

UNIVERSIDAD DEL BÍO- BÍO

FACULTAD DE INGENIERÍA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA CIVIL Y AMBIENTAL

PROFESOR PATROCINANTE:

DR. JOSÉ NORAMBUENA CONTRERAS (UBB)

CO-DIRECTOR:

ING. YANINA SARAVIA MONTERO (CIPA)

**EVALUACIÓN EXPERIMENTAL DE UNA NUEVA
MEMBRANA DE CAUCHO REFORZADA CON
PARTÍCULAS DE POLIETILENO DE ALTA
DENSIDAD**

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

ESTEBAN ANDRÉS SILVA ROBLES

Concepción, Mayo de 2016

DEDICATORIA

A mis padres por su amor incondicional...

AGRADECIMIENTOS

Mi más profundo agradecimiento al profesor José Norambuena, por permitirme participar en su línea de investigación sobre el desarrollo de nuevos materiales de construcción en el Laboratorio de Materiales de la Universidad del Bío-Bío (LabMat-UBB). Deseo destacar su excelente profesionalismo, apoyo y compromiso en todo este proceso. También, mediante su gran amistad, agradezco sus consejos, palabras y correcciones, que permitirán desarrollarme como un buen profesional el día de mañana. Por otra parte, agradezco a Irene González-Torre por su buena disposición, apoyo y amabilidad entregada durante este trabajo.

Por otra parte, quisiera agradecer la colaboración y compañía de José Luis Concha, quien presentó una muy buena disposición en ayudarme y orientarme en este trabajo, a través de su simpatía y su gran amistad.

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 Compuestos de la Universidad del Bío-Bío.

Finalmente, agradezco a mi familia por todo su gran apoyo y compañía de manera incondicional durante todo este proceso universitario, quienes por su entrega, valentía y gran amor, permitieron que fuera la persona que hoy soy. También, especialmente agradezco a mi polola quien ha vivido de la misma manera mis emociones, entregándome todo su entusiasmo, apoyo y gran amor para que finalice con éxito esta etapa.

EVALUACIÓN EXPERIMENTAL DE UNA NUEVA MEMBRANA DE CAUCHO REFORZADA CON PARTÍCULAS DE POLIETILENO DE ALTA DENSIDAD

Esteban Andrés Silva Robles
Departamento de Ingeniería Civil y Ambiental, Universidad del Bío-Bío
essilva@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 evaluado experimentalmente el comportamiento físico, mecánico y térmico de una nueva membrana de caucho reforzada con partículas de polietileno de alta densidad (HDPE). Las partículas de polietileno en materiales compuestos son conocidas por modificar las propiedades físicas y mecánicas. Estas partículas también pueden ser usadas con propósitos energéticos para el desarrollo de nuevos materiales de construcción en Ingeniería Civil. De este modo, las partículas de polietileno de alta densidad pueden influenciar en las propiedades de esta nueva membrana, aunque no está claro de qué forma. Por lo tanto, esta investigación tiene como principal objetivo evaluar la influencia de las partículas de HDPE en las propiedades físicas, mecánicas y térmicas de una nueva membrana de caucho reforzada con partículas. Con este objetivo, se han desarrollado en laboratorio cuatro diferentes membranas, empleando la misma granulometría de polvo de caucho pero con cuatro diferentes porcentajes de partículas de HDPE (0%, 30%, 50% y 70%). De esta forma, se realizaron ensayos de tracción en muestras pre-acondicionadas en tres diferentes condiciones ambientales: saturado en agua, frío y envejecimiento. Además, se evaluó la distribución de partículas de HDPE en las membranas y la capacidad de transferencia de calor que presenta este nuevo material compuesto. Finalmente, los principales resultados mostraron que las partículas de HDPE mejoran las propiedades mecánicas y térmicas de este nuevo material, debido a la formación de canales de polietileno en el interior de la membrana que refuerzan la microestructura del nuevo material. Sin embargo, los resultados de análisis de probabilidad han demostrado que las partículas de HDPE no contribuyen significativamente a mejorar las propiedades mecánicas a tracción de las membranas bajo diferentes condiciones medioambientales.

Palabras claves: Membrana de caucho; Partículas de HDPE; Porosidad; Resistencia a tracción; Daño medioambiental; Conductividad Térmica.

Escriba aquí el conteo de palabras (ejemplo: 8494 + 18 Figuras/Tablas*250 + 3 Figura/Tabla* 500 = 14244 Palabras Totales).

EXPERIMENTAL EVALUATION OF A NEW RUBBER MEMBRANE REINFORCED WITH HIGH-DENSITY POLYETHYLENE PARTICLES

Esteban Andrés Silva Robles

Department of Civil and Environmental Engineering, University of Bío-Bío
essilva@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

In this study, an experimental evaluation of the physical, mechanical and thermal behaviour of a new rubber membrane reinforced with High-Density Polyethylene (HDPE) particles has been carried out. Polyethylene particles in composite materials are known for modifying their physical and mechanical properties. These particles can also be used with energetic purposes to develop new construction materials for Civil Engineering. Therefore, HDPE particles can influence on the new membrane properties, although it is still not clear how this influence works. Thus, main objective of this research is to evaluate the influence of HDPE particles on the physical, mechanical and thermal properties of a new rubber membrane reinforced with particles. With this purpose, four different membranes, with the same rubber powder gradation but with four different percentages of HDPE particles (0%, 30%, 50% and 70%) have been developed in the laboratory. Samples of these membranes were pre-conditioned under three environmental states: water saturated, cold and aging, and then evaluated by using tensile tests. Besides, the distribution of HDPE particles into the membranes and the heat transfer ability of this new composite material was evaluated. Finally, main results of the study showed that HDPE particles improve mechanical and thermal properties of the new material due to the formation of Polyethylene channels inside the membranes that reinforce the microstructure of this new materials. However, probability analysis results proved that HDPE particles do not significantly contribute to improve tensile mechanical properties of the membranes evaluated under different environmental conditions.

Keywords: Rubber membrane; HDPE particles; Porosity; Tensile strength; Environmental damage; Thermal conductivity.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

1	INTRODUCCIÓN.....	1
1.1	ANTECEDENTES	1
1.2	HIPÓTESIS	2
1.3	OBJETIVOS	2
1.3.1.	<i>Objetivos generales</i>	2
1.3.2	<i>Objetivos específicos</i>	3
1.4	DECLARACIÓN DE AUTOR	3
2	MATERIALES Y MÉTODOS.....	4
2.1	MATERIALES.....	4
2.2	PREPARACIÓN DE MUESTRAS	5
2.3	DENSIDAD APARENTE Y CONTENIDO DE HUECOS DE LAS MUESTRAS DE ENSAYO	7
2.4	CARACTERIZACIÓN DE LAS ÁREAS DE LAS PARTÍCULAS DE HDPE.....	8
2.5	MORFOLOGÍA DE LAS MEMBRANAS DE ENSAYO.....	8
2.6	ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DEL CAUCHO Y EL HDPE	8
2.7	DISTRIBUCIÓN DE LAS PARTÍCULAS DE HDPE EN LAS MEMBRANAS USANDO ULTRASONIDOS.....	9
2.8	MEDIDA DE LA RESISTENCIA A LA TRACCIÓN DE MUESTRAS PRE-ACONDICIONADAS.....	11
2.9	MEDIDA DE LA CONDUCTIVIDAD TÉRMICA DE LAS MEMBRANAS.....	12
3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	13
3.1	ANÁLISIS DE LA MORFOLOGÍA DE LAS PARTÍCULAS DE HDPE TRITURADAS MECÁNICAMENTE	13
3.2	EFFECTO DE LAS PARTÍCULAS DE HDPE EN LAS PROPIEDADES FÍSICAS DE LAS MEMBRANAS 14	
3.3	DISTRIBUCIÓN DE LAS PARTÍCULAS DE HDPE EN EL INTERIOR DE LAS MEMBRANAS	15
3.4	PROPIEDADES DE LAS MEMBRANAS EN CONDICIONES SECAS.....	19

3.5	INFLUENCIA DE LAS CONDICIONES AMBIENTALES EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS MEMBRANAS.....	20
3.6	INFLUENCIA DE LAS PARTÍCULAS DE HDPE EN LA CONDUCTIVIDAD TÉRMICA DE LAS MEMBRANAS.....	26
4	CONCLUSIONES	28
5	REFERENCIAS	30

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.	Composición de las membranas de caucho reforzada con partículas de HDPE.	4
Tabla 2.	Resumen de las propiedades de las membranas en condición seca.....	19
Tabla 3.	Propiedades mecánicas promedio de las probetas de ensayo pre-acondicionadas.....	23

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1.	Material para el estudio: (a) polvo de caucho reciclado y (b) partículas de HDPE recicladas.	5
Fig. 2.	Proceso de trituración de Pellets de HDPE para la obtención de partículas.	6
Fig. 3.	(a y b) Tipos de membranas, y (c) probeta normalizada utilizadas en el estudio.	7
Fig. 4.	Función presión-tiempo de compactación usada en la fabricación de la membrana.	8
Fig. 5.	Dispositivo del ensayo de ultrasonidos usado para evaluar la distribución de las partículas de HDPE en el interior de las membranas.....	10
Fig. 6.	Resistencia a la tracción de una probeta con 50% de HDPE en condición seca: (a) antes, y (b) después del ensayo.....	11
Fig. 7.	Esquema del ensayo de conductividad térmica para las membranas.	12
Fig. 8.	Resultados del análisis de probabilidad sobre las áreas de partículas de HDPE trituradas: (a) gráfico de probabilidad-probabilidad Weibull, y (b) histograma de frecuencias.....	13
Fig. 9.	Resultados promedio de la densidad aparente y contenido de huecos de las muestras de ensayos en función del porcentaje de partículas de HDPE.	14

Fig. 10. Resultados promedio de la velocidad del pulso ultrasónico en membranas con: (a) 0% de HDPE, (b) 30% de HDPE, (c) 50% de HDPE y (d) 70% de HDPE.	16
Fig. 11. Resultado del ensayo TGA realizado al (a) polvo de caucho y (b) las partículas de HDPE.	17
Fig. 12. Caracterización SEM de la sección transversal de las muestras de tracción antes de ser ensayadas con: (a) 30% de HDPE, (b) 50% de HDPE, (c) 70% de HDPE y (d) zoom de imagen de la muestra con 70% de HDPE de la Fig. 12(c).	18
Fig. 13. Curva de esfuerzo-deformación promedio de las membranas con y sin partículas de HDPE comparada con la curva de solo HDPE.	20
Fig. 14. Resultados promedio de las propiedades mecánicas de las probetas pre-acondicionadas en función del porcentaje de HDPE: (a) fuerza máxima a tracción, (b) máxima deformación y (c) módulo elástico.	21
Fig. 15. Resultados promedio de los Factores de Resistencia Máxima (FRMs) en función del contenido de partículas de HDPE.	24
Fig. 16. Gráfico probabilidad – probabilidad Weibull para los valores de FRMs.	25
Fig. 17. Separación de los canales de polietileno de la matriz de caucho: ejemplo de una probeta ensayada a tracción con un 70% de partículas de HDPE pre-acondicionadas bajo la condición de frío.	26
Fig. 18. Resultados promedio de la conductividad térmica en función del porcentaje de partículas de HDPE.	27

1 INTRODUCCIÓN

1.1 Antecedentes

El constante crecimiento de la población y el nivel de vida han causado un gran aumento en la producción de residuos industriales. De este modo, la gestión de residuos resulta fundamental para resolver este problema [1]. En las últimas décadas, el creciente número de vehículos en los países industrializados y desarrollados genera toneladas de Neumáticos Fuera de Uso (NFUs). Los NFUs resultan una de las fuentes de residuos más grandes y problemáticas debido a su gran volumen de producción y al daño medioambiental que genera [2]. Por otra parte, el crecimiento continuo de la industria del plástico ha provocado un gran aumento en la cantidad de residuos poliméricos que se depositan en vertederos. Esto se debe al corto ciclo de vida que se le asigna a cada producto y a los residuos que se generan del proceso de producción [3]. De este modo, una inadecuada gestión de los NFUs y de los residuos plásticos como el de polietileno genera una potencial amenaza para la salud humana y un aumento de los riesgos para el medioambiente. Como consecuencia y con el fin de minimizar estos riesgos, los vertederos están reduciendo la aceptación de residuos industriales para su almacenamiento. Esta situación ha llevado a los investigadores a buscar usos alternativos para los NFUs y los residuos de polietileno. De esta forma, los NFUs y los residuos de polietileno de alta densidad (HDPE, por sus siglas en inglés), se han convertido en potenciales candidatos para el desarrollo de nuevos materiales de construcción en Ingeniería Civil ([1]-[7]). Por ejemplo, caucho triturado proveniente de NFUs ha sido utilizado como material de relleno en la construcción de carreteras [5] y para el refuerzo de materiales cementicios como morteros [6] y hormigones [7]. Asimismo, el polvo de caucho mezclado con fibras metálicas ha sido usado recientemente para el desarrollo de nuevos materiales compuestos con propiedades de auto-reparación [8]. Por otra parte, partículas de HDPE proveniente del reciclado de plásticos han sido usadas como material de refuerzo para el diseño de nuevas mezclas asfálticas recicladas [9] y cementos asfálticos modificados [10]. Sin embargo, en la literatura no se han encontrado aplicaciones del polvo de caucho de NFUs y las partículas de HDPE para el desarrollo de nuevas membranas poliméricas con propósitos energéticos, como son: membranas compuestas para el revestimiento de muros, membranas para la impermeabilización de cubiertas, y membranas con propiedades mecánicas y térmicas mejoradas. En este contexto, en el campo de la ingeniería se han desarrollado membranas con diferentes aplicaciones. Por ejemplo, desarrollo de membranas de fluoruro de polivinilideno (PVDF) [11] para aplicaciones en el tratamiento de aguas, separación de gases, eliminación de contaminantes, entre otros [12]. Sin embargo, 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 en el tiempo [8]. Por lo tanto, con el objetivo de mejorar el comportamiento mecánico de esta nueva membrana frente al daño medioambiental, se pueden incorporar partículas trituradas de HDPE reciclado a la matriz de polvo de caucho. De este modo, al adicionar un material termoplástico con una mayor resistencia a la tracción que la matriz elastómera, se pueden mejorar las propiedades de cohesión y la resistencia a tracción del nuevo material compuesto [13]. En consecuencia, la membrana de caucho reforzada con partículas de HDPE puede presentar una buena resistencia al envejecimiento, daños por humedad y agrietamiento [10]. Por otra parte, la incorporación HDPE a esta nueva membrana podría mejorar su comportamiento térmico con propósitos energéticos, mejorando sus propiedades de aislación o energía calorífica [14]. En resumen, la adición de partículas de HDPE en la matriz de caucho puede tener influencia en las propiedades físicas, mecánicas y térmicas de la nueva membrana, aunque aún no está claro cómo funciona esta influencia.

