



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
UNIDAD ZACATENCO



“Propiedades tribológicas de una poliamida reforzada con
butiral de polivinilo reciclado”

TESIS
PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRÍA EN CIENCIAS EN
INGENIERÍA MECÁNICA

PRESENTA:

Ing. Isabel Ariadna Carmona Cervantes

DIRECTORES DE TESIS:

Dr. Iván Enrique Campos Silva

Dra. Andrea Guevara Morales

CIUDAD DE MÉXICO, 2023



SIP 14



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

SIP-14
REP 2017

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México siendo las 12:00 horas del día 15 del mes de marzo del 2023 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Posgrado de SEPI ESIME ZACATENCO para examinar la tesis titulada: Propiedades tribológicas de una poliamida reforzada con butiral de polivinilo reciclado de la alumna:

Apellido Paterno:	CARMONA	Apellido Materno:	CERVANTES	Nombre (s):	ISABEL ARIADNA
-------------------	----------------	-------------------	------------------	-------------	-----------------------

Número de registro: A 2 1 0 5 2 4

Aspirante del Programa Académico de Posgrado: MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA

Una vez que se realizó un análisis de similitud de texto, utilizando el software antiplagio, se encontró que el trabajo de tesis tiene 7 % de similitud. **Se adjunta reporte de software utilizado.**

Después que esta Comisión revisó exhaustivamente el contenido, estructura, intención y ubicación de los textos de la tesis identificados como coincidentes con otros documentos, concluyó que en el presente trabajo **SI** **NO** **SE CONSTITUYE UN POSIBLE PLAGIO.**

JUSTIFICACIÓN DE LA CONCLUSIÓN:

El 7% de similitud corresponde a expresiones utilizadas convencionalmente, a terminología propia de la tesis, y a la metodología adecuadamente referida.

****Es responsabilidad del alumno como autor de la tesis la verificación antiplagio, y del Director o Directores de tesis el análisis del % de similitud para establecer el riesgo o la existencia de un posible plagio.**

Finalmente, y posterior a la lectura, revisión individual, así como el análisis e intercambio de opiniones, los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR** **SUSPENDER** **NO APROBAR** la tesis por **UNANIMIDAD** o **MAYORÍA** en virtud de los motivos siguientes:

La tesis cumple con los requisitos y los criterios de calidad para obtener el grado en Ciencias en Ingeniería Mecánica

COMISIÓN REVISORA DE TESIS


Dr. Iván Enrique Campos Silva
Director de Tesis
Nombre completo y firma


Dr. José Martínez Trinidad
Nombre completo y firma de Sinodal


Dr. Alfonso Berreses Arrázar
Nombre completo y firma de Sinodal


Dra. Andrea Guevara Morales
2º Director de Tesis
Nombre completo y firma


Dr. Ulises Figueroa López
Nombre completo y firma de Sinodal


Dr. José Martínez Trinidad
PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES



Cesión de derechos



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA DE AUTORIZACIÓN DE USO DE OBRA PARA DIFUSIÓN

En la Ciudad de México, siendo el día 15 del mes de marzo del año 2023, la que suscribe Isabel Ariadna Carmona Cervantes, alumna del Programa Maestría en Ciencias en Ingeniería Mecánica, con número de registro A210524, adscrita a la Sección de Estudios de Posgrado e Investigación de la ESIME Unidad Zacatenco, manifiesta que es la autora intelectual del presente trabajo de tesis bajo la dirección del Dr. Iván Enrique Campos Silva y la Dra. Andrea Guevara Morales y cede los derechos del trabajo titulado PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE UNA POLIAMIDA REFORZADA CON BUTIRAL DE POLIVINILO RECICLADO, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso de la autora y/o directores del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a las siguientes direcciones de correo electrónico icampos@ipn.mx, a.guevaram@tec.mx y icarmonac2100@alumno.ipn.mx. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente de este.

Aspirante

ISABEL ARIADNA CARMONA CERVANTES

Director de Tesis

DR. IVÁN ENRIQUE CAMPOS SILVA

2º Director de Tesis

DRA. ANDREA GUEVARA MORALES



Dedicatorias

A mis padres, Eva Isabel Cervantes Palacios y Enrique Carmona González, ustedes que me han dado todo, sin esperar nada a cambio, por todo su amor y comprensión, por enseñarme a ser perseverante ante los retos de la vida.

A mi hermano, Enrique Carmona Cervantes, por siempre apoyarme y alegrarme cuando más lo necesito.

A Victor Hugo Ávila Felipe, por estar siempre a mi lado, por acompañarme en los buenos y malos momentos, por tus palabras de aliento y darme la fortaleza para no rendirme.



Agradecimientos

Al Dr. Iván Enrique Campos Silva, por haberme dado la oportunidad de pertenecer al Grupo Ingeniería de Superficies, por su conocimiento transmitido, por brindarme su apoyo, su tiempo, y su dedicación.

A los doctores Dra. Andrea Guevara Morales y Dr. Ulises Figueroa López, por su confianza, su apoyo, su dirección, sus enseñanzas, sus conocimientos transmitidos, y particularmente, su paciencia.

A la Dra. Ivvone Mejía Caballero, Dr. German Aníbal Rodríguez Castro, Dr. Alfonso Meneses Amador y Dr. José Martínez Trinidad, por su apoyo y contribuciones a este proyecto de investigación.

A la Lic. Carmen Muñoz, por su apoyo académico y administrativo para facilitar la realización de este trabajo.

A José Oscar Frausto Arias de la empresa Reypark, por la donación de parte de la materia prima para la realización de esta investigación.

A mis compañeros del Grupo Ingeniería de Superficies, que siempre estuvieron dispuestos a aconsejarme y nunca escasearon en su apoyo.

A mis compañeros del Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM, que siempre manifestaron su apoyo y disposición a compartir sus conocimientos.

Al CONACyT, por el apoyo económico brindado a lo largo de mi preparación profesional.

Al Consejo Mexiquense de Ciencia y Tecnología por el financiamiento brindado a través de su programa para Investigación de Mujeres Científicas (FICDTEM-2021-067).



Índice

Lista de figuras	iii
Lista de tablas	vi
Resumen	vii
Abstract.....	viii
Introducción.....	ix
Antecedentes.....	x
Justificación	xiii
Objetivos.....	xiv
Objetivo general.....	xiv
Objetivos particulares	xiv
Metodología experimental.....	xvi
Referencias	xviii
Capítulo 1	1
Tribología de polímeros	1
1.1 Generalidades del butiral de polivinilo (PVB)	1
1.2 Generalidades de la poliamida (PA) y de la poliamida reforzada con fibra de vidrio (PA-GF)	2
1.3 El anhídrido maleico (MA) como compatibilizador químico.....	3
1.4 Mezclas y compatibilidad entre PA-GF, PVB y MA	4
1.5 Tribología en polímeros.....	4
1.5.1 Polímeros reforzados.....	4
1.5.2 Coeficiente de fricción.....	5
1.5.3 Mecanismos de desgaste	8
Referencias	12
Capítulo 2	16
Desarrollo experimental	16
2.1 Preparación de las probetas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA	16
2.1.1 Materiales empleados.....	16
2.1.2 Moldeo por extrusión de los pellets	17
2.1.3 Moldeo por inyección de las placas rectangulares.....	19
2.1.4 Elaboración de las probetas para los ensayos de desgaste	21
2.2 Caracterización de las mezclas PA-GF/r-PVB-MA	22
2.2.1 Análisis por FTIR.....	22



