durante el proceso manual o intentar usar un proceso estándar de mezclado mecánico. Otra solución puede ser reducir la longitud de las fibras, por ejemplo, se podrían recomendar fibras no mayores a 4 mm. En resumen, durante esta investigación se ha observado que las fibras cortas presentan una mejor distribución que las fibras largas, que muestran una deficiente distribución.

3.4 Propiedades de las membranas en condiciones secas

En la Tabla 3 se han resumido las características de las fibras y sus propiedades físicas y mecánicas para todas las membranas evaluadas bajo la condición seca. En esta Tabla, se puede observar que las propiedades físicas promedio de las membranas aumentan con el porcentaje de fibras.

Tabla 3. Características de las fibras y propiedades de las membranas en condición seca.

Características medias de las fibras		Promedio de propiedades volumétricas de las membranas				Promedio de propiedades mecánicas de las membranas			
DF (mm)	LF (mm)	PF (%)	DA (g/cm ³)	CH (%)	PC (%)	FT (N)	DT (mm)	E (MPa)	v (-)
		0.5	1.142	6.57	22	57.25	13.03	3.52	0.25
0.157	7.096	1	1.164	6.70	25	51.23	11.88	4.05	0.24
		2	1.216	10.69	44	47.54	10.00	4.56	0.31
Membrana de referencia		-	1.134	4.61	-	65.62	13.03	3.58	0.24

De esta forma, se ve que la densidad aparente (DA) y el contenido de huecos (CH) en las membranas aumenta con el número de clústeres de fibras y que el porcentaje de clústeres (PC) es altamente dependiente del porcentaje de fibras (PF). Además, en la Tabla 3, se puede ver que el menor contenido de huecos se obtuvo en la membrana de referencia sin fibras (CH promedio 4.61%), mientras que la membrana con un 2% de fibras (CH promedio 10.69%) tiene un mayor contenido de huecos que el resto de las membranas con fibras (0.5% y 1%). Esto ocurre porque, en el caso de añadir un 2% de fibras, existe un mayor volumen total consecuencia de una mayor cantidad de fibras largas que en las membranas con un menor porcentaje de fibras, ver Fig.10. Además, en cuanto a las propiedades mecánicas de las membranas mostradas en la Tabla 3, se puede ver que el módulo elástico (E) y la razón de Poisson (v) de las membranas, aumenta con el porcentaje de fibras. Sin embargo, la resistencia a tracción promedio (FT) y la deformación (D) de las membranas se redujeron con el porcentaje de fibras (PF). Esto ocurre porque la presencia de fibras en las membranas tiende a rigidizar el material. Este comportamiento se puede apreciar mejor en la Fig.13. Esta Figura muestra las curvas tensión-deformación promedio de las membranas con y sin fibras comparada con la curva promedio de una fibra individual de lana de acero. De esta Figura, se puede concluir que la presencia de fibras en las membranas aumenta la rigidez y resistencia y por lo tanto, mejora los valores del módulo elástico en las membranas calculado a una deformación del 10%. Sin embargo, la contribución mecánica de las fibras de lana de acero en la resistencia a tracción de las membranas fue baja, comparando el eje Y de resistencia a tracción de

la membrana y de la fibra en la Fig. 13. Como conclusión, se puede decir que las fibras añadidas a la matriz de caucho pueden modificar en un mayor o menor grado las propiedades físicas y mecánicas de las membranas evaluadas bajo condiciones secas, y que este comportamiento es altamente dependiente del porcentaje de fibras incorporado a la matriz de caucho.