Por todo lo anterior, esta investigación tiene como principal objetivo evaluar la influencia de la adición de partículas de HDPE en las propiedades físicas, mecánicas y térmicas de una nueva membrana de caucho reforzada con partículas. Con este objetivo, se han evaluado cuatro diferentes membranas empleando la misma granulometría de polvo de caucho pero con cuatro diferentes porcentajes de partículas de HDPE. Finalmente, mediante la realización de ensayos físicos, mecánicos y térmicos, se ha evaluado la influencia de las partículas de HDPE en las propiedades de la nueva membrana.

1.2 Hipótesis

- La nueva membrana de caucho reforzada con partículas de HDPE presentará ventajas en sus propiedades mecánicas y térmicas respecto de una membrana de caucho no-reforzada con partículas de polietileno de alta densidad.

1.3 Objetivos

1.3.1. Objetivos generales

- Evaluar la influencia de las partículas de HDPE en las propiedades físicas, mecánicas y térmicas de una nueva membrana de caucho reforzada con partículas.

1.3.2 *Objetivos específicos*

- Diseñar y fabricar en el laboratorio diferentes prototipos de membrana de caucho reforzada con diferentes porcentajes de partículas de HDPE.
- Medir las propiedades físicas, mecánicas y térmicas de una nueva membrana de caucho reforzada con partículas de HDPE.
- Relacionar el comportamiento de las propiedades físicas con las propiedades térmicas de la nueva membrana de caucho reforzada con partículas de HDPE.
- Determinar un porcentaje óptimo de contenido de partículas de HDPE en la membrana, para los propósitos mecánicos y energéticos.

1.4 **Declaración de autor**

Finalmente, parte de esta Tesis corresponde a una traducción al idioma español del Artículo Científico en preparación:

Norambuena-Contreras J, Silva E, González-Torre I. “Experimental evaluation of a rubber membrane reinforced with High-Density Polyethylene particles”, que será enviado para su revisión a la revista *Construction and Building Materials (Editorial Elsevier)* en Mayo, 2016.

2 MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materiales

En esta investigación se ha usado polvo de caucho reciclado con una densidad de 1.189 g/cm^3 , ver Fig. 1(a). La granulometría de este polvo de caucho se muestra en la Tabla 1, donde fue caracterizado en cuatro tamaños: 0.425 mm, 0.25 mm, 0.18 mm y menor a 0.18 mm. Además, en esta investigación se han utilizado partículas de polietileno de alta densidad (HDPE) reciclado, ver Fig. 1(b). Estas partículas se encuentran en forma de pellets, y para ser añadidas a la matriz de caucho fueron trituradas mediante un molino mecánico de laboratorio (ver Fig. 2). Este material posee una densidad de 0.966 g/cm^3 , y su granulometría se muestra en la Tabla 1, caracterizada en el mismo tamaño que el polvo de caucho. El área promedio de estas partículas, es de aproximadamente 1.04 mm^2 . Finalmente, se usaron 4 porcentajes diferentes de partículas de HDPE, 0%, 30%, 50% y 70%, 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 partículas de polietileno y 3 membranas con diferentes porcentajes de partículas de HDPE, manteniendo siempre la misma masa de polvo de caucho, pero cambiando la masa de partículas de polietileno añadidas.

Tabla 1. Composición de las membranas de caucho reforzada con partículas de HDPE.

Tamaño del tamiz (mm)	% retenido en masa		% retenido acumulado en masa		Membrana A	Membrana B
	Caucho	HDPE	Caucho	HDPE	Masa polvo de caucho (g)	Masa polvo de caucho (g)
0.425	10.8	99.13	10.8	99.1	47	41
0.25	63.6	0.50	74.4	99.6	278	244
0.18	21.0	0.12	95.3	99.8	92	81
<0.18	4.7	0.25	100.0	100.0	20	18
Partícula de HDPE (% vol. de polvo de caucho)	Área promedio de partículas de HDPE (mm^2)			Masa de partículas de HDPE (g)	Masa de partículas de HDPE (g)	
30%	1.04			106	93	
50%				176	155	
70%				247	217	

2.2 Preparación de muestras

Los materiales fueron mezclados mecánicamente a una velocidad de 80 r.p.m. Para cada una de las 4 membranas se prepararon dos lotes de mezcla de caucho y partículas de HDPE. La cantidad de material de cada mezcla se añadió de acuerdo a las proporciones de masas mostradas en la Tabla 1, en el siguiente orden: primero el polvo de caucho y luego las partículas de HDPE. Posteriormente, se mezclaron los materiales durante aproximadamente 2 minutos. El primer lote de membranas de caucho, membrana tipo A en la Tabla 1, con dimensiones de 350x350x3 mm³ se usó para cortar las probetas normalizadas para el ensayo de tracción (ver Fig. 3(a) y (c)).

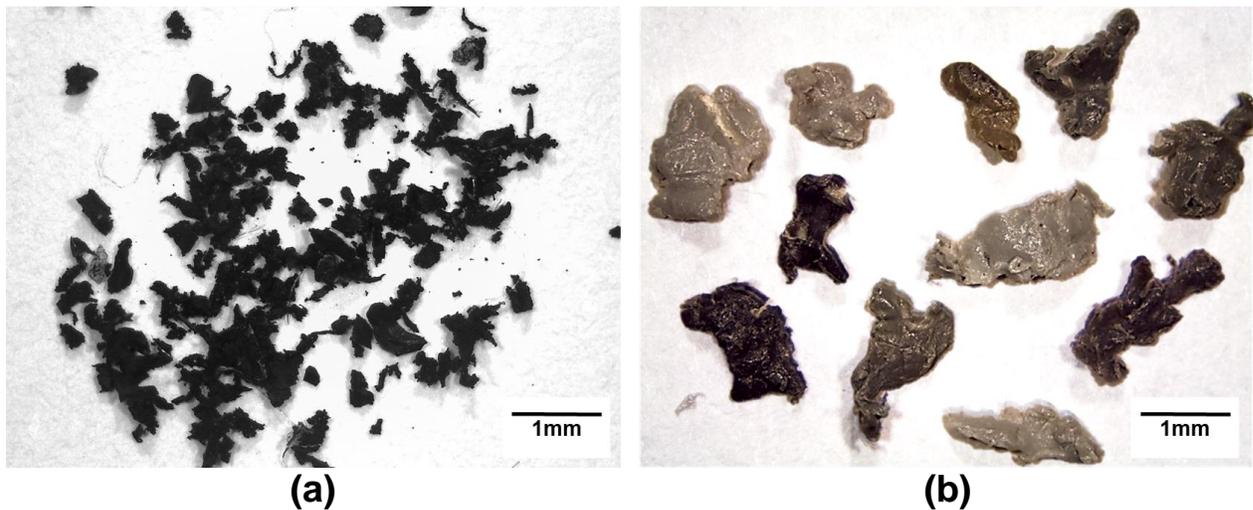


Fig. 1. Material para el estudio: (a) polvo de caucho reciclado y (b) partículas de HDPE recicladas.

Por su parte, el segundo lote de membranas de caucho, membrana tipo B en la Tabla 1, con dimensiones 170x190x10 mm³ se usó para evaluar la distribución de partículas de HDPE en el interior de las membranas, y la conductividad térmica de este nuevo material (ver Fig. 3(b)). Estas 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 con partículas de HDPE se colocó dentro de un marco de acero con las mismas dimensiones de las membranas anteriormente definidas. Luego, esta mezcla se distribuyó uniformemente dentro del marco evitando zonas con diferente densidad. Después de esto, la mezcla de polvo de caucho con partículas de HDPE se colocó entre dos placas de compactación calientes con dimensiones de 600x600 mm². Antes de comenzar la compactación, se puso 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 30min, hasta alcanzar la temperatura ambiente.

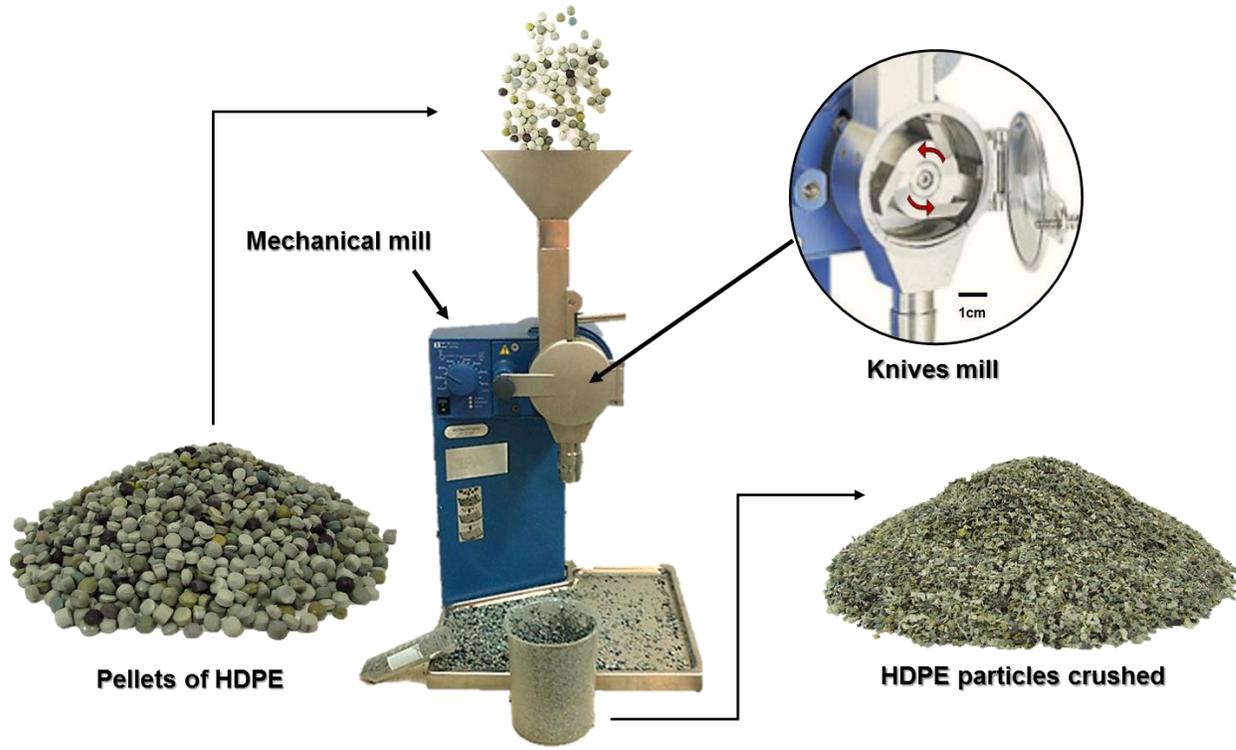


Fig. 2. Proceso de trituración de Pellets de HDPE para la obtención de partículas.

Finalmente, se fabricaron un total de 16 membranas tipo A y 12 membranas tipo B de acuerdo a la metodología descrita anteriormente. Además, se cortaron 20 probetas normalizadas para el ensayo de tracción de forma aleatoria a partir de cada una de las membranas tipo A (ver Fig. 3(c)), que luego fueron pre-acondicionadas en cuatro estados antes del ensayo de tracción, de acuerdo a la siguiente configuración:

- Estado seco: se acondicionaron las probetas a una temperatura controlada de 20°C durante 24 horas.
- Saturadas en agua: las probetas del ensayo de tracción se sumergieron en un baño de agua a 40°C durante 120 horas.
- Estado frío: se acondicionaron las probetas en un congelador a una temperatura controlada de -30°C durante 24 horas.
- Estado envejecido: se acondicionaron las probetas dentro de un horno a una temperatura de 85°C durante 150 horas.