2.2.2	Análisis morfológico de las mezclas PA-GF/r-PVB-MA	22
2.2.3	Ensayos de tensión	24
2.2.4	Ensayos de dureza Shore D.....	26
2.3	Ensayos de desgaste recíprocante lineal sobre las probetas del sistema PA-GF/r-PVB-MA	26
2.4	Caracterización de las huellas de desgaste en las mezclas PA-GF/r-PVB-MA	28
	Referencias	30
	Capítulo 3	32
	Resultados y discusiones	32
3.1	Caracterización de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA.....	32
3.1.1	Espectro FTIR de los polímeros r-PVB y la PA-0%.....	32
3.1.2	Morfología de las mezclas poliméricas	32
3.1.3	Propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de tensión y de dureza Shore D ...	35
3.2	Ensayos de desgaste recíprocante lineal sobre el sistema PA-GF/r-PVB-MA.....	36
3.2.1	Coefficiente de fricción (CoF) y mecanismos de desgaste.....	36
3.2.2	Perfiles de profundidad, volúmenes perdidos y tasas de desgaste	47
	Referencias	51
	Conclusiones.....	52
	Perspectivas de trabajo	53



Lista de figuras

Figura 1 Micrografía por MEB del desgaste superficial de las mezclas: a) PA-GF/PTFE (15%), b) PA-GF/ UHMWPE (15%) (Modificado de Li y cols. 2013).	xi
Figura 2 Micrografías por MEB de las huellas de desgaste: a) PA-0%, b) PA-10%, c) PA-15%, d) PA-20% (Modificado de Carmona-Cervantes y cols. 2022).	xii
Figura 1.1 Estructura química del butiral de polivinilo (PVB) (Modificado de Wei y cols. 2020).	1
Figura 1.2 Estructura química de la poliamida 6 (Modificado de Omnexus 2021).	2
Figura 1.3 Estructura química del anhídrido maleico (MA).	4
Figura 1.4 Comportamiento del CoF en función de la distancia de deslizamiento (Modificado de Holmberg y Matthews 2009).	6
Figura 1.5 Mecanismo de adhesión: a) unión y adhesión de las asperezas en contacto, b) partículas adheridas que forman una película de transferencia. El esfuerzo cortante de la superficie 1 (τ_1) es mayor que el esfuerzo cortante de la superficie 2 (τ_2), propiciando el desprendimiento del material de la superficie 2 y la adhesión en la superficie 1 (Modificado de Holmberg y Matthews 2009).	8
Figura 2.1 Máquina extrusora, tina de agua y máquina peletizadora. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.	17
Figura 2.2 Proceso de extrusión de la mezcla PA-0%: a) extrusión, b) enfriamiento y peletizado.	17
Figura 2.3 Preparación de la mezcla r-PVB-MA: a) molido del MA, b) mezcla manual del r-PVB y el MA, c) secado del r-PVB y el MA.	18
Figura 2.4 Preparación y extrusión de las mezclas poliméricas PA-10%, PA-15% y PA-20%: a) PA-GF y r-PVB, b) mezcla manual de la PA-GF y el r-PVB-MA, c) secado de la PA-GF y el r-PVB-MA, d) extrusión de las mezclas, e) peletizado de las mezclas.	18
Figura 2.5 Máquina inyectora Belken SSF500-k5. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.	19
Figura 2.6 Molde para inyección: a) molde montado en la máquina de inyección, b) cavidades rectangulares con el sistema de alimentación. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.	20
Figura 2.7 a) Moldeo por inyección de la placa PA-15%, b) corte transversal de la placa PA-15% sin la presencia de defectos internos, c) desbaste superficial de la placa PA-15%.	21
Figura 2.8 Representación del corte de las probetas para los ensayos de desgaste.	21
Figura 2.9 Preparación superficial de las probetas PA-GF/r-PVB-MA: a) desbaste, b) superficie con un acabado superficial entre 0.1 μm y 0.2 μm	22
Figura 2.10 Equipo Shimadzu IRAffinity-1S. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.	22
Figura 2.11 Secciones de las placas rectangulares inmersas en nitrógeno líquido, previo a la fractura criogénica.	23



Figura 2.12 Equipo Shimadzu AG-I. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.	24
Figura 2.13 Preparación de las probetas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA para la prueba de tensión: a) dimensiones de las probetas, b) probeta cortada por láser. El efecto térmico por la intensidad del láser se compensó con una tolerancia de 0.7 mm sobre las dimensiones de las probetas. Acot: mm.	25
Figura 2.14 Ensayo de tensión de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA: a) colocación de la probeta, b) inicio de la prueba, c) fractura de la probeta.	25
Figura 2.15 Grafica esfuerzo - deformación de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA.	25
Figura 2.16 Durómetro Shore SI-TV. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.	26
Figura 2.17 Equipo Bruker UMT-2 con el módulo de desgaste recíprocante lineal. Cortesía Grupo Ingeniería de Superficies del IPN.....	27
Figura 2.18 Ensayo de perfilometría óptica: a) equipo Bruker Contour GT-3D, b) huella de desgaste reconstruida mediante el software Vision 64, c) profundidad de desgaste sobre la superficie de la mezcla PA-20%. Cortesía Grupo Ingeniería de Superficies del IPN.....	29
Figura 2.19 Equipo JOEL JSM-6360LV. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.	29
Figura 3.1 Espectros FTIR de los polímeros r-PVB y PA-0%.....	32
Figura 3.2 Micrografías por MEB y tamaño de las partículas de r-PVB en las mezclas poliméricas: a) PA-0%, b) PA-10%, c) PA-15%, d) PA-20%.	34
Figura 3.3 Comportamiento del CoF de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA. La velocidad de deslizamiento fue de 30 mm s^{-1} con una carga de 10 N.....	36
Figura 3.4 Par tribológico de la mezcla PA-0%: a) huella de desgaste y mecanismos de desgaste, b) y c) mecanismos de desgaste en la contraparte de acero.	37
Figura 3.5 Representación de los mecanismos de desgaste en la mezcla PA-0%.....	38
Figura 3.6 Par tribológico de la mezcla PA-10%: a) huella de desgaste y mecanismos de desgaste, b) y c) mecanismos de desgaste en la contraparte de acero.	40
Figura 3.7 Representación de los mecanismos de desgaste en la mezcla PA-10%.....	41
Figura 3.8 Par tribológico de la mezcla PA-15%: a) huella de desgaste y mecanismos de desgaste, b) y c) mecanismos de desgaste en la contraparte de acero.	43
Figura 3.9 Representación de los mecanismos de desgaste en la mezcla PA-15%.....	44
Figura 3.10 Espectros FTIR del material transferido de las mezclas PA-10% y PA-15% hacia la contraparte de acero.....	44
Figura 3.11 Par tribológico de la mezcla PA-20%: a) huella de desgaste y mecanismos de desgaste, b) y c) mecanismos de desgaste en la contraparte de acero.	46
Figura 3.12 Representación de los mecanismos de desgaste en la mezcla PA-20%	47