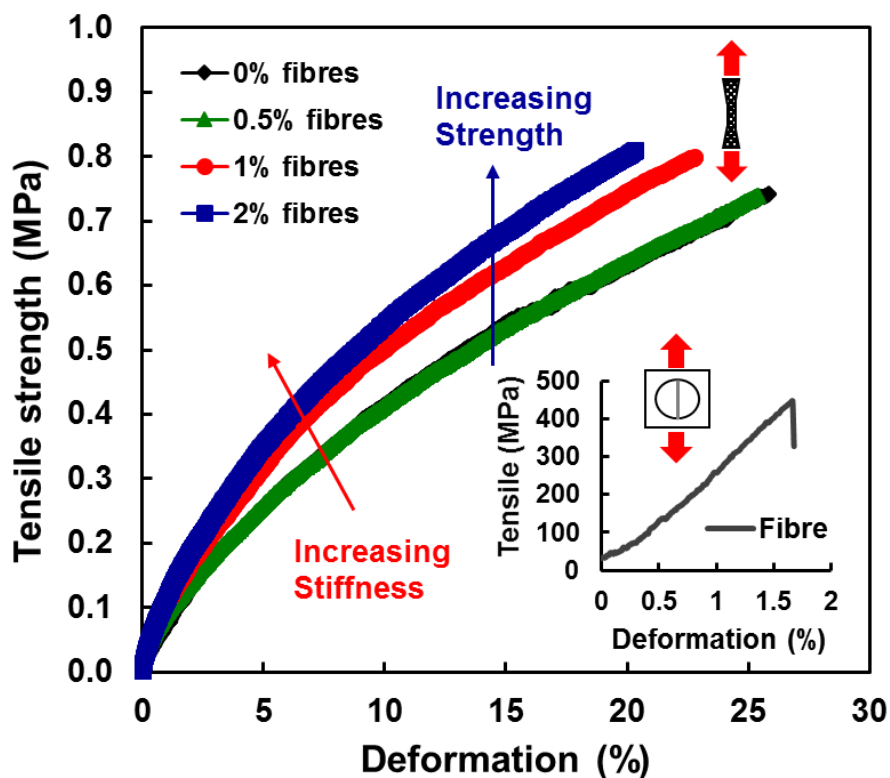


Fig. 13. Curva tensión-deformación promedio de las membranas con y sin fibras comparada con la curva de una fibra.

Adicionalmente, en la Tabla 3 se puede observar que el porcentaje de fibras en la matriz de caucho no tiene una notable influencia en la resistencia a tracción de las membranas ensayadas bajo condiciones secas. Para apoyar estas conclusiones, en la Fig. 14 se han representado los gráficos de probabilidad-probabilidad para la resistencia a tracción (Fig. 14(a)) y para la deformación (Fig. 14(b)) usando una función de distribución normal, para todos los resultados de las probetas del ensayo a tracción en condiciones secas e independientemente del porcentaje de fibras. En estas Figuras, se puede observar que todos los resultados se pueden alinear a una recta con pendiente 1:1, lo cual indica que el porcentaje de fibras no afecta significativamente a las propiedades mecánicas de las membranas ensayadas bajo condiciones secas. Por último, cabe destacar que el contenido de huecos en las membranas independientemente del porcentaje de fibras, tuvo una gran

influencia en la resistencia a tracción de las membranas ensayadas en condiciones secas (ver Fig. 15(a)). Este resultado será discutido en la siguiente sección.

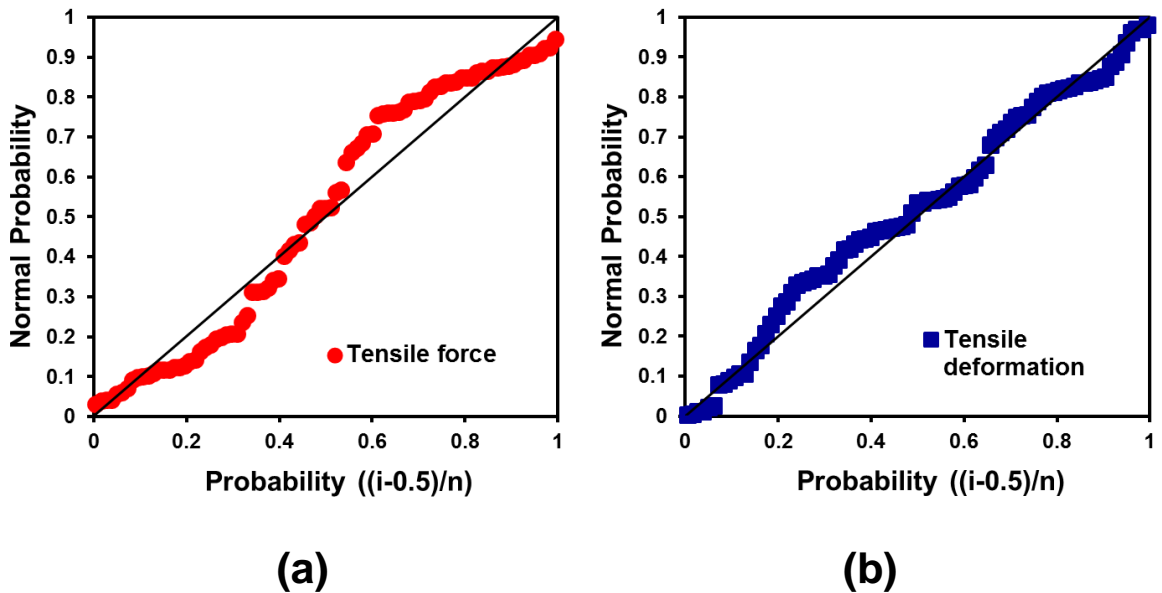


Fig. 14. Gráfico probabilidad-probabilidad Normal para: (a) fuerza de tracción máxima, y (b) deformación en tracción máxima.