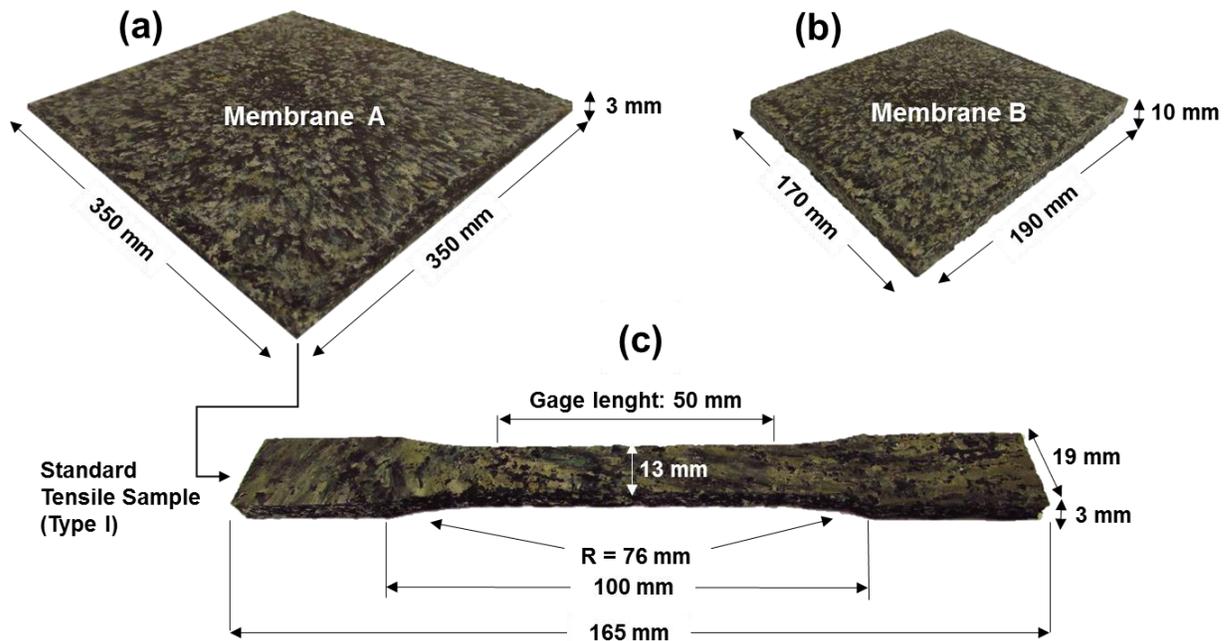


Fig. 3. (a y b) Tipos de membranas, y (c) probeta normalizada utilizadas en el estudio.

2.3 Densidad aparente y contenido de huecos de las muestras de ensayo

Con la finalidad de evaluar las propiedades físicas de las membranas de caucho con partículas de HDPE, se ha determinado la densidad aparente y el contenido de huecos de todas las probetas del ensayo de tracción. La densidad aparente, se ha calculado como la relación entre la masa en seco y el volumen real de cada muestra. Para ello, se ha medido la masa en seco y el volumen real, obtenido a partir de la masa sumergida en agua, para cada probeta de ensayo. Por otra parte, el contenido de huecos se ha determinado en base al cálculo previo de la densidad aparente y en conjunto con la densidad máxima teórica, cuyo cálculo fue realizado a partir de la relación entre la masa seca y el volumen teórico sin huecos, dado por la geometría estándar de la membrana. Así, el contenido de huecos (CH) de cada probeta de ensayo queda definido como:

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

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

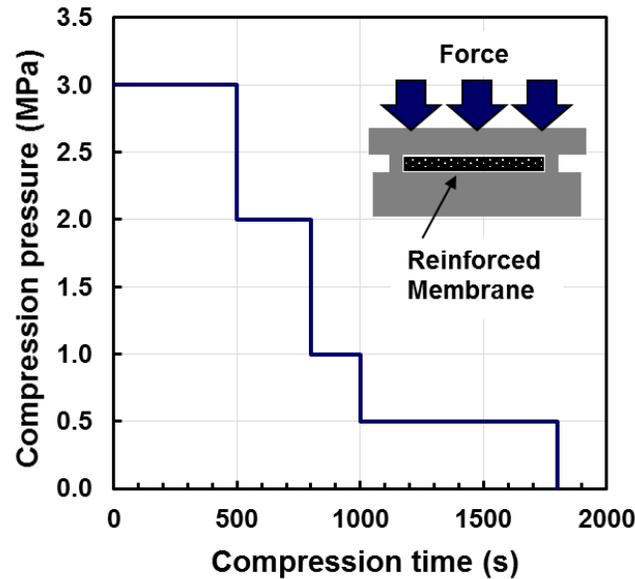


Fig. 4. Función presión-tiempo de compactación usada en la fabricación de la membrana.

2.4 Caracterización de las áreas de las partículas de HDPE

El área de las partículas de HDPE se determinó a partir de 120 partículas seleccionadas al azar del material disponible para la fabricación de las membranas. Del cual, mediante imágenes tomadas con un microscopio óptico con magnificación de 8x, se midieron las áreas de las partículas a través de un programa de procesamiento de imagen (ImageJ®). Para ello, se calibró el programa de imagen considerando que 148 píxeles eran equivalentes a una longitud de 1mm. Adicionalmente, se desarrolló un análisis de probabilidad con el objetivo de evaluar la función de distribución que mejor se ajusta a los resultados y su histograma de frecuencias del tamaño de áreas de las partículas trituradas.

2.5 Morfología de las membranas de ensayo

Con el objetivo de analizar el comportamiento que presentaron las partículas de HDPE en el interior de las membranas, se ha estudiado el aspecto transversal de una muestra de ensayo de tracción. Para ello, se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido (JEOL JSM-6610/LV) disponible en el Centro de Biomateriales y Nanotecnología (CBN) de la Universidad del Bío-Bío. Donde, las secciones de las muestras fueron examinadas antes de realizar el ensayo de tracción de las probetas.

2.6 Análisis termogravimétrico del caucho y el HDPE

Con el objetivo de analizar el comportamiento térmico del polvo de caucho y las partículas de HDPE, se ha realizado un ensayo termogravimétrico (TGA). El ensayo ha sido realizado en un

equipo TGA modelo Q50 V20 Build 36, disponible en el Centro de Investigación de Polímeros Avanzados (CIPA). Los ensayos se realizaron en atmósfera de Nitrógeno, a una velocidad de calentamiento de 20°C/min, y un rango de temperaturas entre 0 y 600°C. La masa del polvo de caucho y de las partículas de HDPE fue de aproximadamente 10mg. Finalmente, por medio de este ensayo fue posible determinar la temperatura a la cual el caucho y el polietileno comienzan perder masa por efecto de su exposición a un flujo de calor por convección.

2.7 Distribución de las partículas de HDPE en las membranas usando ultrasonidos

Con el fin de evaluar la distribución de partículas de HDPE en el interior de las membranas, se ha medido la velocidad de pulso ultrasónico a través de todas las membranas con partículas de HDPE utilizando un equipo de ultrasonidos. Los ensayos con ultrasonidos son una herramienta no-destructiva valiosa para determinar la integridad de materiales porosos [15]. 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 muestra [16]. 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. 5).

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 mayores velocidades pueden asociarse a zonas con menor presencia de partículas de HDPE (menor contenido de huecos y mayor densidad). Mientras que las menores velocidades pueden asociarse a zonas con mayor presencia de partículas de HDPE (mayor contenido de huecos y menor densidad).

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

Con estos fines, el procedimiento consistió en aplicar una onda de compresión de alta frecuencia (kHz) sobre las membranas de tipo B con 4 diferentes porcentajes de partículas de HDPE (0%, 30%, 50% y 70%), usando un transmisor electro-acústico en contacto con una cara, a temperatura ambiente. La Fig. 5 muestra el dispositivo del ensayo de ultrasonidos utilizado en este estudio. Se

utilizó un equipo de ultrasonido modelo 58-E4800 UPV (Controls Group) para generar los impulsos ultrasónicos a una frecuencia de 54 kHz, donde los transductores emisor y receptor fueron piezoeléctricos. Además, se utilizó vaselina para evitar los huecos en la zona de contacto entre el transductor y la membrana. Por lo tanto, para realizar el ensayo en las membranas, cada una se dividió en 16 cuadrículas de igual dimensión, y las muestras se colocaron en un soporte de fijación para mantenerlas perpendiculares durante el ensayo. 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 promedio 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 i -ésima en metros, respectivamente y $[V_i]$ es la matriz bidimensional promedio de la velocidad ultrasónica de la membrana en m/s.

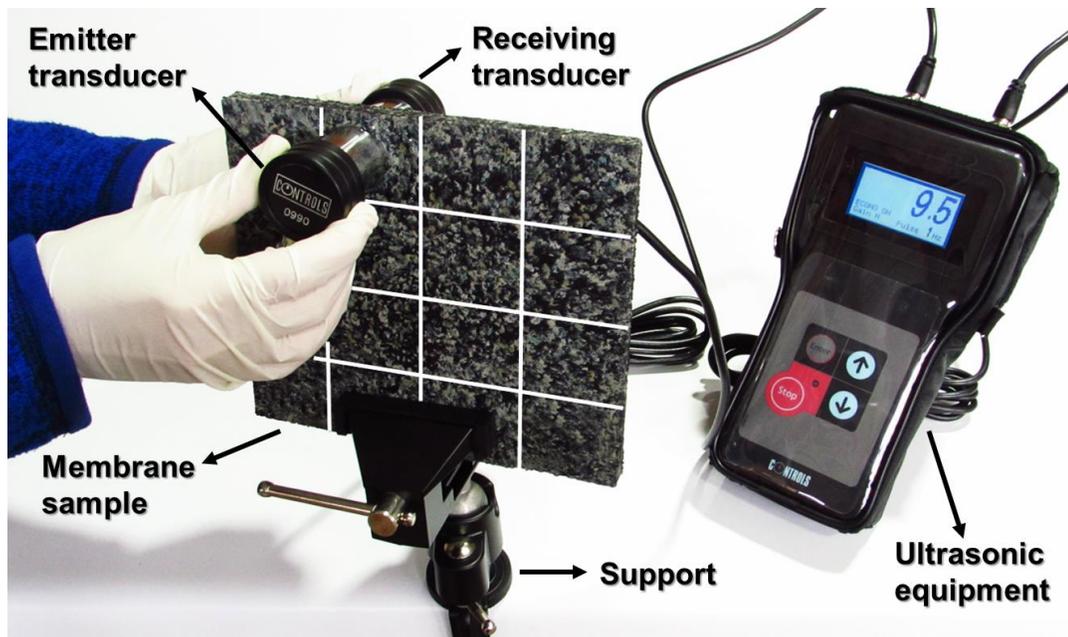


Fig. 5. Dispositivo del ensayo de ultrasonidos usado para evaluar la distribución de las partículas de HDPE en el interior de las membranas.

2.8 Medida de la resistencia a la tracción de muestras pre-acondionadas

Con la finalidad de evaluar el efecto de las condiciones ambientales en las propiedades de las membranas, un total de 320 probetas han sido ensayadas a tracción (ver Fig. 6). Para ello, se han realizado ensayos mecánicos de tracción de acuerdo a la norma ASTM D638-10 [17], como ensayo comparativo entre las diferentes condiciones ambientales aplicada. La resistencia a tracción de cada muestra pre-acondicionada (ver Fig. 3(c)) se calculó usando una máquina universal de ensayo estática Zwick/Roell con una célula de carga de 20kN y con control computarizado disponible en el Centro de Biomateriales y Nanotecnología (CBN) de la Universidad del Bío-Bío. Todos los ensayos se realizaron a una velocidad de 5 mm/min. Finalmente, se han calculado la resistencia a tracción, la deformación máxima y el módulo elástico al 10% de la deformación para cada probeta ensayada.