Figura 3.13 Imágenes de las profundidades de las huellas de desgaste en las mezclas poliméricas: a) PA-0%, b) PA-10%, c) PA-15%, d) PA-20%. 48

Figura 3.14 Profundidades de desgaste en las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA..... 49



Lista de tablas

Tabla 1 Resultados de la resistencia al desgaste de las mezclas poliméricas. Las pruebas de desgaste se realizaron con una carga de 40 N y una velocidad de deslizamiento de 200 rpm (Modificado de Li y cols. 2013)	xii
Tabla 2 Coeficiente de fricción, dureza Shore D y pérdida de masa de las mezclas poliméricas. Las pruebas de desgaste se realizaron con una carga de 10 N y una velocidad de deslizamiento de 0.5 m s ⁻¹ (Modificado de Carmona-Cervantes y cols. 2022).....	xii
Tabla 1.1 Propiedades mecánicas del PVB (Modificado de Sakai y cols. 2013; Carrot y cols. 2015).....	2
Tabla 1.2 Propiedades mecánicas de la PA-GF (Ultradid B3ZG6) (Modificado de BASF 2020).....	3
Tabla 1.3 Coeficiente de fricción de la PA, la PA-GF, y las mezclas de PA y PA-GF con lubricantes sólidos	7
Tabla 1.4 Tasas de desgaste de la PA, la PA-GF, y las mezclas de PA y PA-GF con lubricantes sólidos. Pérdida de masa de las mezclas PA-GF con lubricantes sólidos.....	9
Tabla 1.5 Mecanismos de desgaste en la PA-GF y la PA-GF con lubricantes sólidos	10
Tabla 2.1 Diseño experimental para las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA	16
Tabla 2.2 Parámetros del moldeo por inyección para la fabricación de las placas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA	20
Tabla 2.3 Parámetros experimentales del ensayo de desgaste recíproco lineal en las probetas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA (Modificado de la Norma ASTM G133-05).....	27
Tabla 2.4 Resultados del contacto mecánico entre las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA y la contraparte de acero AISI 52100.....	28
Tabla 3.1 Diámetro promedio numérico y distancia entre la superficie de las partículas de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA.....	33
Tabla 3.2 Módulo de Young, esfuerzo de cedencia, resistencia tensil a la fractura, elongación a la fractura y dureza Shore D de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA.....	35
Tabla 3.3 Valores promedio del CoF de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA.....	47
Tabla 3.4 Volumen perdido, tasa de desgaste y coeficiente de fricción de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA.....	49



Resumen

En este estudio se analizó el comportamiento al desgaste de una poliamida ingenieril reforzada con fibra de vidrio (PA-GF) mezclada con distintas concentraciones de butiral de polivinilo reciclado (r-PVB).

Las mezclas de PA-GF con el 0%, 10%, 15% y 20% de r-PVB (PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20%, respectivamente) se fabricaron por moldeo por extrusión e inyección. Las propiedades mecánicas de las mezclas PA-GF/r-PVB-MA se estimaron mediante los ensayos de tensión y de dureza Shore D. La resistencia al desgaste se evaluó bajo la Norma ASTM G133-05 (*Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear*).

Los ensayos de desgaste en la mezcla PA-20% mostraron una reducción en el CoF de ~27% y una disminución de la tasa de desgaste de ~70%, en comparación con la mezcla PA-0%. El diámetro de las partículas de r-PVB (~1.31 μm) y la distancia entre los bordes de las partículas de r-PVB (~0.40 μm), propiciaron el incremento en la resistencia al desgaste, por la aglomeración de las partículas sobre la huella de desgaste, evitando la fractura y la generación de escombros de las fibras de vidrio.

Los mecanismos de desgaste en las mezclas PA-GF/r-PVB-MA fueron: cavidades, material adherido, fibra arrancada, fibra desprendida, fractura de fibra y escombros de fibra.



Abstract

In this study, the tribological performance of glass fiber-reinforced polyamide (PA-GF) and recycled polyvinyl butyral (r-PVB) blends was investigated.

The PA-GF blends were prepared by melt-mixing and injection molding. Four different compositions were analyzed, namely PA-0%, PA-10%, PA-15%, and PA-20%, with varying amounts of r-PVB (0%, 10%, 15%, and 20%, respectively). Mechanical properties of the PA-GF/r-PVB-MA blends were determined using tensile testing and Shore D hardness. Ball-on-flat linear reciprocating wear tests were conducted according to ASTM G133-05 (Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear) to evaluate the wear resistance.

Results from the wear tests demonstrated that the PA-20% blend exhibited the highest wear resistance, with a reduction in coefficient of friction by approximately 27% and a decrease in wear rate by around 70%, compared to the PA-0% blend. The size of the r-PVB particles, diameters ($\sim 1.31 \mu\text{m}$) and interparticle distances between the surfaces of two nearest neighboring particles ($\sim 0.40 \mu\text{m}$), played a crucial role in improving the wear resistance. This phenomenon was attributed to the distribution and accumulation of r-PVB over the wear tracks, reducing the glass fiber fracture and generation of fiber debris.

The main failure mechanisms on the wear tracks for the PA-GF/r-PVB-MA blends were cavities, adhered material, fiber debonding, fiber peel-off, fiber fracture, and fiber debris.



Introducción

En el presente trabajo de investigación se analiza la resistencia al desgaste de una poliamida reforzada con 30% de fibra de vidrio (PA-GF, por sus siglas en inglés), mezclada con diferentes concentraciones de butiral de polivinilo reciclado (r-PVB, por sus siglas en inglés), para determinar la influencia del r-PVB sobre el coeficiente de fricción y la tasa de desgaste de la PA-GF. El trabajo de investigación consta de los siguientes Capítulos:

El Capítulo 1 presenta la información del butiral de polivinilo (PVB, por sus siglas en inglés), la PA-GF y la compatibilidad entre ambos polímeros, utilizando el anhídrido maleico (MA, por sus siglas en inglés) como compatibilizador químico. Por otro lado, se describen las propiedades tribológicas y los mecanismos de desgaste en los polímeros reforzados con fibra de vidrio y mezclados con lubricantes sólidos.

El Capítulo 2 describe el procedimiento y los parámetros experimentales en la producción de las mezclas: i) PA-0% (polímero de referencia), ii) PA-10% (mezcla de PA-GF con 10% en peso de r-PVB-MA), iii) PA-15% (mezcla PA-GF con 15% en peso de r-PVB-MA) y iv) PA-20% (mezcla PA-GF con 20% en peso de r-PVB-MA). También, se enlistan los parámetros para el ensayo de desgaste recíprocante lineal, y se presenta el proceso de caracterización de las huellas de desgaste mediante el perfilómetro óptico y el microscopio electrónico de barrido.

El Capítulo 3 presenta los resultados y las discusiones de la caracterización de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA. Así mismo, se discuten los resultados del ensayo de desgaste recíprocante lineal en las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20%, analizando el comportamiento del CoF, de acuerdo con los mecanismos de desgaste y la morfología de las mezclas poliméricas. Adicionalmente, se obtienen los perfiles de profundidad, el volumen perdido y la tasa de desgaste de las mezclas poliméricas.