3.5 Influencia de las condiciones ambientales en las propiedades mecánicas

La Fig.15 representa la relación entre la resistencia a tracción y el contenido de huecos para las probetas pre-acondicionadas bajo diferentes condiciones ambientales: seca (Fig.15(a)), saturada en agua (Fig.15(b)), fría (Fig.15(c)) y envejecida (Fig.15(d)). En estas figuras, se observa que la resistencia a tracción decrece exponencialmente al aumentar el contenido de huecos en las membranas. Como referencia, en la Fig. 15(a), las probetas del ensayo de tracción en condiciones secas mostraron una resistencia a tracción relativamente más baja que el resto de las probetas pre-acondicionadas bajo diferentes condiciones ambientales. Para confirmar este resultado, la Tabla 4 muestra un resumen de las propiedades mecánicas promedio obtenidas de las probetas de ensayo pre-acondicionadas y mostradas en la Fig. 15. En general, de la Tabla 4 y Fig. 15, se puede concluir que el comportamiento de la resistencia a la tracción de las membranas con fibras de lana de acero puede variar positivamente dependiendo del tipo de condición ambiental a la que se exponga la membrana. Adicionalmente, se ha encontrado que las muestras de ensayo con un 2% de fibras de lana de acero muestran una resistencia a tracción mayor que las muestras con un 0.5% y 1% de fibras (ver Fig.15 y Tabla 4).