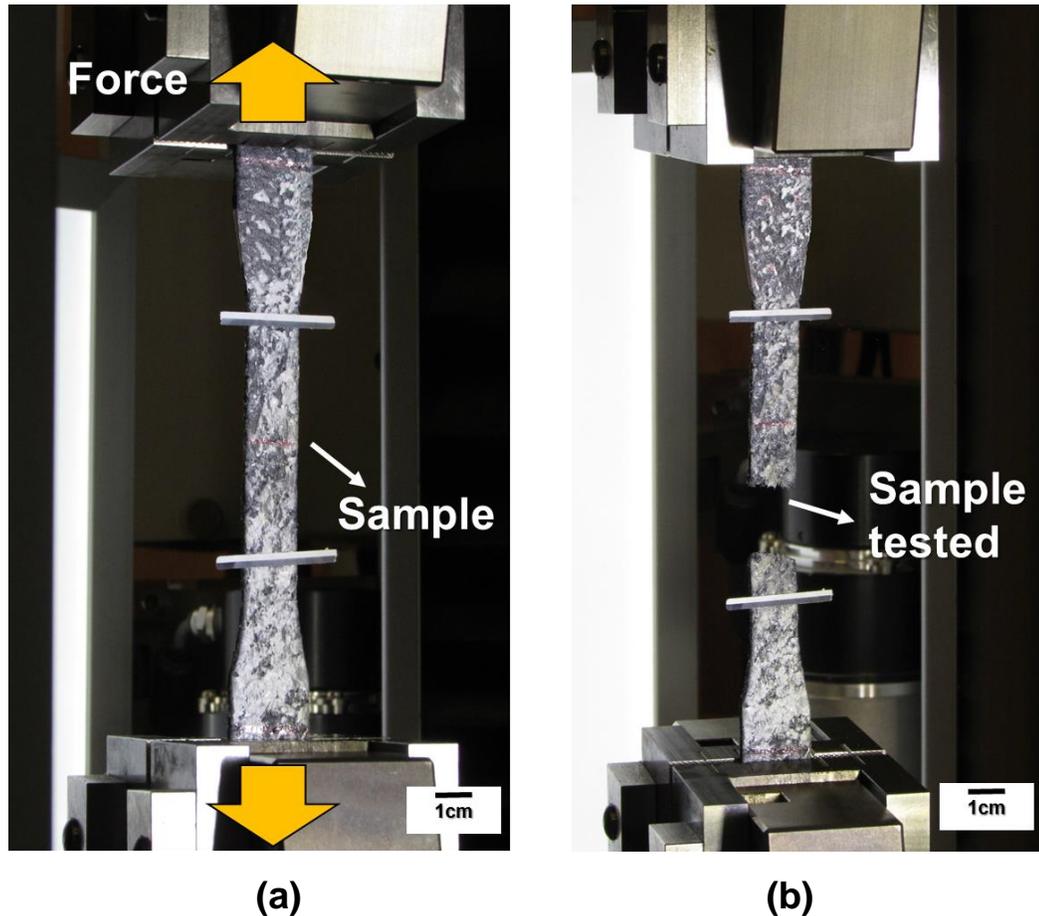


Fig. 6. Resistencia a la tracción de una probeta con 50% de HDPE en condición seca: (a) antes, y (b) después del ensayo.

2.9 Medida de la conductividad térmica de las membranas

Con el objetivo de evaluar la influencia del polietileno en el comportamiento térmico de las membranas, se ha medido la conductividad térmica sobre las membranas tipo B con diferentes porcentajes de partículas de HDPE. Para esto, se realizó el ensayo de conductividad térmica en base al método de la fuente lineal de calor transitorio, de acuerdo a la norma ASTM D5334-08 [18]. De esta forma, la capacidad de transferencia de calor de las membranas fue medida utilizando el equipo KD2-Pro, cuyo funcionamiento consiste en emitir pulsos de calor mediante un sensor que se introduce en el material a ensayar (ver Fig. 7). Para los ensayos se utilizó el sensor TR-1 con dimensiones de 100 mm de largo y 2.4 mm de diámetro. Su rango de medida oscila entre 0.1 y 4 $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, con un tiempo de medición de 5 min.

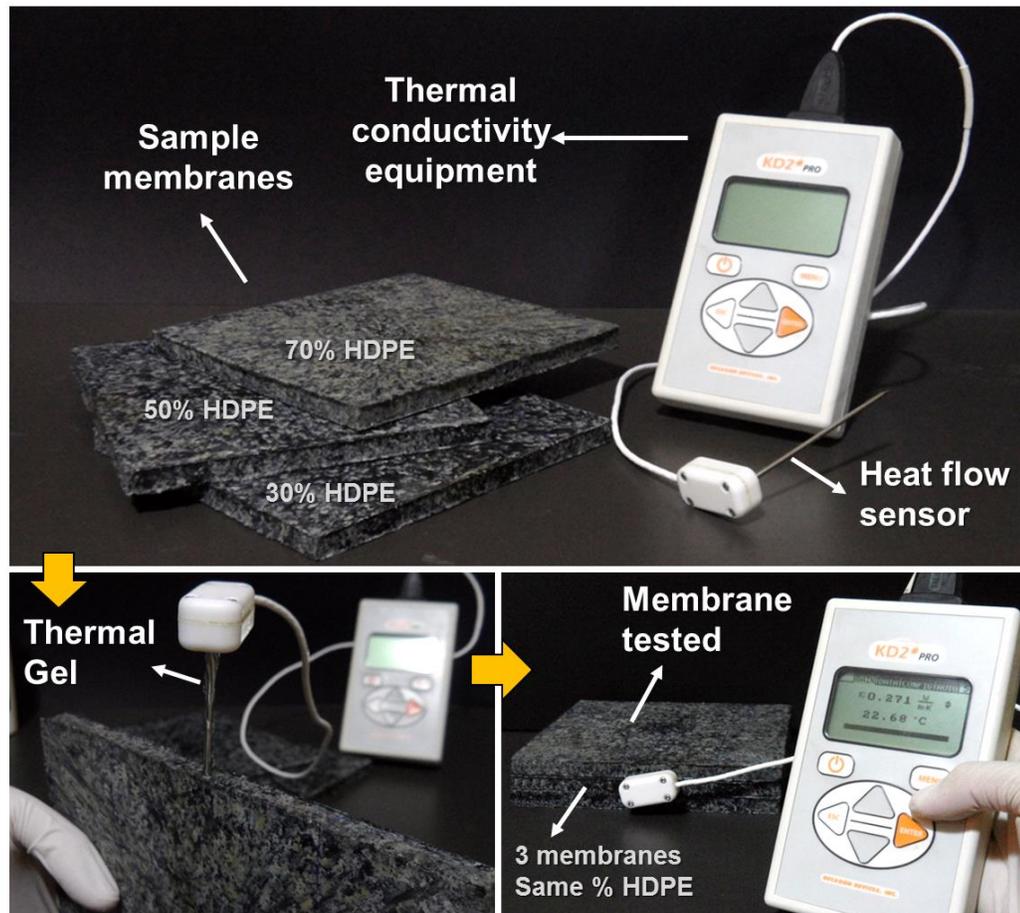


Fig. 7. Esquema del ensayo de conductividad térmica para las membranas.

Para el desarrollo del ensayo, el sensor fue cubierto con una pasta térmica, que redujo los efectos de resistencia de contacto entre el sensor y las paredes de la membrana (ver Fig. 7). Luego, la membrana de ensayo se situó entre otras dos membranas con el mismo porcentaje de partículas de

HDPE, respetando un radio de influencia mínimo de 1.5 cm. Finalmente, la conductividad térmica representativa de cada membrana fue determinada como el promedio de 3 repeticiones, efectuadas a intervalo de 15 min de acuerdo a lo recomendado en el manual del equipo.

3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Análisis de la morfología de las partículas de HDPE trituradas mecánicamente

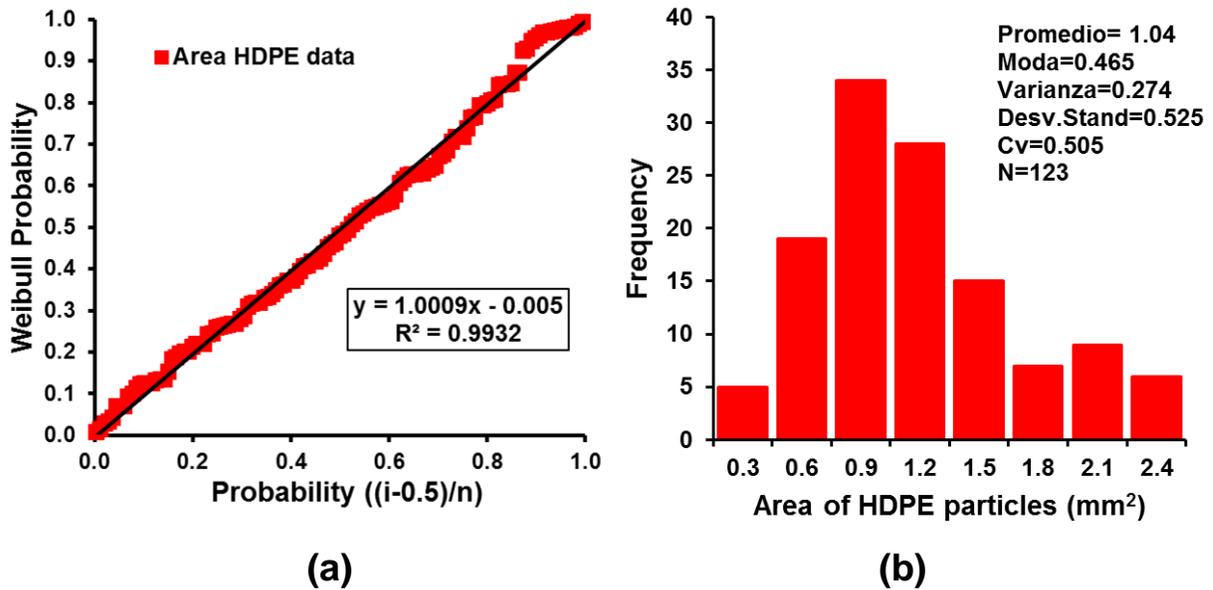


Fig. 8. Resultados del análisis de probabilidad sobre las áreas de partículas de HDPE trituradas: (a) gráfico de probabilidad-probabilidad Weibull, y (b) histograma de frecuencias.

Los pellets de HDPE deben ser triturados para garantizar una buena distribución e integración en la matriz de polvo de caucho. De acuerdo a estudios previos en materiales compuestos de polietileno [19], los pellets de HDPE han sido triturados en forma de partículas para facilitar el proceso de mezclado de los materiales, obteniendo así una mejora en su distribución al interior de la matriz. Además, en otros estudios [20] se comprobó que una dispersión uniforme de las partículas en la matriz mejora la resistencia del material compuesto. Teniendo esto en mente, se ha desarrollado un análisis probabilístico considerando todos los resultados de áreas de las partículas de HDPE trituradas mecánicamente, con el objetivo de demostrar que estas partículas trituradas siguen una ley de probabilidad. Para ello, todas las áreas de partículas de HDPE se han representado como una función de distribución de probabilidad tipo Weibull, (ver Fig. 8(a)). Este resultado se puede considerar un buen ajuste debido a que todos los datos, independientemente de su área

original, se pueden alinear en una recta con pendiente 1:1. Se ha empleado la función de distribución de probabilidad de tipo Weibull como una función de daño del material frente al proceso de trituración mecánica. Por otro lado, con el objetivo de conocer la probabilidad de ocurrencia de la variable analizada, se ha determinado el histograma de frecuencias para todos los resultados de áreas medidas usando un microscopio óptico, (ver Fig. 8(b)). Mediante esta Figura, se puede demostrar que independiente de la cantidad de las partículas de HDPE, hay un 78% de probabilidad de que el área de las partículas fluctúe entre 0.6 y 1.5 mm². Mientras que la probabilidad de que estas partículas de polietileno sean menores a 0.6 mm² es de un 4%, y mayores a 1.5 mm² es de un 18%. Como resultado, las partículas de HDPE trituradas de forma mecánica fluctuaron mayormente entre 0.6 y 1.5 mm², con un área promedio de 1.04 mm² aproximadamente.

3.2 Efecto de las partículas de HDPE en las propiedades físicas de las membranas

La Fig. 9 muestra los resultados promedio de la densidad aparente y el contenido de huecos de las muestras de ensayos de tracción en función del contenido de partículas de HDPE. En esta Figura, se puede observar que la presencia de partículas de HDPE en la membrana provocó una disminución en la densidad aparente y un aumento en el contenido de huecos, respecto de una membrana de referencia sin partículas.

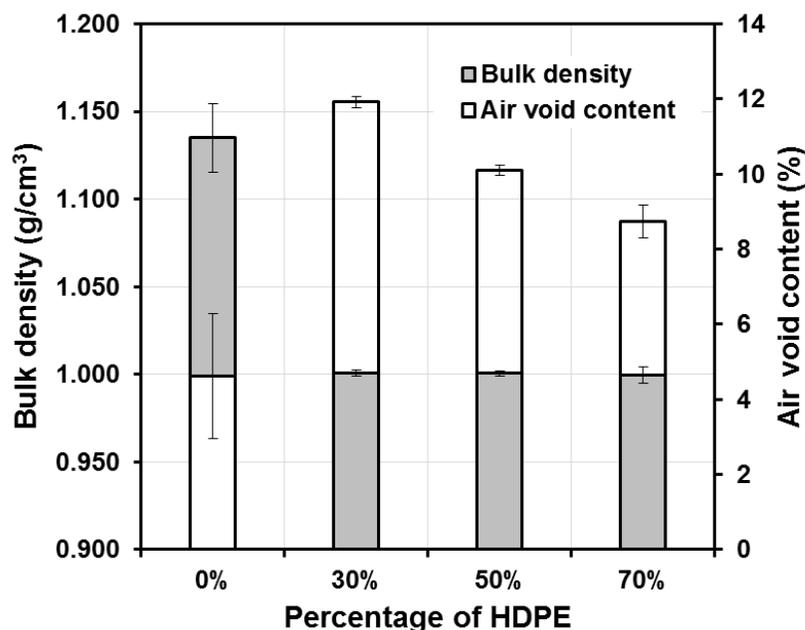


Fig. 9. Resultados promedio de la densidad aparente y contenido de huecos de las muestras de ensayos en función del porcentaje de partículas de HDPE.