Finalmente, se presentan las conclusiones y las perspectivas de trabajo del proyecto de investigación.



Antecedentes

El PVB es un termoplástico especializado en la manufactura de vidrio laminado, principalmente en la industria automotriz, debido a su alta tenacidad y buena adhesión. Sin embargo, grandes cantidades de PVB son desechadas a nivel mundial (aproximadamente 105000 t por año), convirtiéndose en un material de interés para ser reciclado e insertado en la manufactura de otros productos (Carrot y cols. 2015; Šooš y cols. 2021).

Diversos estudios han investigado el r-PVB como modificador de impacto en mezclas con poliamida (PA, por sus siglas en inglés) y han analizado la morfología-compatibilidad de las mezclas de PA y r-PVB (Valera y Demarquette 2008; Zanjanijam y cols. 2018; Wei y cols. 2020; Wei y cols. 2021). En particular, Valera y Demarquette (2008) realizaron pruebas de resistencia al impacto Izod en muestras de PA mezclada con PVB virgen y reciclado, aumentando la tenacidad hasta en 1400%. Posteriormente, Wei y cols. (2020) y Wei y cols. (2021) investigaron el efecto del compatibilizador químico polietileno-1-octeno injertado con anhídrido maleico (POE-g-MA, por sus siglas en inglés) en mezclas de PA y r-PVB. Los resultados mostraron un aumento de la adhesión interfacial entre ambos polímeros; la tenacidad de las mezclas PA/r-PVB/POE-g-MA se incrementó hasta 24 veces.

Por otro lado, Li y cols. (2013) investigaron las propiedades tribológicas de una PA reforzada con 15% de fibra de vidrio (PA-GF), mezclada con polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) y politetrafluoroetileno (PTFE). En la Tabla 1 se muestran los valores más representativos del coeficiente de fricción y la tasa de desgaste de las mezclas poliméricas. El análisis por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) de la mezcla con el 15% de PTFE reveló una capa de material adherido sobre la huella de desgaste (ver Figura 1a)) que protegió las fibras y disminuyó el contacto entre la superficie del polímero y la contraparte de acero. En contraste, la adición de 15% de UHMWPE presentó una tasa de desgaste más alta que la PA-GF, relacionada con los mecanismos de fibra desprendida, fibra arrancada y la generación de escombros de fibra de vidrio (ver Figura 1b)).

Tabla 1 Resultados de la resistencia al desgaste de las mezclas poliméricas. Las pruebas de desgaste se realizaron con una carga de 40 N y una velocidad de deslizamiento de 200 rpm (Modificado de Li y cols. 2013)

Mezclas				Coeficiente de fricción en estado estacionario	Tasa de desgaste [$\times 10^{-5}$] [$\text{mm}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$]
PA6 (% en peso)	Fibra de vidrio (% en peso)	PTFE (% en peso)	UHMWPE (% en peso)		
100	0	0	0	0.211	2.769
85	15	0	0	0.206	1.645
85	15	15	0	0.161	1.248
85	15	20	0	0.144	1.174
85	15	0	15	0.220	4.156

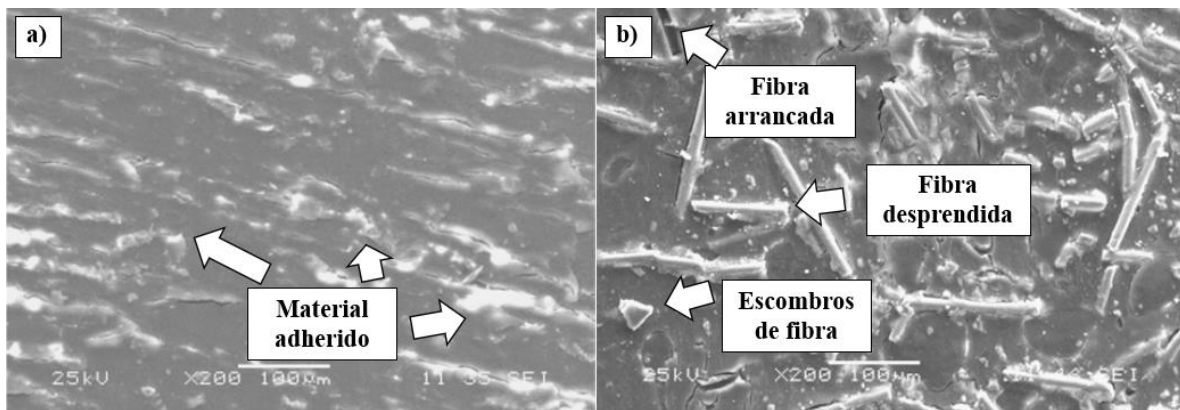


Figura 1 Micrografía por MEB del desgaste superficial de las mezclas: a) PA-GF/PTFE (15%), b) PA-GF/UHMWPE (15%) (Modificado de Li y cols. 2013).

Carmona-Cervantes y cols. (2022) estudiaron el desempeño tribológico de una PA con 30% de fibra de vidrio (PA-GF) mezclada con diferentes concentraciones de r-PVB y utilizando 0.005% de MA. Las mezclas fueron identificadas como: PA-0% (polímero de referencia), PA-10% (mezcla de PA-GF con 10% en peso de r-PVB-MA), PA-15% (mezcla PA-GF con 15% en peso de r-PVB-MA) y PA-20% (mezcla PA-GF con 20% en peso de r-PVB-MA). En la Tabla 2 se muestran los resultados del coeficiente de fricción (CoF), dureza Shore D y pérdida de masa de las diferentes mezclas poliméricas. Las mezclas PA-10%, PA-15% y PA-20% incrementaron la resistencia al desgaste en comparación con la PA-0%.

Tabla 2 Coeficiente de fricción, dureza Shore D y pérdida de masa de las mezclas poliméricas. Las pruebas de desgaste se realizaron con una carga de 10 N y una velocidad de deslizamiento de 0.5 m s⁻¹ (Modificado de Carmona-Cervantes y cols. 2022)

Mezclas	Coefficiente de fricción en estado estacionario	Dureza Shore D	Pérdida de masa [mg]
PA-0%	0.313 ± 0.006	82.720 ± 1.440	0.600 ± 0.170
PA-10%	0.272 ± 0.001	81.390 ± 0.420	0.300 ± 0.200
PA-15%	0.286 ± 0.002	80.440 ± 0.630	0.330 ± 0.110
PA-20%	0.284 ± 0.003	79.500 ± 0.870	0.370 ± 0.110

Los mecanismos de falla en las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20% se ilustran en la Figura 2. En la mezcla PA-0% se observó fractura de fibra, cavidades y escombros de fibra (ver Figura 2 a)). Por otra parte, en las mezclas PA-10%, PA-15% y PA-20% se presentó una mayor cantidad de material adherido en las fibras y una disminución en la fractura de fibra (ver Figura 2 b), c) y d)).