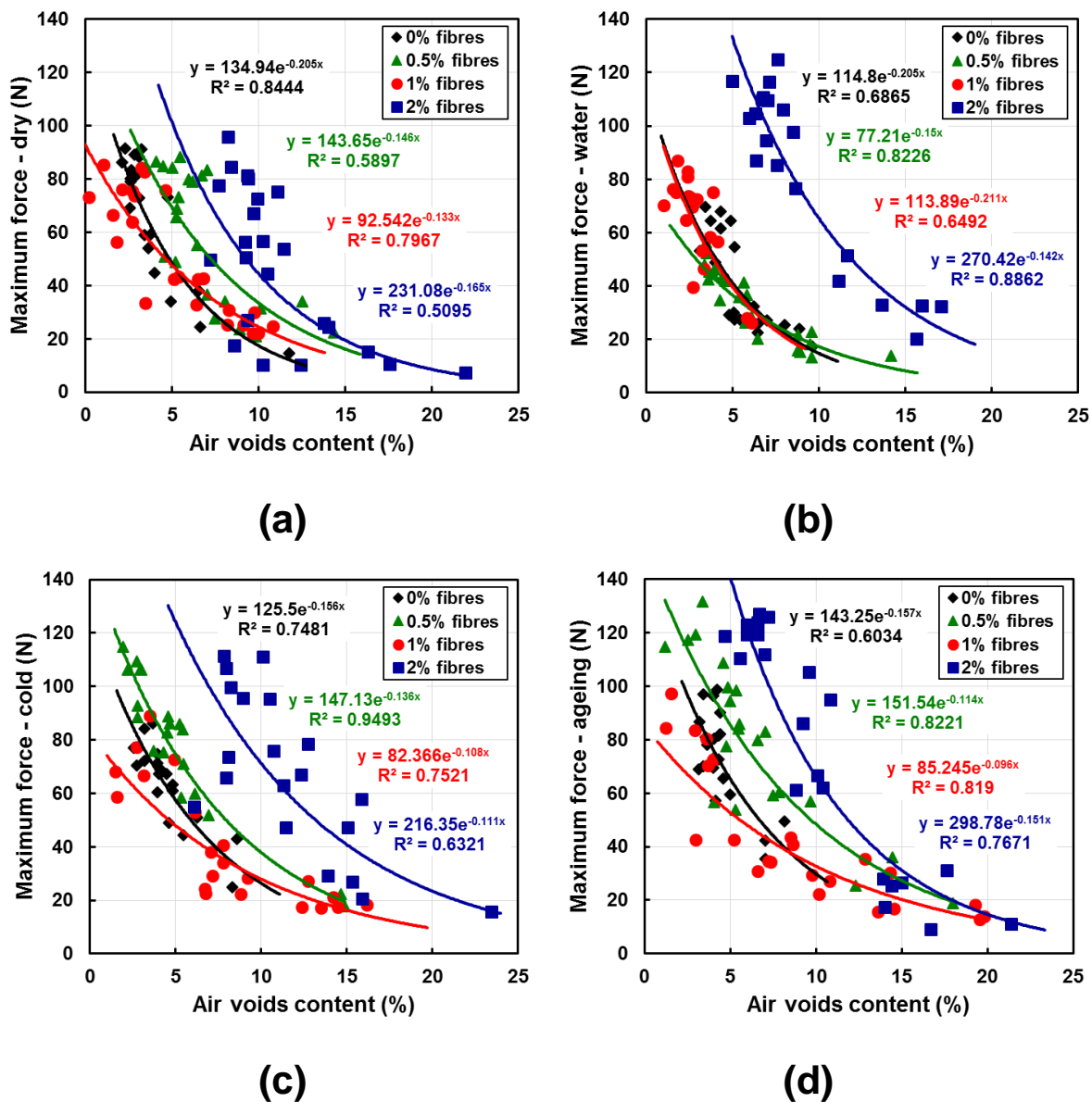


Fig. 15. Resultados de resistencia a tracción en función del contenido de huecos obtenidos para las probetas pre-acondicionadas bajo: (a) condición seca, (b) condición saturada en agua, (c) condición fría, y (d) condición envejecida.

En resumen, las fibras de lana de acero y las condiciones ambientales mejoran la resistencia a tracción de las membranas, pero como el contenido de huecos aumenta con el porcentaje de fibras (ver Fig.9), los efectos favorables se pueden ver reducidos. Tal como ha sido explicado en las secciones anteriores, el contenido de huecos depende principalmente del porcentaje de grupos de fibras en la membrana, el cual también está relacionado con la longitud de fibras y el porcentaje de fibras en la membrana (ver Tabla 3).

Tabla 4. Propiedades mecánicas promedio de las probetas de ensayo pre-acondicionadas.

1. Propiedades mecánicas promedio de las probetas bajo condición seca				
PF (%)	FT (N)	DT (mm)	E (MPa)	v (-)
0.5	57.25	13.03	3.52	0.25
1	51.23	11.88	4.05	0.24
2	47.54	10.00	4.56	0.31
Ref.	65.62	13.03	3.58	0.24
2. Propiedades mecánicas promedio de las probetas bajo condición saturada en agua				
PF (%)	FT (N)	DT (mm)	E (MPa)	v (-)
0.5	33.69	12.08	3.43	0.24
1	63.69	14.52	4.59	0.27
2	82.72	14.01	5.21	0.27
Ref.	41.57	13.45	3.18	0.23
3. Propiedades mecánicas promedio de las probetas bajo condición fría				
PF (%)	FT (N)	DT (mm)	E (MPa)	v (-)
0.5	79.22	12.88	3.62	0.25
1	40.20	11.16	4.04	0.28
2	67.16	11.40	4.89	0.22
Ref.	63.91	13.35	3.90	0.23
4. Propiedades mecánicas promedio de las probetas bajo condición de envejecimiento				
PF (%)	FT (N)	DT (mm)	E (MPa)	v (-)
0.5	79.15	12.65	4.59	0.24
1	42.62	10.51	4.65	0.25
2	76.11	12.77	5.00	0.26
Ref.	73.13	13.00	4.28	0.25

Por otro lado, con el fin de identificar que condición ambiental afectó en mayor o menor grado la resistencia a tracción de las membranas, se ha definido un Factor de Resistencia a la Tracción (FRT) como la relación entre la resistencia a tracción de las probetas pre-tratadas (FT tratada) y no pre-tratadas (FT no tratada) de las muestras de ensayo bajo una condición ambiental equivalente y el mismo porcentaje de fibras:

$$FRT = \frac{FT(N)_{tratada}}{FT(N)_{no-tratada}} \quad (6)$$

Por lo tanto, para evaluar la influencia causada por las condiciones ambientales en las membranas reforzadas con fibras, se ha calculado el promedio de los valores de FRT para todas las probetas del ensayo de tracción. Los valores calculados de FRT pueden observarse gráficamente en la Fig.

16. En esta Figura, se representan los datos de FRT después de los diferentes pre-tratamientos en función del porcentaje de fibras. A partir de estos resultados, se puede verificar que las condiciones ambientales mejoraron la resistencia a tracción de las membranas con fibras, y que esta mejora fue mayor en membranas con un 2% de fibras, seguido de un 0,5% y 1% de fibras. Esto ocurre debido a que las membranas con un alto porcentaje de fibras presentan mayor rigidez y por lo tanto un mayor modulo elástico, lo que hace que estas membranas puedan presentar un aumento de la resistencia frente a los daños ambientales, pudiendo presentar incluso una notable mejora.