Adicionalmente, en la Fig. 9 se observa que el valor más alto de densidad aparente fue para la membrana de referencia sin partículas de polietileno, cuya densidad aparente promedio fue de 1.135 g/cm^3 . Mientras que en las membranas con 30%, 50% y 70% de partículas de HDPE, presentaron valores de densidad aparente promedio más bajos (1.001 g/cm^3 , 1.001 g/cm^3 y 0.999 g/cm^3 , respectivamente). Esta disminución de la densidad aparente en las membranas con polietileno, se explica mediante la regla de las mezclas en materiales compuestos [21]. Esta regla establece que la densidad de un material compuesto se obtiene a partir de la suma lineal entre la multiplicación de la densidad y la fracción volumétrica de cada materia prima en el material. De este modo, considerando que la matriz de caucho posee una densidad de 1.189 g/cm^3 y las partículas de HDPE una densidad de 0.966 g/cm^3 , cuanto mayor es el contenido de partículas de polietileno incorporadas en la membrana, mayor será su fracción volumétrica, provocando una disminución de la densidad en este nuevo material.

Por otra parte, en la Fig. 9 se observa que las membranas con partículas de HDPE presentan un mayor contenido de huecos respecto de una membrana de referencia. De acuerdo a esto, también se puede observar que el menor contenido de huecos se obtuvo en la membrana de referencia sin partículas de polietileno, cuyo valor de contenido de huecos promedio fue de 4.61%. Esto se debe a que la superficie específica total de la membrana es menor que en los casos donde se incorporaron partículas de HDPE. También, en esta Figura se destacan los valores de contenido de huecos para las membranas con 30%, 50% y 70% de partículas de HDPE, donde se obtuvieron contenidos de huecos promedio de 11.92%, 10.10% y 8.73%, respectivamente. Esta disminución de contenido de huecos se atribuye a la disminución de la densidad aparente que presentaron las membranas, por efecto de un mayor incremento del volumen total en el material compuesto. De acuerdo a esto, cuanto mayor sea el contenido de partículas de HDPE que se le incorpora a la membrana, menor será la diferencia entre la densidad aparente y la densidad máxima teórica, dando como resultado un menor contenido de huecos en ella.

3.3 Distribución de las partículas de HDPE en el interior de las membranas

La Fig. 10 muestra los resultados promedio de la velocidad del pulso ultrasónico obtenidos para las membranas con diferentes porcentajes de partículas de HDPE. En esta Figura, la velocidad del pulso ultrasónico medida en las membranas, se ha representado como una matriz bidimensional que contiene la velocidad promedio de cada cuadrícula dividida en ellas y su distribución de acuerdo a la ecuación (3). De esta forma, la Fig. 10 representa una membrana de referencia sin partículas,

mientras que las Fig. 10(b-d) representan las membranas con 30%, 50% y 70% de partículas de HDPE, respectivamente.

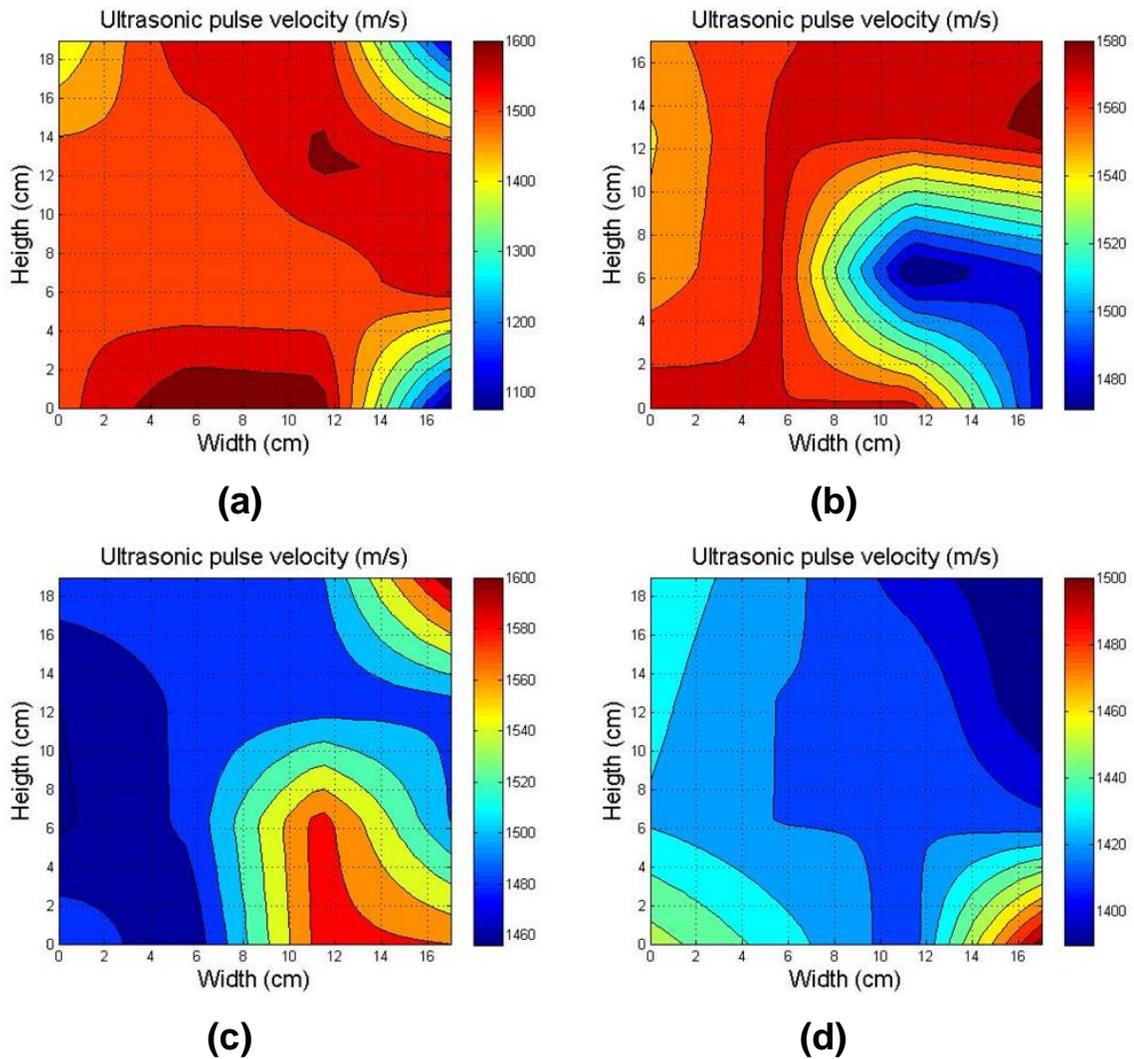


Fig. 10. Resultados promedio de la velocidad del pulso ultrasónico en membranas con: (a) 0% de HDPE, (b) 30% de HDPE, (c) 50% de HDPE y (d) 70% de HDPE.

De este modo, los resultados de la velocidad del pulso ultrasónico se pueden interpretar como una representación cualitativa de la distribución de partículas de polietileno en el interior de las membranas después de su proceso de fabricación. De esta forma, las velocidades mayores (1500 a 1600 m/s) pueden asociarse a zonas con una menor presencia de partículas de HDPE (menor contenido de huecos y una mayor densidad), mientras que las menores velocidades (1400 a 1500 m/s) pueden asociarse a zonas con una mayor presencia de partículas de HDPE (mayor contenido de huecos y una menor densidad). Así, la membrana de referencia, muestra un comportamiento uniforme registrando mayores velocidades de pulso ultrasónico que las membranas con polietileno.

No obstante, para las membranas con partículas de HDPE de las Fig. 10(b-d), se observa una disminución en las velocidades respecto de una membrana de referencia. Esta disminución se relaciona con el aumento de la porosidad en las membranas (ver Fig. 9), porque el pulso ultrasónico al encontrarse con un medio poroso, provocará una mayor dispersión de las ondas en su interior, aumentando su tiempo de propagación. Un comportamiento similar se registró en otros materiales compuestos evaluados por ultrasonidos [15], donde su velocidad de propagación se redujo por un aumento en la porosidad. Por lo tanto, se puede confirmar que la velocidad del pulso ultrasónico es inversamente proporcional al contenido de huecos en las membranas, y directamente proporcional a la densidad de las mismas, ya que el pulso ultrasónico viajará más rápido al encontrarse con un medio más denso.

Adicionalmente, en las Fig. 10(b-d) se observa una mayor influencia del polietileno a medida que se incrementa el contenido de partículas en las membranas. Como hipótesis, esto puede deberse a un cambio físico en este material durante el proceso de fabricación de la membrana a 180°C. AlMaadeed et al. [22] en su trabajo confirmaron que la temperatura de fusión del HDPE ocurre a partir de los 133°C. Con base en la hipótesis y a lo expuesto por estos autores, durante la fabricación de la membrana a una temperatura de 180°C, las partículas de HDPE se fundieron en su interior, provocando en ellas una reducción de su viscosidad. Así, la dispersión de las partículas de HDPE fue más fluida en el interior de la matriz de caucho. Sin embargo, por efecto de la temperatura de fabricación de la membrana, el caucho y el HDPE no presentaron mayor pérdida de masa (ver Fig. 11), debido a que la temperatura de degradación de estos materiales es mayor que la utilizada durante la fabricación de este nuevo material.

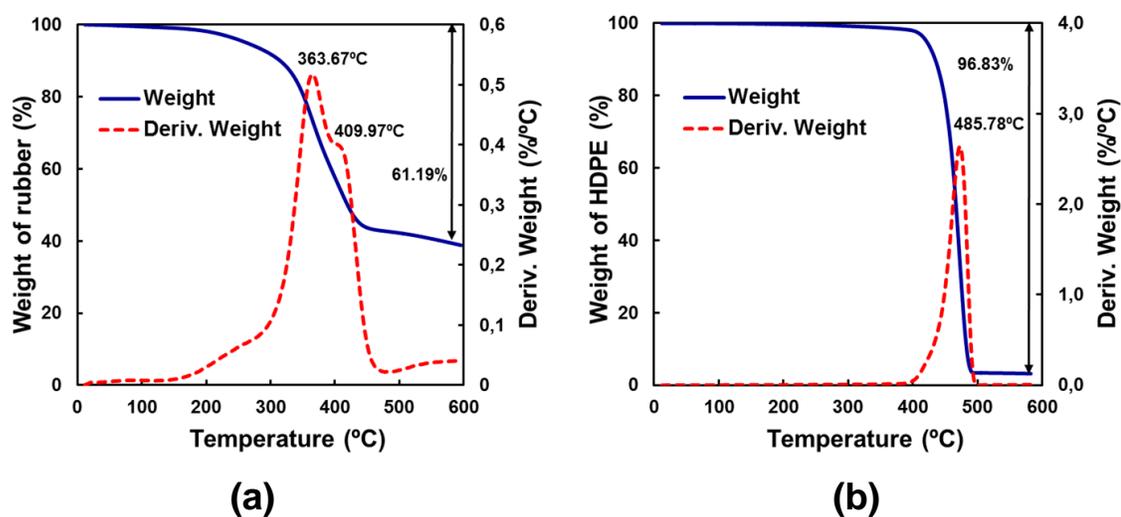


Fig. 11. Resultado del ensayo TGA realizado al (a) polvo de caucho y (b) las partículas de HDPE.

En este contexto, la Fig. 12 muestra la caracterización SEM de la sección transversal de probetas antes de ser ensayadas, donde se observa la formación de canales de polietileno por efecto de una mayor dispersión de este material en el interior de la membrana. Además, estos canales de polietileno serán más grandes a medida que se incrementa el contenido de partículas de HDPE (ver Fig. 12(a-c)). Este fenómeno ocurrió por la reducción de la viscosidad del polietileno durante el proceso de fabricación de la membrana. Adicionalmente, en la Fig. 12(d), se muestra una magnificación de la imagen de la Fig. 12(c), donde se observa una mala adherencia entre el caucho y el HDPE, generando pequeños vacíos entre ambos materiales pudiendo afectar a sus propiedades mecánicas medidas usando el ensayo de tracción.