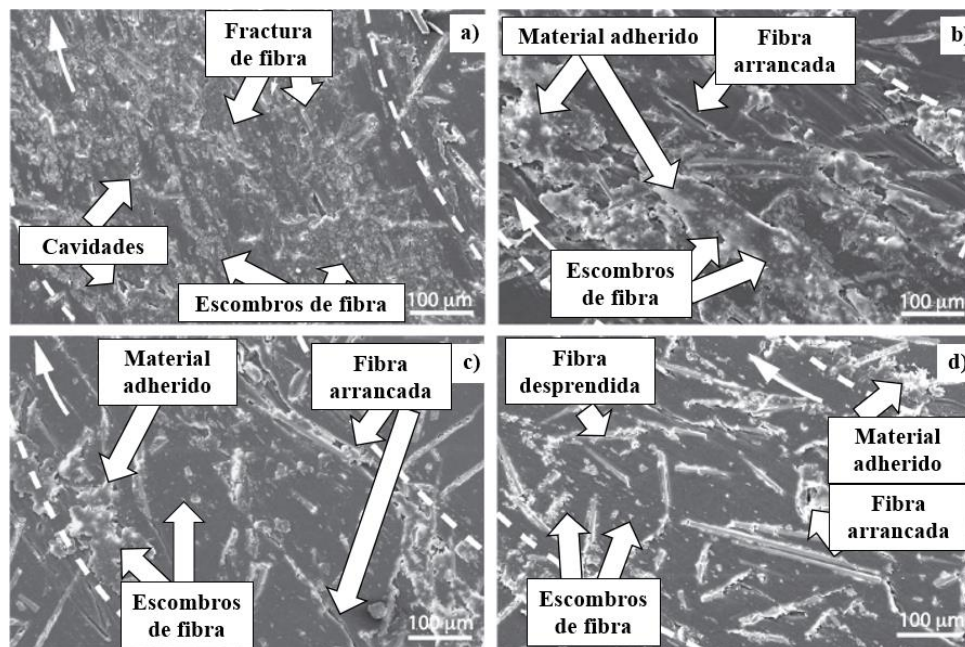


Figura 2 Micrografías por MEB de las huellas de desgaste: a) PA-0%, b) PA-10%, c) PA-15%, d) PA-20% (Modificado de Carmona-Cervantes y cols. 2022).



Justificación

En las últimas décadas, el uso de los polímeros se ha incrementado en diversas industrias y áreas de estudio debido a su baja densidad, buena resistencia a la corrosión y fácil procesamiento, entre otras. Sin embargo, el uso desmedido de los polímeros ha generado problemas ambientales, asociados con la gran cantidad de desechos poliméricos a nivel mundial (Kutz 2002; Parker 2020).

Debido a esto, y con la finalidad de reducir el desperdicio de PVB y emplear el polímero reciclado (r-PVB) en nuevas aplicaciones, diversos investigadores han estudiado el r-PVB y han determinado que la resistencia al desgaste de algunos polímeros (como la PA-GF) puede incrementarse con la adición de pequeñas concentraciones de r-PVB. Carmona-Cervantes y cols. (2022) estudiaron el desempeño del r-PVB como lubricante sólido en una PA-GF, mediante el ensayo de perno sobre disco, a una velocidad de 0.5 m s^{-1} y una distancia de recorrido de 500 m, reportando un aumento en la resistencia al desgaste.

El presente trabajo de investigación tiene como propósito estimar la resistencia al desgaste de una PA-GF, mezclada con distintas concentraciones de r-PVB, utilizando el ensayo de desgaste recíprocante lineal (Norma ASTM G133-05, Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear). El efecto del r-PVB, como lubricante sólido, se determinó a partir de la tasa de desgaste, el CoF y los mecanismos de desgaste en las mezclas poliméricas. Los parámetros experimentales de la prueba de desgaste fueron: una velocidad de deslizamiento de 30 mm s^{-1} y una distancia de recorrido de 200 m.



Objetivos

Objetivo general

Caracterizar la poliamida ingenieril reforzada con fibra de vidrio (PA-GF) mezclada con distintas concentraciones de butiral de polivinilo reciclado (r-PVB), haciendo uso de la prueba de desgaste recíprocante lineal, para estimar el comportamiento del coeficiente de fricción, la tasa de desgaste, y los mecanismos de desgaste.

Objetivos particulares

1. Extruir pellets de PA-GF con distintas concentraciones de r-PVB y una concentración de 0.005% de MA, haciendo uso del método de moldeo por extrusión, para producir el polímero de referencia (PA-0%) y las mezclas poliméricas (PA-10%, PA-15% y PA-20%).
2. Inyectar las mezclas poliméricas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20% por el método de moldeo por inyección, para producir las probetas del polímero de referencia (PA-0%) y las probetas de las mezclas poliméricas (PA-10%, PA-15% y PA-20%).
3. Analizar el r-PVB y la PA-0% por medio de la técnica de espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas en inglés), para determinar los grupos químicos funcionales de los polímeros.
4. Caracterizar la superficie de las mezclas PA-10%, PA-15% y PA-20% mediante la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), para determinar la forma, el tamaño y la dispersión de las partículas del r-PVB en la PA-GF.
5. Realizar ensayos de tensión en las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20%, considerando la Norma ASTM D638-14 (*Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics*), para determinar el módulo de Young y el esfuerzo de cedencia.



6. Realizar pruebas de dureza Shore D en las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20%, con base en la Norma ASTM D2240-15 (*Standard Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness*), para determinar la influencia del r-PVB en la resistencia a la penetración.
7. Realizar las pruebas de desgaste recíprocante lineal en las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20%, de acuerdo con la Norma ASTM G133-05 (*Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear*), para determinar el comportamiento del coeficiente de fricción.
8. Analizar las huellas de desgaste en las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20%, por medio de la técnica de perfilometría óptica, para estimar los perfiles de profundidad, el volumen perdido y la tasa de desgaste.
9. Caracterizar las huellas de desgaste en las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20%, mediante la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), para evaluar los mecanismos de desgaste.



Metodología experimental

La metodología del trabajo de investigación se describe a continuación:

1. Preparar las mezclas poliméricas con diferentes concentraciones del r-PVB, mediante el método de moldeo por extrusión y haciendo uso de una máquina Beutelspacher SB-19:
 - a. Extruir el r-PVB con el 0.005% de MA (r-PVB-MA) a 155 °C y producir los pellets de la mezcla r-PVB-MA con una longitud de ~ 6 mm.
 - b. Extruir el polímero PA-GF (PA-0%) a 240 °C y peletizarlo con una longitud de ~ 6 mm.
 - c. Extruir mezclas de PA-GF con el 10%, 15% y 20% de r-PVB-MA (PA-10%, PA-15% y PA-20%, respectivamente) a 220 °C. Las mezclas se peletizaron con una longitud de ~ 6 mm.
2. Producir las probetas de PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20% mediante moldeo por inyección, haciendo uso de la máquina Belken SSF500-k5 y un molde que se encuentra a 80 °C:
 - a. Inyectar el polímero PA-0% a 260 °C con una presión de inyección de 100 MPa y una presión de sostenimiento de 80 MPa.
 - b. Inyectar las mezclas PA-10%, PA-15% y PA-20% a 255 °C con una presión de inyección de 110 MPa y una presión de sostenimiento de 88 MPa.
3. Analizar el r-PVB y la PA-0% a temperatura ambiente mediante el ensayo de espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas en inglés), empleando el equipo Shimadzu IRAffinity-1S. Se utilizó el modo de transmitancia en función de la longitud de banda en un rango de 650 a 4000 cm^{-1} .
4. Caracterizar las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20% con las siguientes pruebas:
 - a. La forma y distribución de las partículas de r-PVB en la PA-GF se analizó por la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) en un equipo JEOL JSM-6360LV.