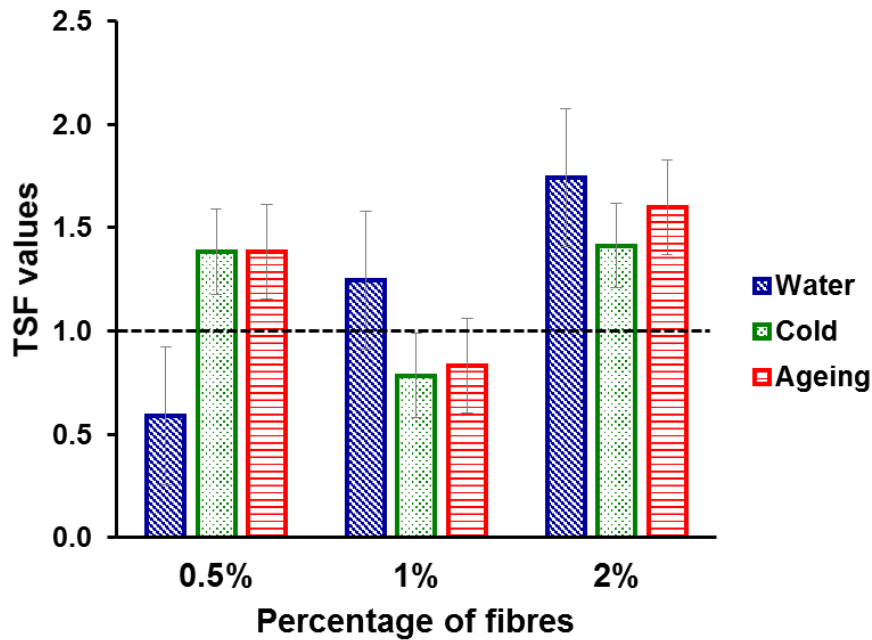


Fig. 16. Resultados promedio del Factor de Resistencia a la Tracción (FRT) en función del porcentaje de fibras.

Como resumen de los valores de FRT en la Fig. 16, se puede observar que las condiciones de saturación en agua (promedio FRT 1.740), frío (promedio FRT 1.413) y envejecimiento (promedio FRT 1.601), presentaron una influencia positiva sobre el valor de resistencia a la tracción de las membranas con un 2% de fibras. Sin embargo, en membranas con un 1% de fibras, las condiciones de frío (promedio de FRT: 0.785) y envejecimiento (promedio de FRT: 0.832), presentaron una influencia negativa en la resistencia a tracción, mientras que la condición de saturación en agua (promedio de FRT: 1.243) ha presentado una influencia positiva. Por el contrario, las condiciones de frío (promedio de FRT: 1384) y envejecimiento (promedio de FRT: 1383), presentaron una influencia positiva en la resistencia a tracción en las membranas con 0.5% de fibras, mientras que la condición de saturación en agua (promedio de FRT: 0.588) ha presentado una influencia

negativa. Sin embargo, como se muestra mediante las barras de error en la Fig. 16, estos resultados medios de FRT pueden no ser representativos de las membranas con 0,5% y 1% de fibras. Como conclusión, en todos los casos, las fibras de lana de acero y las condiciones ambientales podrían mejorar la resistencia a la tracción de las membranas.

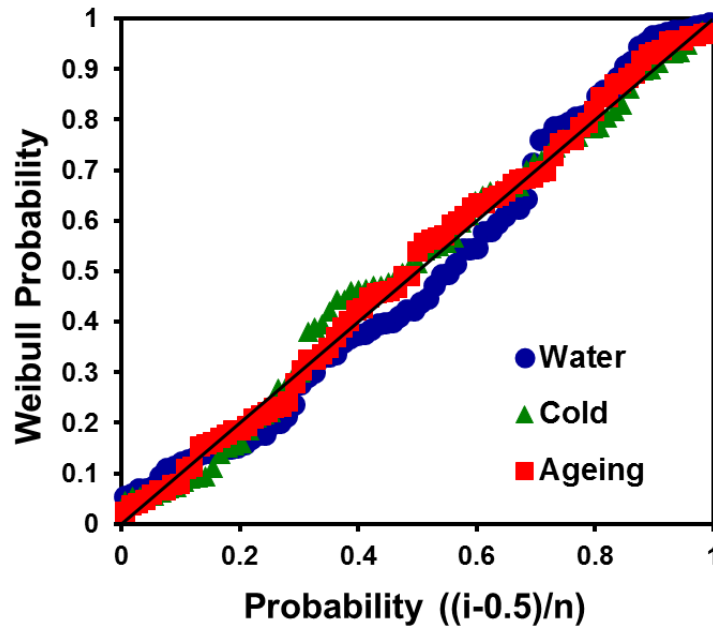


Fig. 17. Gráfico probabilidad-probabilidad Weibull para los valores de FRT.