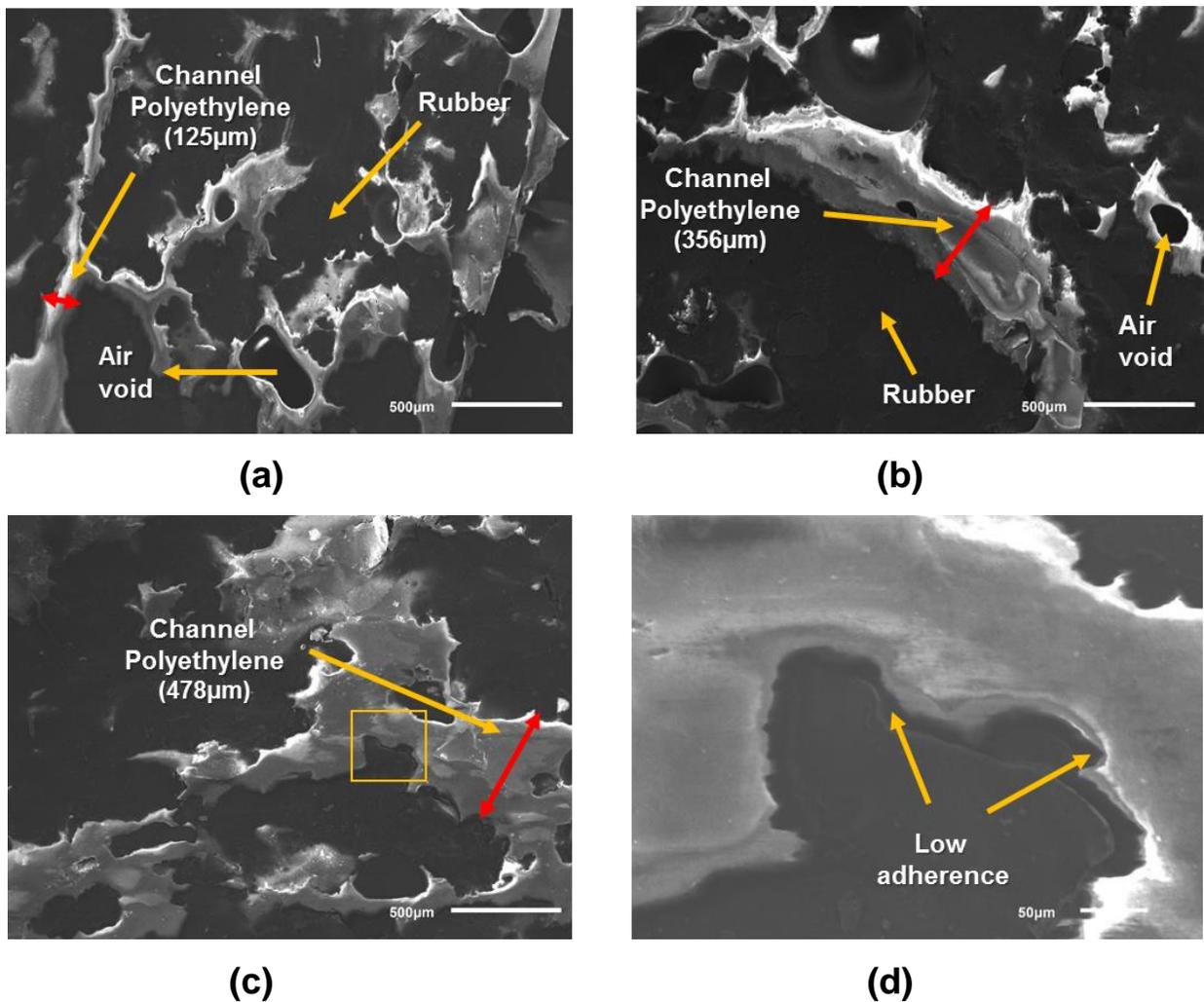


Fig. 12. Caracterización SEM de la sección transversal de las muestras de tracción antes de ser ensayadas con: (a) 30% de HDPE, (b) 50% de HDPE, (c) 70% de HDPE y (d) zoom de imagen de la muestra con 70% de HDPE de la Fig. 12(c).

3.4 Propiedades de las membranas en condiciones secas

En la Tabla 2 se han resumido las propiedades físicas y mecánicas para todas las membranas evaluadas bajo la condición seca. De esta forma, se ve que para las membranas con partículas de HDPE, el contenido de huecos (CH) aumenta y la densidad aparente (DA) disminuye, respecto de una membrana de referencia sin partículas. Esta tendencia se atribuye a la baja adherencia entre el caucho y las partículas de HDPE comprobado en la caracterización SEM de las membranas.

En cuanto a las propiedades mecánicas de las membranas mostradas en la Tabla 2, se puede ver que la resistencia a tracción (FT) y el módulo elástico (E), aumentaron respecto a una membrana de referencia de solo caucho. Sin embargo, la deformación a tracción (DT) entre membranas con partículas de HDPE disminuye a medida que se incrementa el contenido de partículas en ellas. Este comportamiento se puede apreciar mejor en la Fig. 13, donde se muestra la curva de esfuerzo-deformación promedio de las membranas con y sin partículas de HDPE. En esta Figura se puede observar que la presencia de las partículas de HDPE en el interior de las membranas provocó un aumento en la fuerza máxima soportada a tracción, respecto a una membrana de referencia. Así, al incrementar el contenido de partículas en ellas la deformación máxima disminuye. Por lo tanto, las partículas de polietileno en el interior de las membranas proporcionaron un aumento en la rigidez, y en efecto incrementaron su módulo elástico. Esta mejora mecánica, se atribuye a la conformación de los canales de polietileno en el interior de la membrana (ver Fig. 12), que mejoran la microestructura de este nuevo material.

Tabla 2. Resumen de las propiedades de las membranas en condición seca.

Membranas	Promedio de propiedades físicas		Promedio de propiedades mecánicas		
	CH (%)	DA (g/cm ³)	FT (N)	DT (mm)	E (MPa)
30	11.92	1.001	123.45	17.74	12.53
50	10.10	1.001	171.69	11.63	21.02
70	8.73	0.999	198.29	9.08	26.24
Membrana de referencia	4.61	1.135	65.62	13.03	3.58

En conclusión, se puede decir que la contribución mecánica de las partículas de HDPE en el interior de las membranas fue alta respecto de una membrana de referencia, ya que estas pueden mejorar en un mayor o menor grado las propiedades físicas y mecánicas de este nuevo material.

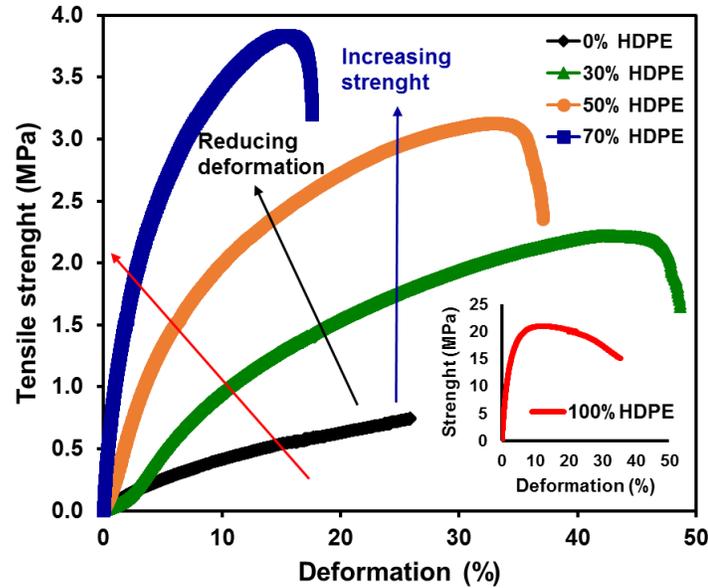


Fig. 13. Curva de esfuerzo-deformación promedio de las membranas con y sin partículas de HDPE comparada con la curva de solo HDPE.

3.5 Influencia de las condiciones ambientales en las propiedades mecánicas de las membranas

La Fig. 14 muestra los resultados promedio de la fuerza máxima a tracción, la máxima deformación y el módulo elástico para las probetas pre-acondicionadas en función del contenido de HDPE. En estas Figuras, se observa el comportamiento que presentaron las muestras de ensayo al ser pre-acondicionadas en 4 diferentes estados ambientales: seco, saturado en agua, frío y envejecimiento.

En la Fig. 14(a), se muestran los resultados promedio de la resistencia a tracción de las probetas pre-acondicionadas en función del contenido de partículas de HDPE, donde se observa que un incremento del contenido de partículas en las membranas aumenta la resistencia a la tracción. Además, en esta Figura se observa que las probetas sometidas a estados frío y envejecido mostraron una mejora en su resistencia respecto de las muestras en condición seca. Sin embargo, para las probetas en estado saturado en agua, su resistencia a tracción disminuyó. Esto se debe a que el agua al filtrarse por los poros, provoca un aumento de la presión intersticial en el interior de las membranas, disminuyendo aún más la cohesión entre el caucho y el HDPE (ver Fig. 12(d)). Así, las muestras, al contener agua en su interior, experimentaron una reducción en la resistencia y un aumento de la deformación (ver Fig. 14(b)).

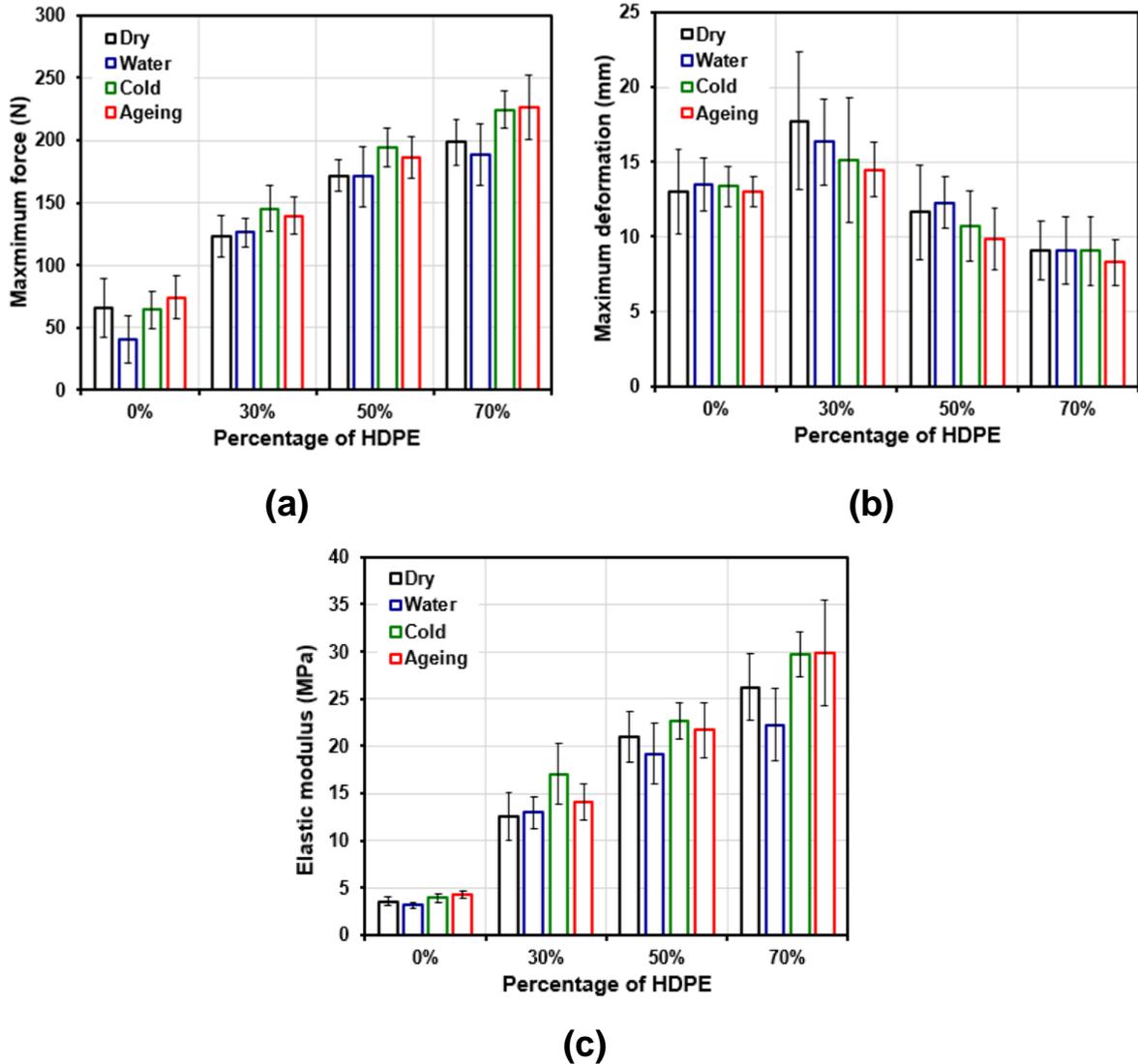


Fig. 14. Resultados promedio de las propiedades mecánicas de las probetas pre-acondicionadas en función del porcentaje de HDPE: (a) fuerza máxima a tracción, (b) máxima deformación y (c) módulo elástico.

Por otra parte, en la Fig. 14(b), se muestran los resultados promedio de la máxima deformación a tracción de las probetas pre-acondicionadas en función del contenido de partículas de HDPE. A nivel general, se observa que al incrementar el contenido de partículas en las membranas, disminuye su deformación máxima, no así para las membranas con 30% de HDPE, que mostraron mayor deformación que el resto. Esto se atribuye al mayor aumento de contenido de huecos en esta membrana (ver Fig. 9), permitiendo una mayor deformación de los canales de polietileno. Adicionalmente, en esta Figura se observa que las probetas en estado saturado mostraron una mejora en su deformación, respecto de las muestras sometidas a otra condición ambiental. Sin embargo, para las probetas en estado frío y envejecido, mostraron una disminución en su

deformación. Esto se debe a que al someter una muestra a estado frío (menor temperatura), esto provocará que los canales de polietileno tiendan a inmovilizarse, restringiendo su desplazamiento a otras posiciones y aumentando su tensión interna. Así, las muestras al ser ensayadas a tracción se comportarán de manera más frágil al no poder liberar su tensión. Por otra parte, al someter una muestra a estado envejecido (mayor temperatura), esto provocará que los canales de polietileno tengan una mayor movilidad, permitiendo cambiar sus posiciones y entrelazarse con otros grupos de partículas formando estructuras más estrechas que mejoren la rigidez de la membrana.