- b. Las propiedades mecánicas se estimaron mediante el ensayo de tensión de acuerdo con la Norma ASTM D638 (*Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics*) en un equipo Shimadzu AG-I, utilizando una velocidad de 1 mm min^{-1} y una celda de carga de 2500 N.
 - c. La dureza Shore D se evaluó a temperatura ambiente, utilizando el durómetro Shore SI-TV, aplicando una carga constante de 4 kg y un tiempo de permanencia del indentador sobre la superficie de 1 s.
5. Realizar las pruebas de desgaste recíprocante lineal en vía seca en las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20%, con ayuda del equipo Bruker UMT-2, utilizando una contraparte de acero AISI 52100 de 6 mm de diámetro, una velocidad de deslizamiento de 30 mm s^{-1} , una carga de 10 N, una distancia de recorrido de 10 mm y una distancia de deslizamiento de 200 m.
6. Estimar el volumen perdido y la profundidad de las huellas de desgaste en las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20% mediante la técnica de perfilometría óptica, empleando el equipo Bruker Contour GT-3D. La digitalización de las imágenes se realizó mediante el software Vision 64.
7. Analizar los mecanismos de desgaste en las huellas de desgaste de las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20% mediante la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) con el equipo JEOL JSM-6360LV. Para este estudio se utilizaron electrones secundarios, electrones retrodispersados, distancias de trabajo variables e intensidades de 10 kV y 15 kV.



Referencias

- Carmona-Cervantes I A, Paredes-Mogica E A, López-Cabrera H R, Figueroa-López U, Vieyra-Ruíz H, Guevara-Morales A (2022) Tribological behavior of glass fiber reinforced polyamide (PA-GF) and recycled polyvinyl butyral (r-PVB) blends. *Mater Lett.* <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.132261>
- Carrot C, Bendaoud A, Pillon C (2016) Polyvinyl Butyral. In: Olabisi O, Adewale K (eds) *Handbook of Thermoplastics*, 2nd edn. CRC Press, London, p 90–137
- Kutz M (2002) *Handbook of Materials Selection*. John Wiley & Sons, New York
- Li D, You Y, Deng X, Li W, Xie Y (2013) Tribological properties of solid lubricants filled glass fiber reinforced polyamide 6 composite. *Mater Des* 46:809-815. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.011>
- Parker L (2020) La contaminación por plástico es un gran problema, pero aún se pueden implementar soluciones. En: National Geographic. Disponible en. <https://www.nationalgeographicla.com/ciencia/2020/10/contaminacion-por-plastico-problema-y-posibles-soluciones>. Accedido 5 de enero 2021
- Šooš L, Matuš M, Pokusová M, Čačko V, Bábics J (2021) The recycling of waste laminated glass through decomposition technologies. *Recycling* 6:26. <https://doi.org/10.3390/recycling6020026>
- Valera T S, Demarquette N R (2008) Polymer toughening using residue of recycled windshields: PVB film as impact modifier. *Eur Polym J* 44:755–768. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2007.12.012>
- Wei Z, Wang R, Wang J, Yang Y, Liu Y, Wang W, Cao Y (2020) Highly toughened PA6 using residue of plasticized PVB film via two-step reactive melt blending. *Polymer.* <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2019.122052>



Wei Z, Wang R, Zhang C, Wang J, Yang Y, Wang W, Cao Y (2021) Preparation and characterization of super-toughened PA6/r-PVB blends with “transplanted” multicore morphology by reactive compatibilization. *Eur Polym J*.

<https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2020.110173>

Zanjanijam A R, Hakim S, Azizi H (2018) Rheological, mechanical and thermal properties of the PA/PVB blends and their nanocomposites: Structure-property relationships. *Polym Test* 66:48–63. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.01.006>

Capítulo 1

Tribología de polímeros

1.1 Generalidades del butiral de polivinilo (PVB)

El butiral de polivinilo (PVB) es un termoplástico utilizado en la manufactura de vidrio laminado gracias a su alta tenacidad, transparencia, y buena adhesión. El vidrio laminado está constituido por hojas de vidrio unidas por capas tipo “películas” de PVB, cuya principal función, en caso de impacto, es dispersar la energía y evitar la fragmentación o fractura del vidrio (Wei y cols. 2020; Valera y Demarquette 2008; Zanjanijam y cols. 2018; Šooš y cols. 2021).

El PVB es un polímero compuesto por tres unidades monoméricas aleatorias (copolímero aleatorio): butiral de vinilo, alcohol vinílico, y acetato de vinilo (ver la Figura 1.1). El alcohol vinílico (VA, por sus siglas en inglés) representa entre el 9 % y 30 % en peso del PVB; las propiedades mecánicas del polímero se relacionan con el VA, debido a la presencia de los grupos hidroxilo (-OH) (Wei y cols. 2020; Carrot y cols. 2016; Sakai y cols. 2013). En la Tabla 1.1, se enlistan las propiedades mecánicas más importantes del PVB.

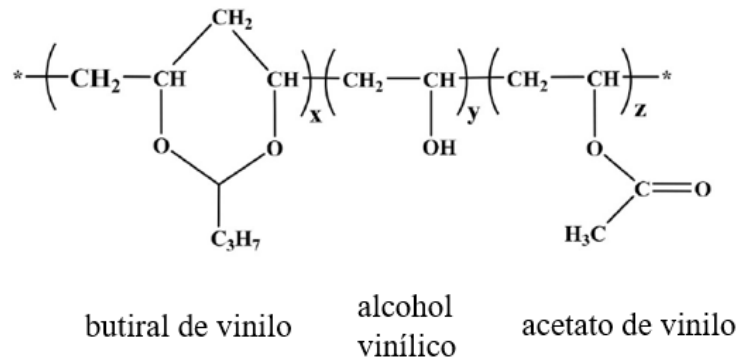


Figura 1.1 Estructura química del butiral de polivinilo (PVB) (Modificado de Wei y cols. 2020).

Tabla 1.1 Propiedades mecánicas del PVB (Modificado de Sakai y cols. 2013; Carrot y cols. 2015)

Propiedades	Valor
Densidad [g cm ⁻³] (VA del 11 % al 19 %)	1.08 – 1.10
Módulo de Young [GPa]	0.50
Coefficiente de Poisson	0.42
Resistencia cortante [MPa]	2.30 – 63.50
Esfuerzo de Adhesión [MPa]	1.20 – 60.00
Coefficiente de fricción	0.10

La mezcla del PVB con otro polímero se realiza a través de enlaces entre los grupos reactivos y los grupos hidroxilo presentes en el VA. Cuando los grupos reactivos de ambos polímeros presentan una afinidad limitada, se emplean compatibilizadores químicos como el anhídrido maleico (MA), utilizado en mezclas de PVB con poliamida (PA) y polipropileno (PP) (Wei y cols. 2020; Zanjanijam y cols. 2018; Carrot y cols. 2016; Dhaliwal y Hay 2002; Valera y Demarquette 2008).