Por todas estas razones, con el propósito de demostrar la influencia real de las fibras de lana de acero y de las condiciones ambientales en las membranas, se ha llevado a cabo un análisis de probabilidad usando todos los valores obtenidos para el Factor de Resistencia a la Tracción (FRT). De esta manera, en la Fig. 17 se ha representado la probabilidad Weibull de todos los FRTs calculados frente a la probabilidad esperada. La función de distribución de probabilidad de Weibull se ha usado en este estudio considerando que la pérdida de resistencia a tracción en las probetas reforzadas con fibras ocurre debido a las pequeñas grietas que ocurren durante cada ensayo de carga. Así, debido a la repetición de pequeñas fuerzas de tracción durante los ensayos y a los daños acumulados, pueden aparecer grietas y separar las fibras de lana de acero de la matriz de caucho, ver la Fig. 18. De esta forma, los datos de FRT pueden ser modelados como un proceso de fractura en un material compuesto ajustados a una función de distribución de probabilidad de tipo Weibull. Estos resultados confirman los obtenidos en otros estudios que modelan procesos de daño en materiales reforzados con fibras de lana de acero (García et al., 2014a).

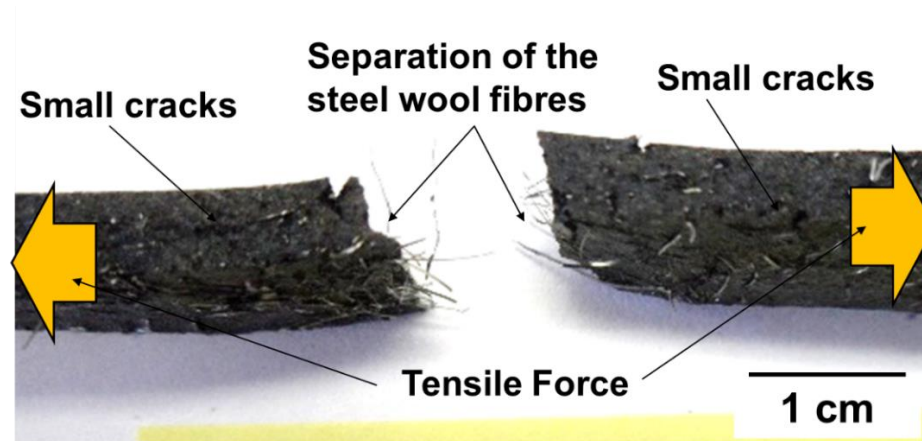


Fig. 18. Separación de las fibras de lana de acero de la matriz de caucho: ejemplo de una probeta de ensayo a tracción con un 2% de fibras pre-acondicionada bajo la condición de envejecimiento.

Por tanto, a partir de la Fig. 17 se puede observar que la relación entre la probabilidad teórica (Weibull) y la esperada es lineal, para todas las condiciones ambientales aplicadas, como son: saturación en agua, frío y envejecimiento. Esto significa que los datos de FRT para cada condición ambiental pueden ser representados por una sola función de distribución de Weibull y que la variabilidad de esta función se debe a la dispersión, y no al porcentaje de fibras o a la condición ambiental aplicada.

Por esta razón, se puede confirmar que las fibras de lana de acero no contribuyen significativamente a mejorar las propiedades mecánicas de las membranas evaluadas bajo diferentes condiciones ambientales. Sin embargo, como este estudio se ha realizado en el marco de una investigación sobre el desarrollo de una nueva membrana con fines de auto-reparación a través de calentamiento por microondas, las fibras de lana de acero añadidas a la matriz de caucho siguen siendo beneficiosas con el fin de aumentar las tasas de calentamiento del nuevo material compuesto, al ser conductoras de electricidad.