Por último, en la Fig. 14(c), se muestran los resultados promedio del módulo elástico de las probetas pre-acondicionadas en función del contenido de partículas de HDPE, donde se observa que al incrementar el contenido de partículas en las membranas el módulo elástico de las probetas en estado frío y envejecido aumentaron respecto de las muestras en otra condición ambiental. Así, el mayor módulo elástico se obtuvo para las probetas en estado frío con un valor promedio de 23.13MPa, seguido de las probetas en estado envejecido con un promedio de 21.83MPa. Sin embargo, el módulo elástico de las probetas en estado saturado en agua disminuyó (valor promedio: 18.15MPa) respecto de las muestras en estado seco (valor promedio: 19.93MPa). Esta disminución se debió a que las propiedades mecánicas de las probetas se vieron afectadas por su saturación en agua, disminuyendo la resistencia de este material.

Para confirmar estos resultados, la Tabla 3 muestra un resumen de las propiedades mecánicas promedio obtenidas de las probetas de ensayo pre-acondicionadas y mostradas en la Fig. 14. En resumen, las partículas de HDPE y las condiciones ambientales (frío y envejecimiento) mejoran las propiedades mecánicas de las membranas, esto será aún más favorable a medida que se incrementa el contenido de partículas (ver Fig. 13), permitiendo un mayor refuerzo en ellas. Sin embargo, al someter las membranas a una condición de saturación en agua, sus propiedades mecánicas se verán reducidas, afectando principalmente a la resistencia de este nuevo material. No obstante, analizando las barras de error de la desviación estándar que se muestran en la Fig. 14, estos resultados promedio de las propiedades mecánicas pueden no ser representativos para las muestras ensayadas. En general, de la Tabla 3 y Fig. 14, se puede concluir que los valores promedio de la fuerza máxima a tracción, la máxima deformación y el módulo elástico de las membranas con partículas de HDPE pueden variar positiva o negativamente dependiendo del tipo de condición ambiental a la que estas se expongan.

Tabla 3. Propiedades mecánicas promedio de las probetas de ensayo pre-acondicionadas.

Propiedades mecánicas promedio de las probetas bajo condición seca			
PP (%)	FT (N)	DT (mm)	E (MPa)
30	123.45	17.74	12.53
50	171.69	11.63	21.02
70	198.29	9.08	26.24
Ref.	65.62	13.03	3.58
Propiedades mecánicas promedio de las probetas bajo condición saturada en agua			
PP (%)	FT (N)	DT (mm)	E (MPa)
30	126.26	16.32	12.99
50	170.88	12.28	19.21
70	188.25	9.08	22.26
Ref.	40.43	13.53	3.17
Propiedades mecánicas promedio de las probetas bajo condición fría			
PP (%)	FT (N)	DT (mm)	E (MPa)
30	145.20	15.09	17.05
50	194.11	10.72	22.63
70	224.50	9.04	29.72
Ref.	63.91	13.35	3.90
Propiedades mecánicas promedio de las probetas bajo condición de envejecimiento			
PP (%)	FT (N)	DT (mm)	E (MPa)
30	139.68	14.47	14.09
50	186.71	9.86	21.69
70	226.67	8.28	29.83
Ref.	73.93	13.00	4.27

Por otra parte, con el objetivo de identificar qué condición ambiental afectó en mayor o menor grado la resistencia mecánica de las membranas, se ha definido un Factor de Resistencia Máxima (FRM). Este ratio se define como el cociente entre la resistencia máxima de las probetas de tracción tratadas (FR pre- tratada) y no tratadas (FR no pre-tratada), bajo diferentes porcentajes de partículas de HDPE y distintos estados ambientales.

$$FRM = \frac{FR_{pre-tratada}}{FR_{no\ pre-tratada}} \quad (4)$$

Por lo tanto, se ha calculado el promedio de los valores de FRMs para todas las probetas ensayadas a la tracción. Los valores calculados de FRMs se muestran gráficamente en la Fig. 15. En esta

Figura, se puede observar que en las condiciones de saturación en agua (promedio FRM: 1.023), frío (promedio FRM: 1.179) y envejecimiento (promedio FRM: 1.124), presentaron una influencia positiva en la resistencia máxima para las membranas con 30% de partículas de HDPE. Por otra parte, las condiciones de frío (promedio FRM: 1.131 y 1.132) y de envejecimiento (promedio FRM: 1.087 y 1.143) de las membranas con 50% y 70% de partículas de HDPE, respectivamente, también presentaron una influencia positiva en el Factor de Resistencia Máxima. Por el contrario, la influencia fue negativa para la condición de saturación en agua, donde las membranas con 50% y 70% de partículas de HDPE presentaron un promedio de FRMs de 0.949 y 0.982, respectivamente. Sin embargo, observando las barras de error de la desviación estándar de la Fig. 15, estos resultados promedio de FRMs pueden no ser representativos en las membranas reforzadas con partículas de polietileno.

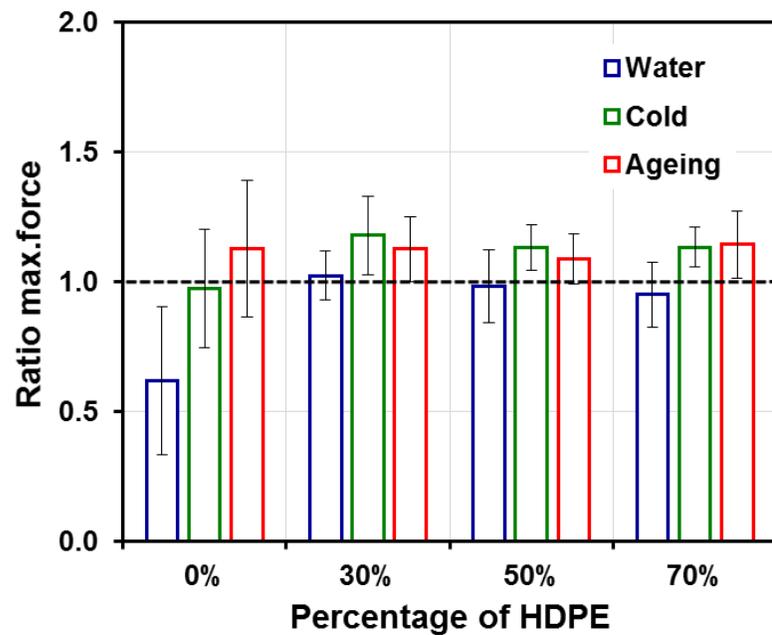


Fig. 15. Resultados promedio de los Factores de Resistencia Máxima (FRMs) en función del contenido de partículas de HDPE.

Así, con el objetivo de demostrar la influencia real de las partículas de HDPE 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 Máxima (FRM). De esta manera, en la Fig. 16 se ha representado la probabilidad Weibull de todos los FRMs 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 partículas de HDPE ocurre debido a pequeñas grietas formadas en las muestras durante cada ensayo de carga. Así, debido a la repetición de pequeñas fuerzas de tracción de los canales de polietileno durante los ensayos y los daños acumulados, estos canales de polietileno formados en el interior de la membrana pueden verse dañados fallando por corte. En la Fig. 17, se observa la falla de corte que presentaron los canales de polietileno cuando se alcanzó la máxima fuerza a tracción en la probeta. Este comportamiento fue similar al código de falla XGM propuesto por la norma ASTM D3039/D3039M-00 [23] en materiales compuestos, donde se muestra una probeta deshilachada al momento de fallar a tracción.

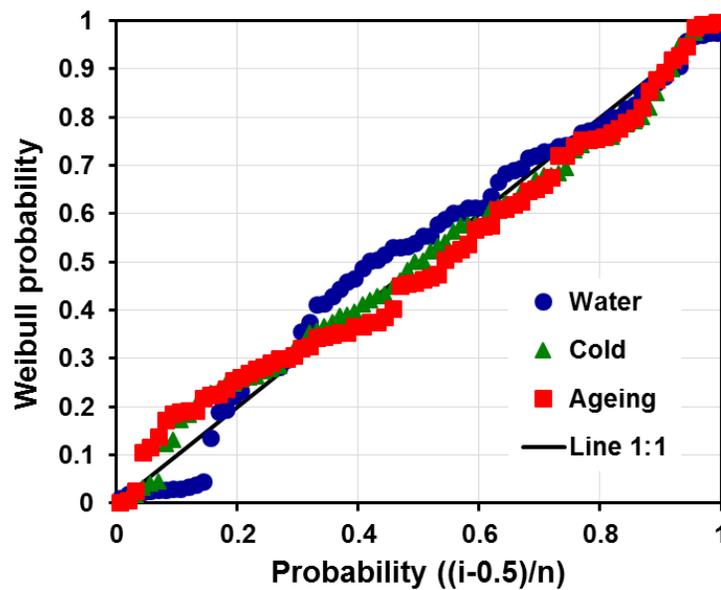


Fig. 16. Gráfico probabilidad – probabilidad Weibull para los valores de FRMs.

De esta forma, los datos de FRMs pueden ser modelados como un proceso de daño en el material compuesto, ajustados a una función de distribución de probabilidad de tipo Weibull. Por lo tanto, a partir de la Fig. 16 se puede observar que la relación entre la probabilidad teórica (Weibull) y la esperada se alinean en una recta 1:1, para todas las condiciones ambientales aplicadas, como son: saturación en agua, frío y envejecimiento. Esto significa que los datos de FRMs para cada condición ambiental pueden ser representados por una sola función de distribución tipo Weibull independiente de la condición ambiental aplicada.

Como conclusión, se puede confirmar que las partículas de HDPE no contribuyen significativamente a mejorar las propiedades mecánicas de las membranas evaluadas bajo diferentes condiciones ambientales.

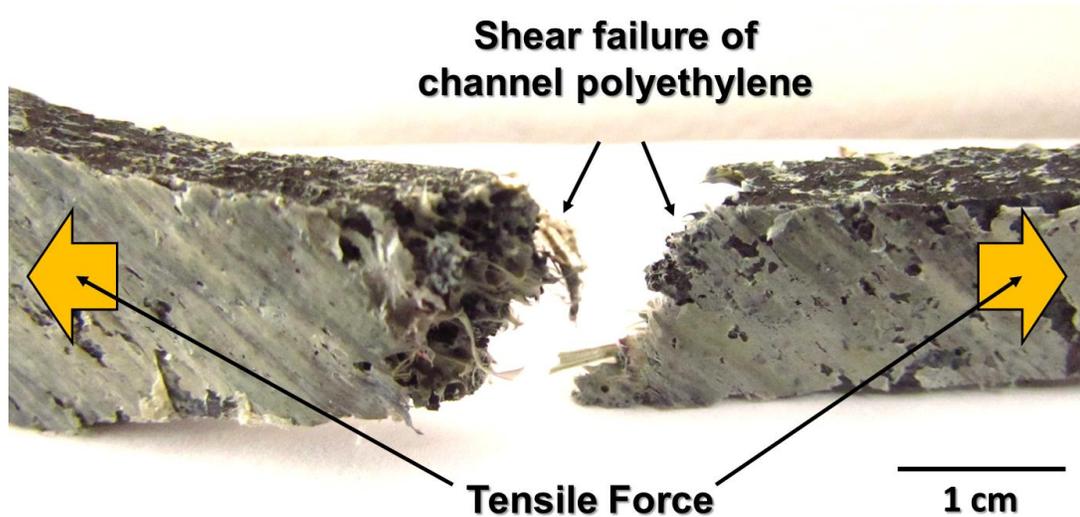


Fig. 17. Separación de los canales de polietileno de la matriz de caucho: ejemplo de una probeta ensayada a tracción con un 70% de partículas de HDPE pre-acondicionadas bajo la condición de frío.

3.6 Influencia de las partículas de HDPE en la conductividad térmica de las membranas

La Fig. 18 muestra los resultados promedio de la conductividad térmica de las membranas (tipo B) en función del porcentaje de partículas de HDPE. En esta Figura, se observa que la adición de partículas de HDPE en las membranas, provocó un aumento de la conductividad térmica de hasta un 40% aproximadamente, en comparación a una membrana de referencia sin HDPE.

Adicionalmente, en la Fig. 18 se observa que la membrana con 30% de contenido de partículas de HDPE, presentó el mayor valor promedio de conductividad térmica, $0.276 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, seguida de las membranas con 50% y 70% de partículas de HDPE, donde los valores de conductividad térmica promedio fueron de $0.273 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ y $0.263 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, respectivamente. Por otra parte, el menor valor de conductividad térmica fue para la membrana de referencia sin HDPE, cuyo valor promedio fue de $0.166 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

Por lo tanto, el aumento de la conductividad térmica en las membranas con polietileno, se atribuye a la mayor capacidad de conducción térmica que posee el HDPE frente al caucho. Estudios anteriores [24] demostraron que la conductividad térmica del polietileno es de $0.428 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. De

esta forma, la adición de partículas de HDPE con una conductividad térmica mayor a la matriz de caucho, aumentó la capacidad de transferencia de calor de este nuevo material. Un comportamiento similar se ha registrado en otros materiales compuestos de polietileno [25], donde la conductividad térmica de la matriz aumentó por efecto de una mayor capacidad de conducción térmica del material incorporado. Además, los canales de polietileno formados en el interior de la membrana (ver Fig. 12), facilitaron la trasmisión del flujo de calor por conducción en este nuevo material.