1.2 Generalidades de la poliamida (PA) y de la poliamida reforzada con fibra de vidrio (PA-GF)

La poliamida (PA) es uno de los termoplásticos más importantes y utilizados en la industria. Existen diferentes tipos de poliamidas que se identifican a través de la estructura química y el monómero repetido (6, 12, 66, entre otras). En la Figura 1.2 se muestra la estructura química de la poliamida 6, siendo la más utilizada en la industria (Harper 2000; Omnexus 2021).

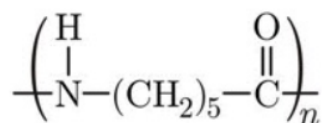


Figura 1.2 Estructura química de la poliamida 6 (Modificado de Omnexus 2021).



El refuerzo de fibra de vidrio GF en la PA (PA-GF) incrementa las propiedades mecánicas, térmicas y tribológicas (Ravi y cols. 2020; Unal y Mimaroglu 2012). Las propiedades mecánicas de la PA-GF son influenciadas por la tendencia a absorber humedad, afectando sus dimensiones y otras propiedades. En la Tabla 1.2, se muestran las propiedades mecánicas de la PA-GF sin absorción de humedad y con absorción de humedad (Neis y cols. 2017; Düzcükoğlu 2009; Unal y Mimaroglu 2012; Harper 2000; BASF 2020).

Tabla 1.2 Propiedades mecánicas de la PA-GF (Ultramid B3ZG6) (Modificado de BASF 2020)

Propiedades	Sin absorción de humedad	Con absorción de humedad
Densidad [kg m⁻³]	1330	-
Temperatura de fusión [°C]	220	*
Módulo de Young [MPa]	8650	4850
Esfuerzo de fractura [MPa]	138	78
Deformación de fractura [%]	3.8	5.1
Absorción de humedad [%]	2	*

La PA-GF es utilizada en engranes, poleas, rodamientos, etc., por lo que requiere alta resistencia mecánica, alta tenacidad, alta resistencia al desgaste y bajo coeficiente de fricción (Neis y cols. 2017; Düzcükoğlu 2009; BASF 2021; Kopeliovich 2020). En la literatura se han estudiado mezclas de PA y PA-GF con diversos lubricantes sólidos, para disminuir el coeficiente de fricción y la tasa de desgaste (Neis y cols. 2017; You y cols. 2014; Li y cols. 2013; Carmona-Cervantes y cols. 2022).

1.3 El anhídrido maleico (MA) como compatibilizador químico

Los compatibilizadores químicos son macromoléculas con una estructura de bloque que, al interactuar con las cadenas poliméricas, forman una mezcla con una mayor adhesión intermolecular. Particularmente, el anhídrido maleico (MA) es un compatibilizador químico utilizado en mezclas poliméricas, debido al doble enlace en su estructura química (ver Figura 1.3) (Ambroggi y cols. 2017).

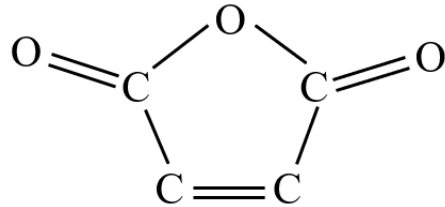


Figura 1.3 Estructura química del anhídrido maleico (MA).

1.4 Mezclas y compatibilidad entre PA-GF, PVB y MA

Las mezclas entre la PA y el PVB se generan a través de los enlaces químicos de los grupos amino (N-H) e hidroxilo (-OH), respectivamente (Valera y Demarquette 2008; Zanjanijam y cols. 2018). Sin embargo, Wei y cols. (2020) y Wei y cols. (2021) establecieron que la compatibilidad entre la PA y el PVB mejora al agregar el anhídrido maleico (MA), que reduce la tensión interfacial entre ambos polímeros.

1.5 Tribología en polímeros

La tribología es una rama de la ciencia y tecnología que estudia el efecto de la fricción, el desgaste y la lubricación de dos superficies en contacto mediante un movimiento relativo (Holmberg y Matthews 2009; Sinha y Briscoe 2009). De acuerdo con Sinha y Briscoe (2009), los polímeros son reconocidos por tener alta resistencia al desgaste, baja fricción, y ser autolubricantes. Sin embargo, el desempeño de estos materiales está relacionado con factores como:

- Las propiedades mecánicas del par tribológico.
- Las condiciones del sistema tribológico como carga aplicada, velocidad y distancia de deslizamiento.
- Los factores ambientales como temperatura y humedad (Sinha y Briscoe 2009; Straffelini 2015).

1.5.1 Polímeros reforzados

En vista del éxito de algunos polímeros en aplicaciones tribológicas, y con el fin de hacerlos más competitivos con los materiales metálicos, se han agregado diferentes tipos de refuerzos que se enlistan a continuación:



- Las **fibras** de carbono o de vidrio son un refuerzo comúnmente utilizado para incrementar la resistencia mecánica y la capacidad de carga de los polímeros (McCrum, Buckley y Bucknall 2011; Sinha y Briscoe 2009).
- Los **lubricantes sólidos** disminuyen el coeficiente de fricción y la tasa de desgaste, y favorecen la formación de una película de transferencia (Li y cols. 2013; Sinha y Briscoe 2009).
- Los **nano refuerzos** más utilizados son las nano arcillas y en algunos casos nano partículas de diversos compuestos químicos (por ejemplo, nanopartículas de TiO_2). Los nano refuerzos en los polímeros incrementan las propiedades mecánicas, reducen el coeficiente de fricción y disminuyen la tasa de desgaste (Zanjanijam y cols. 2018; Friedrich 2018; Sinha y Briscoe 2009).

Friedrich (2018) estableció que los polímeros reforzados presentan una mayor resistencia al desgaste, por el incremento en la resistencia mecánica, la dureza y la formación de una película de transferencia que reduce el contacto del par tribológico. En general, las propiedades de fricción y desgaste no son intrínsecas de cada material, dependen del par tribológico y de las condiciones del sistema.

1.5.2 Coeficiente de fricción

El coeficiente de fricción (CoF) es el parámetro adimensional que describe la fricción; su comportamiento se divide en dos etapas (ver Figura 1.4): el periodo de ejecución (*running-in*, por su nombre en inglés) y el estado estacionario (*steady state*, por su nombre en inglés).

- El período de ejecución es la etapa cuando el par tribológico se acopla. Inicialmente, el valor del CoF se incrementa debido a la deformación de las asperezas en la superficie del espécimen, generando arado, desprendimiento, adhesión de material y, en algunos casos, desgaste por tres cuerpos. Posteriormente, el deslizamiento del par tribológico disminuye la rugosidad de ambas superficies y los mecanismos de abrasión y adhesión, evitando la generación de escombros (*debris*, por su nombre en inglés) que generan un desgaste por tres cuerpos. Adicionalmente, una película de transferencia se forma en la contraparte del par tribológico, disminuyendo el mecanismo de arado y la formación de escombros.

- En el estado estacionario, el par tribológico presenta un pulido liso en ambas superficies y se mantiene constante la formación de escombros (Holmberg y Matthews 2009; Menezes y cols. 2013; Bhushan 2013).