4 CONCLUSIONES

En este trabajo, se ha evaluado el comportamiento mecánico y físico de una nueva membrana de caucho reforzada con fibras de lana de acero con propiedades de auto-reparación de sus grietas usando el calentamiento por microondas. Además, se han estudiado y cuantificado diferentes parámetros que tienen influencia en la adición de fibras a la membrana de polvo de caucho. Por ello, se han analizado diferentes membranas con distintos porcentajes de fibras de lana de acero. En este estudio, se ha encontrado que las fibras de lana de acero pueden mezclarse dentro de la matriz de caucho, aunque las fibras largas pueden formar clústeres en la zona central de las membranas. Adicionalmente, se encontró que los parámetros más críticos para obtener una buena distribución de fibras en las membranas fueron el porcentaje de fibras y su longitud. Por otra parte, en este estudio también se ha cuantificado el efecto de las fibras de lana de acero en las propiedades mecánicas de las membranas. Las propiedades medidas han sido clasificadas en tres grupos: 1) Características de las fibras de lana de acero, 2) Propiedades físicas de las membranas y 3) Propiedades mecánicas de las membranas, considerando la resistencia a tracción de las membranas en condiciones secas. Además, la resistencia a tracción de las membranas reforzadas con fibras se ha analizado después de someterlas a tres tipos de condiciones ambientales diferentes: saturación con agua, frío y envejecimiento. De este modo, en base al análisis de los resultados, se obtuvieron las siguientes conclusiones:

- Del estudio bibliográfico se desprende que los derivados de NFUs están convirtiéndose en base del desarrollo de nuevos materiales con aplicación en la Ingeniería Civil. Además las fibras de lana de acero procedentes de los NFUs se conocen por mejorar las características de resistencia y fatiga, además de modificar sus conductividades eléctrica y térmica, por lo que serían beneficiosas para inducir la auto-recuperación de sus grietas mediante calentamiento por microondas.
- Tras la caracterización morfológica vía SEM, se encontró que las fibras de lana de acero presentaban algunos defectos en su longitud y sección transversal. La razón de esto es que las fibras de lana de acero fueron cortadas de un cable de mayor diámetro (aproximadamente 2mm) y, por consiguiente, las cuchillas usadas para estos fines se sometieron a diferentes tipos de vibración, lo que creó defectos en las superficies de las fibras.
- Durante este estudio, se demostró que independientemente de la cantidad de fibras de lana de acero añadidas a la matriz de caucho, había una alta probabilidad de que la mayoría de las fibras

fueran largas (mayores a 7mm), mientras que la probabilidad de obtener fibras cortas era cuatro veces menor (menores a 4mm). Por lo tanto, con el fin de garantizar una buena distribución e integración en la matriz de caucho, se recomienda el empleo de fibras con longitudes menores a 4mm.

- En relación a las propiedades físicas de las membranas, se encontró que la relación entre el contenido de huecos y la densidad aparente de las probetas de ensayo analizadas fue lineal, donde la densidad se reducía con el incremento de los huecos. Este aumento de la densidad se justificó empleando la regla de las mezclas en materiales compuestos, y se obtuvo que cuanto mayor era el porcentaje de fibras en la membrana, mayor era también la densidad de la misma.
- Además, las membranas con un alto porcentaje de fibras presentaron un elevado contenido de huecos y gran dispersión de datos. Esto ocurrió debido a que cuanto mayor era el porcentaje de fibras en la membrana, mayor era la probabilidad de tener fibras largas y por consiguiente un incremento del volumen total de la membrana debido a formaciones de clústeres de fibras.
- También, se observó que la distribución de fibras fue muy similar en los diferentes tipos de membranas, incluso cuando se emplearon distintos porcentajes. No obstante, debido al proceso de mezclado, las fibras largas produjeron clústeres en el área central de las membranas, mientras que las fibras cortas se dispersaron correctamente en el contorno de la membrana.
- Adicionalmente, en este estudio se ha demostrado que la formación de grupos de fibras ocurre debido a la gran adherencia y flexibilidad que éstas presentaron, lo que facilitó que se enredaran entre ellas. Por ello, la formación de clústeres en las membranas tuvo un efecto negativo en sus propiedades mecánicas ya que estos grupos representan puntos débiles en la matriz de caucho.
- Además, también se concluyó que el porcentaje de clústeres así como el contenido de huecos, eran altamente dependientes del porcentaje de fibras en la membrana. Debido a ello, también se observó que el contenido de huecos en las membranas aumentó con el número de grupos de fibras.
- Por otro lado, se determinó que las fibras añadidas a la matriz de caucho podían modificar en mayor o menor grado las propiedades físicas y mecánicas de las membranas evaluadas en condiciones secas y además, que este comportamiento fue altamente dependiente del porcentaje de fibras incorporado a la matriz de caucho.
- Se observó que el porcentaje de fibras en la matriz de caucho no tenía una influencia relevante en la resistencia a tracción de las membranas ensayadas en condiciones secas. También,

el porcentaje de fibras no tenía un efecto significativo en las propiedades mecánicas de tracción de las membranas ensayadas bajo condición seca.