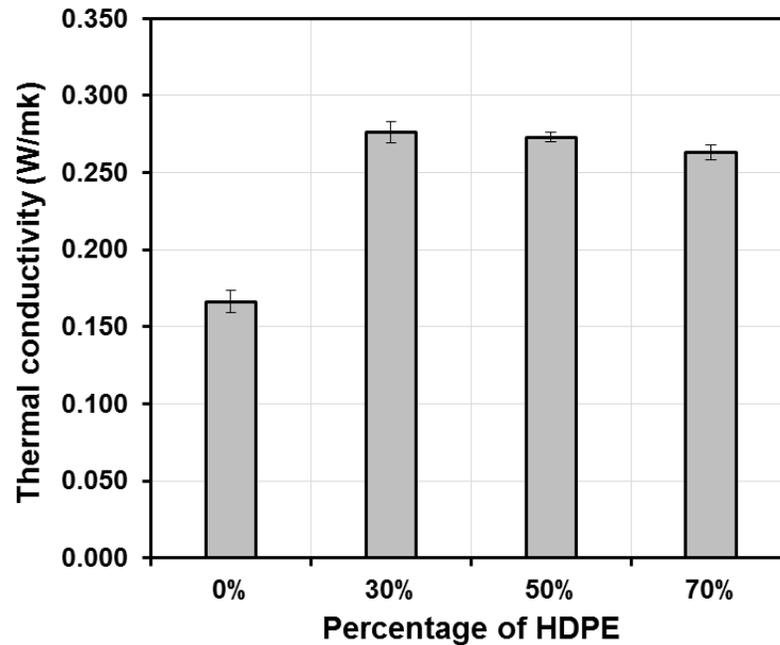


Fig. 18. Resultados promedio de la conductividad térmica en función del porcentaje de partículas de HDPE.

Por otra parte, en la Fig. 18 se observa que entre membranas con partículas de HDPE los valores de conductividad térmica disminuyeron. Este comportamiento siguió la misma tendencia gráfica mostrada en la Fig. 9. Por lo tanto, esto se atribuye a la disminución de la densidad en las membranas, ya que el flujo de calor se transmite más lento en materiales con baja densidad. También, una hipótesis relacionada con la disminución de la conductividad térmica, es que el flujo de calor pudo haber sido disipado por el borde de los canales de polietileno, donde el caucho y el HDPE forman pequeños vacíos. Sin embargo, la variación de la conductividad térmica en las membranas y su respectiva desviación estándar, fueron bajas. Esto significa que la adición de hasta un 30% de partículas de HDPE en las membranas fue suficiente para mejorar los valores de conductividad térmica en este nuevo material.

Finalmente, con base en los resultados se puede concluir que la nueva membrana posee una baja capacidad de transferencia de calor, aunque las partículas de HDPE hayan aumentado los valores de conductividad térmica [26]. Por lo tanto, la potencial utilización de esta membrana puede ser con fines de aislación térmica. Un material de uso común en la construcción, para el revestimiento interior de los muros, es la plancha de yeso-cartón, cuyo valor de conductividad térmica descrita en la NCh853 [26] es de $0.31 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, con una densidad de 0.87gr/cm^3 . Por lo tanto, esta nueva membrana polimérica podría ser utilizada en remplazo de este material, debido a la similitud en sus propiedades físicas y térmicas.

4 CONCLUSIONES

En esta investigación se ha estudiado la influencia de las partículas de HDPE sobre las propiedades físicas, mecánicas y térmicas de una nueva membrana de caucho reforzada con partículas. De esta forma, se han analizado en laboratorio cuatro diferentes membranas, empleando la misma granulometría de polvo de caucho, pero con cuatro diferentes porcentajes de partículas de HDPE 0%, 30%, 50% y 70%. Así, los principales resultados mostraron que la presencia de partículas de polietileno en las membranas de caucho, mejoraron las propiedades mecánicas y térmicas de este nuevo material. Adicionalmente, estos resultados fueron relacionados con las propiedades físicas de esta nueva membrana, ya que la presencia de partículas de HDPE en su interior provocó una disminución en la densidad y un aumento en la porosidad de esta membrana. De este modo, con base en el análisis de los resultados obtenidos en esta investigación se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- En relación a las propiedades físicas de las membranas, se encontró que la presencia de partículas de polietileno provocó una disminución de la densidad aparente y un aumento en el contenido de huecos de las membranas. Asimismo, el contenido de huecos disminuyó con el incremento del porcentaje de partículas de HDPE. La disminución de la densidad aparente se justificó empleando la regla de las mezclas en materiales compuestos, donde se obtuvo que cuanto mayor era el porcentaje de partículas de HDPE incorporadas en la membrana, menor es la densidad de este nuevo material. Además, el incremento de la porosidad de las membranas se atribuyó a la mayor superficie específica que poseen las membranas con polietileno. Sin embargo, la disminución de contenido de huecos entre membranas con partículas de HDPE, se debió a la menor diferencia entre la densidad

aparente y la densidad máxima teórica con el incremento del porcentaje de partículas de HDPE.

- Por otra parte, en el análisis de la distribución interna de las membranas realizada mediante ensayos ultrasónicos, se observó que las menores velocidades representaron a membranas con alta presencia de partículas de HDPE. Esto se debió al mayor tiempo de propagación de la onda ultrasónica en las membranas por efecto de una mayor porosidad. Además, conforme al incremento del contenido de partículas de HDPE, en algunas zonas de las membranas se formaron canales de polietileno. Estos canales se crearon a consecuencia de la compactación de la membrana a 180°C, donde las partículas de polietileno redujeron su viscosidad permitiendo que fluyeran por el interior de las membranas.
- En cuanto a las propiedades mecánicas de las membranas, las partículas de HDPE incrementaron la resistencia a tracción y el módulo elástico de las membranas reforzadas con partículas. Sin embargo, la deformación de estas nuevas membranas se redujeron. Este comportamiento se atribuyó a la formación de los canales de polietileno en el interior de las membranas que mejoraron la microestructura de este nuevo material, provocando en ellas un aumento en su rigidez.
- Adicionalmente, las condiciones ambientales y el incremento del contenido de partículas de HDPE mejoraron las propiedades mecánicas de las membranas. Esta mejora mecánica se mostró principalmente en las condiciones de frío y envejecimiento. Por el contrario, las membranas en condición de saturación en agua mostraron una influencia negativa, donde su resistencia se vio afectada por la filtración de agua en sus porosidades. Sin embargo, con base en el análisis de probabilidad, se ha comprobado que las partículas de HDPE no contribuyen significativamente a mejorar las propiedades mecánicas de las membranas evaluadas bajo las 4 diferentes condiciones ambientales.
- En lo referente a las propiedades térmicas de las membranas, se mostró que la adición de partículas de HDPE permitió incrementar aproximadamente en un 40% los valores promedio de la conductividad térmica respecto de una membrana sin partículas de HDPE. Sin embargo, una adición mayor al 30% de partículas de HDPE en las membranas, redujo los valores de conductividad térmica de este nuevo material. El aumento de la conductividad térmica en las membranas se atribuyó a la mayor capacidad térmica de las partículas de HDPE frente a la matriz de caucho. Por otra parte, la disminución de la conductividad térmica entre membranas, se debió a la disminución de la densidad y el

aumento de la porosidad en ellas. Por lo tanto, con base en los resultados la capacidad de transferencia de calor de la membrana fue baja, por lo que su potencial utilización es con fines de aislación térmica.

- Finalmente, con respecto a lo concluido en las propiedades mecánicas y térmicas de este nuevo material, se define que un 70% de partículas de HDPE incorporadas en la membrana será un porcentaje óptimo que mejorará sus propiedades, para propósitos mecánicos y energéticos.

5 REFERENCIAS

- [1] Liliana P.F. Abreu, Joel R.M. Oliveira, Hugo M.R.D. Silva, Paulo V. Fonseca. Recycled asphalt mixtures produced with high percentage of different waste materials. *Construction and Building Materials* 2015; 84: 230-238.
- [2] Presti D. Lo, Recycled tyre rubber modified bitumens for road asphalt mixtures: a literature review. *Construction and Building Materials* 2013; 49: 863-881.
- [3] Pavel Oblak, Joamin Gonzalez-Gutierrez, Barbara Zupan, Alexandra Aulova, Igor Emri. Processability and mechanical properties of extensively recycled high density polyethylene. *Polymer Degradation and Stability* 2015; 114: 133-145.
- [4] Li L, Ruan S, Zeng L. Mechanical properties and constitutive equations of concrete containing a low volume of tire rubber particles. *Construction and Building Materials* 2014; 70: 291-308.
- [5] Eldin NN, Senouci AB. Use of scrap tires in road construction. *Journal of Construction Engineering and Management-ASCE* 1992; 118(3): 561-576.
- [6] Shu X, Huang B. Recycling of waste tire rubber in asphalt and Portland cement concrete: An overview. *Construction and Building Materials* 2014; 67: 217-224.
- [7] Siddique R, Naik TR. Properties of concrete containing scrap tire rubber-An overview. *Waste Management* 2004; 24(6): 563-569.
- [8] Norambuena-Contreras J, Gutierrez Aguilar V, Gonzalez-Torre I. Physical and mechanical behaviour of a fibre-reinforced membrane with self-healing purposes via microwave heating. *Construction and Building Materials* 2015; 94: 45-56.

- [9] Liliana P.F. Abreu, Joel R.M. Oliveira, Hugo M.R.D. Silva, Paulo V. Fonseca. Recycled asphalt mixtures produced with high percentage of different waste materials 2015; 84: 230-238.
- [10] Sinan Hınıslıoğlu, Emine Ağar. Use of waste high density polyethylene as bitumen modifier in asphalt concrete mix. *Materials Letters* 2004; 58: 267-271.
- [11] G. Kang, Y. Cao, Application and modification of poly (vinylidene fluoride) (PVDF) membranes – a review, *J. Membr. Sci.* 2014; 463: 145-165.
- [12] Hermans S, Dom E, Mariën H, Koeckelberghs G, Vankelecom IFJ. Efficient synthesis of interfacially polymerized membranes for solvent resistant nanofiltration. *Journal of Membrane Science* 2015; 476: 356-363.
- [13] Moatasim Attaelmanan, Cheng Pei Feng, Al-Hadidy AI. Laboratory evaluation of HMA with high density polyethylene as a modifier. *Construction and Building Materials* 2011; 25: 2764-2770.
- [14] M. Karkri, M. Lachheb, Z. Nógellová, B. Boh, B. Sumiga, M.A. AlMaadeed, A. Fethi, I. Krupa. Thermal properties of phase-change materials based on high-density polyethylene filled with micro-encapsulated paraffin wax for thermal energy storage. *Energy and Buildings* 2015; 88: 144-152.
- [15] J. Norambuena-Contreras, D. Castro-Fresno, A. Vega-Zamanillo, M. Celaya, I. Lombillo Vozmediano. Dynamic modulus of asphalt mixture by ultrasonic direct test. *NDT&E International* 2010; 43(7): 626-634.
- [16] Tigdemir M, Figen S, Yalcin U. Application of ultrasonic method in asphalt concrete testing for fatigue life estimation. *NDT&E International* 2004; 37: 597-602.
- [17] ASTM D638-10. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010.
- [18] ASTM D5334-08. Standard Test Method for Determination of Thermal Conductivity of Soil and Soft Rock by Thermal Needle Probe Procedure, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2008.
- [19] J. Gonzalez-Benito, J. Martinez-Tarifa, M.E. Sepúlveda-García, R.A. Portillo, G. Gonzalez-Gaitano. Composites based on HDPE filled with BaTiO₃ submicrometric particles. Morphology, structure and dielectric properties. *Polymer Testing* 2013; 32: 1342-1349.

- [20] M. Tanniru, Q. Yuan, R.D.K Misra. On significant retention of impact strength in clay-reinforced high-density polyethylene (HDPE) nanocomposites. *Polymer* 2006; 47: 2133-2146.
- [21] Newell J. *Essentials of Modern Materials Science and Engineering*. John Wiley & Sons, Inc., New Jersey, USA; 2009.
- [22] M.A. AlMaadeed, Sami Labidi, Igor Krupa, Mustapha Karkri. Effect of expanded graphite on the phase change materials of high density polyethylene/wax blends. *Thermochimica Acta* 2006; 44(2): 200-210.
- [23] ASTM D3039/D3039M-00. Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials. American Society for Testing Materials, 2004.
- [24] Xue Li, Lope G. Tabil, Ikechukwuka N. Oguocha, Satyanarayan Panigrahi. Thermal diffusivity, thermal conductivity, and specific heat of flax fiber-HDPE biocomposites at processing temperatures. *Composites Science and Technology* 2008; 68: 1753-1758.
- [25] Wenying Zhou, Shuhua Qi, Haidong Li, Shiyu Shao. Study on insulating thermal conductive BN/HDPE composites. *Thermochimica Acta* 2007; 52: 36-42.
- [26] NCh 853. Acondicionamiento térmico – Envoltente térmica de edificios – Cálculo de resistencias y transmitancias térmicas. Instituto Nacional de Normalización (INN), 1991.