- Por otro lado, se observó que la resistencia a tracción decrecía exponencialmente con el aumento del contenido de huecos en las membranas. Por otra parte, el comportamiento de la resistencia a tracción de las membranas con fibras varió positivamente dependiendo del tipo de condición ambiental al que se sometió la membrana. Sin embargo, ya que el contenido de huecos aumenta con el porcentaje de fibras, estos efectos se reducen. Además, las membranas con mayor porcentaje de fibras, presentaron un mayor módulo elástico, lo que hace que estas membranas presenten mayor resistencia frente a daños medioambientales.

- Finalmente, en base al análisis de probabilidad, se confirmó que las fibras de lana de acero no contribuían significativamente a mejorar las propiedades mecánicas de tracción de las membranas evaluadas bajo diferentes condiciones ambientales. No obstante, las fibras de lana de acero añadidas a la matriz de caucho siguen siendo beneficiosas con respecto a incrementar la velocidad de calentamiento de una nueva membrana reforzada con fibras con propósitos de auto-reparación de sus grietas usando calentamiento por microondas.

5 REFERENCIAS

- ASTM D638-10. (2010). Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- Benedetto A, Calvi A. (2013). A pilot study on microwave heating for production and recycling of road pavement materials. *Construction and Building Materials*; 44: 351-359.
- Eldin NN, Senouci AB. (1992). Use of scrap tires in road construction. *Journal of Construction Engineering and Management-ASCE*; 118 (3): 561-576.
- Fitzgerald RL. (2000). Novel applications of carbon fiber for hot mix asphalt reinforcement and carbon-carbon pre-forms. MSc Thesis, Department of Chemical Engineering, Michigan Technological University.
- Gallego J, del Val Miguel A, Contreras V, Paez A. (2013). Heating asphalt concrete with microwaves to promote self-healing, *Construction and Building Materials*; 42: 1-4.
- García A, Norambuena-Contreras J, Partl MN. (2014a). A parametric study on the influence of steel wool fibers in dense asphalt concrete. *Materials and Structures*; 47 (9): 1559-1571.
- García A, Norambuena-Contreras J, Pacheco-Bueno M, Partl MN. (2014b). Influence of steel wool fibers on the mechanical, thermal and healing properties of dense asphalt concrete. *Journal of Testing and Evaluation*; 42(5): 1107-1118.
- García A, Norambuena-Contreras J, Partl MN. (2013a). Experimental evaluation of dense asphalt concrete properties for induction heating purposes. *Construction and Building Materials*; 46: 48-54.
- García A, Norambuena-Contreras J, Partl MN, Schuetz P. (2013b). Uniformity and mechanical properties of dense asphalt concrete with steel wool fibers. *Construction and Building Materials*; 43: 107-117.
- Hermans S, Dom E, Mariën H, Koeckelberghs G, Vankelecom IFJ. (2015). Efficient synthesis of interfacially polymerized membranes for solvent resistant nanofiltration. *Journal of Membrane Science*; 476: 356-363.

- Kang G, Cao Y. (2014). Application and modification of poly(vinylidene fluoride) (PVDF) membranes-A review. *Journal of Membrane Science*; 463:145-165.
- Li L, Ruan S, Zeng L. (2014). Mechanical properties and constitutive equations of concrete containing a low volume of tire rubber particles. *Construction and Building Materials*; 70: 291-308.
- Lo Presti D. (2013). Recycled tyre rubber modified bitumens for road asphalt mixtures: A literature review. *Construction and Building Materials*; 49: 863-881.
- Mahrez A, Karim M, Katman H. (2003). Prospect of using glass fiber reinforced bituminous mixes. *Journal of the Eastern Asia Society for Transportation Studies*; 5: 794-807.
- Newell J. (2009). *Essentials of Modern Materials Science and Engineering*. John Wiley & Sons, Inc., New Jersey, USA.
- Norambuena-Contreras J, Castro-Fresno D, Vega Zamanillo A, Celaya M, Lombillo I. (2010). Dynamic modulus of asphalt mixture by ultrasonic direct test. *NDT&E International*; 43(7): 629-634.
- Pino Salinas J. (2013). *Reciclaje de neumáticos y su aplicación en obras vials*. [Tire recycling and its application in road works]. Bachelor Thesis, University of the Frontier, Temuco, Chile.
- Shu X, Huang B. (2014). Recycling of waste tire rubber in asphalt and Portland cement concrete: An overview. *Construction and Building Materials*; 67: 217-224.
- Siddique R, Naik TR. (2004). Properties of concrete containing scrap tire rubber-An overview. *Waste Management*; 24(6):563-569.
- Tigdemir M, Figen S, Yalcin U. (2004). Application of ultrasonic method in asphalt concrete testing for fatigue life estimation. *NDT&E International*; 37: 597-602.