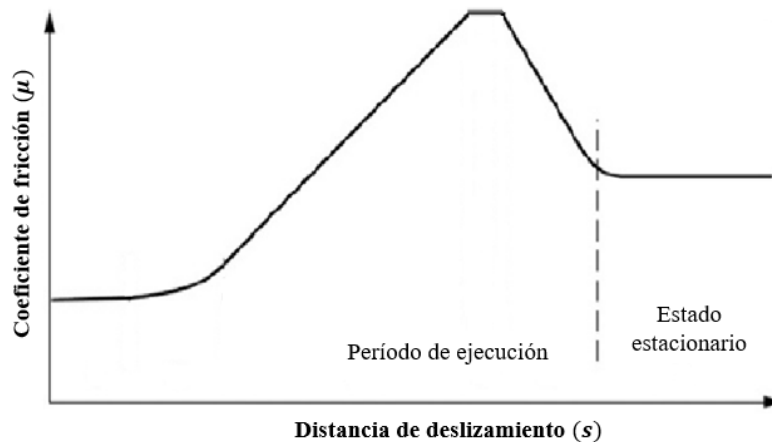


Figura 1.4 Comportamiento del CoF en función de la distancia de deslizamiento (Modificado de Holmberg y Matthews 2009).

Los valores del CoF se relacionan con la formación de una película de transferencia sobre la contraparte metálica, asociada a la adhesión molecular de los pares tribológicos metal/polímero (Straffelini 2015; Sinha y Briscoe 2009). Los valores del CoF reportados en la literatura para la PA, la PA-GF, y las mezclas de PA y PA-GF con lubricantes sólidos se enlistan en la Tabla 1.3.

Los ensayos de desgaste recíprocante lineal en la PA-GF presentaron un CoF más bajo en comparación con los ensayos de perno sobre disco. Los ensayos de desgaste recíprocante lineal fueron realizados en dirección paralela a la orientación de la fibra, reduciendo el valor del CoF. Por otro lado, el PTFE (politetrafluoroetileno) al ser un lubricante sólido disminuyó el CoF entre el 20 y 50% en comparación con la PA sin refuerzo.

Tabla 1.3 Coeficiente de fricción de la PA, la PA-GF, y las mezclas de PA y PA-GF con lubricantes sólidos

Referencia	Ensayo de desgaste	Carga y velocidad	Material	Coeficiente de fricción (μ) en estado estacionario
(Li y cols. 2013)	Reciprocante lineal	40 N 0.066 m s^{-1}	PA 6 PA 6 + 15% GF PA 6 + 15% GF + 15% PTFE PA 6 + 15% GF + 20% PTFE PA 6 + 15% GF + 15% UHMWPE	0.21 0.20 0.16 0.14 0.22
(Carmona-Cervantes y cols. 2022)	Perno sobre disco	10 N 0.5 m s^{-1}	PA 6 + 30% GF PA 6 + 30% GF + 10% PVB PA 6 + 30% GF + 15% PVB PA 6 + 30% GF + 20% PVB	0.31 0.27 0.28 0.28
(Byett y Allen 1992)	Reciprocante lineal	20 N 0.33 m s^{-1}	PA 66 PA 66 + 32% GF PA 66 + 15% PTFE	0.19 0.20 0.10
(Srinath y Gnanamoorthy 2005)	Perno sobre disco	30 N 0.4 m s^{-1}	PA 66 PA 66 + 20% GF	0.30 – 0.40 0.20 – 0.30

1.5.3 Mecanismos de desgaste

En la tribología de polímeros, los principales mecanismos de desgaste son: la adhesión, abrasión y fatiga (Menezes y cols. 2013; Straffelini 2015).

1.5.3.1 Mecanismo de adhesión

El mecanismo de adhesión se presenta cuando los enlaces adhesivos entre las superficies del par tribológico sobrepasan la fuerza cohesiva interna del polímero, removiendo una sección del material, transfiriéndola a la contraparte y, conforme continúa el deslizamiento, adhiriéndola al polímero o la superficie de origen. En algunos casos, el material transferido a la contraparte metálica genera una película de transferencia (ver Figura 1.5) (Sinha y Briscoe 2009; Holmberg y Matthews 2009; Bhushan 2013).

La película de transferencia tiene dos comportamientos: i) la película es removida periódicamente de la contraparte metálica, incrementando la tasa de desgaste del polímero, ii) la película se mantiene adherida a la contraparte metálica, reduciendo la tasa de desgaste del polímero (Sinha y Briscoe 2009). Por otro lado, las partículas de desgaste duras que permanecen en contacto con el par tribológico, y no son embebidas en el polímero, pueden generar arado en el par tribológico (Sinha y Briscoe 2009; Menezes y cols. 2013).

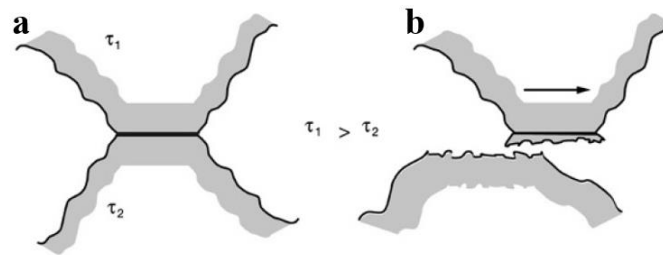


Figura 1.5 Mecanismo de adhesión: a) unión y adhesión de las asperezas en contacto, b) partículas adheridas que forman una película de transferencia. El esfuerzo cortante de la superficie 1 (τ_1) es mayor que el esfuerzo cortante de la superficie 2 (τ_2), propiciando el desprendimiento del material de la superficie 2 y la adhesión en la superficie 1 (Modificado de Holmberg y Matthews 2009).

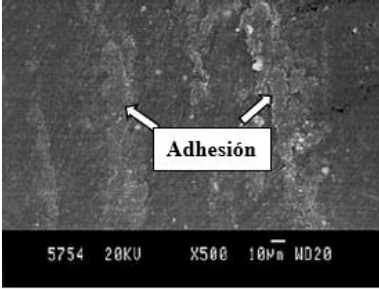
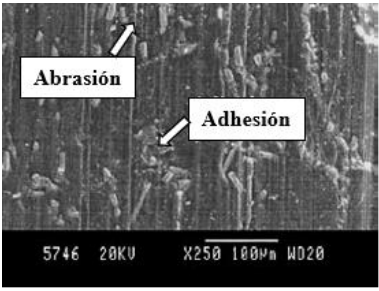
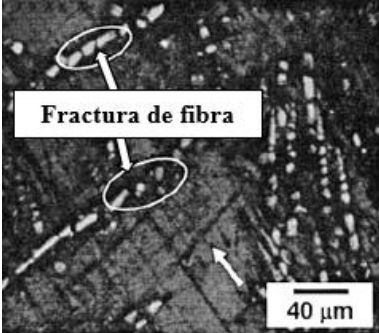
En la Tabla 1.4 se enlistan los valores de desgaste reportados en la literatura para la PA, la PA-GF, y las mezclas de PA y PA-GF con lubricantes sólidos. Los valores del desgaste de la PA disminuyeron con el refuerzo de GF; las mezclas de PA y PA-GF con lubricantes sólidos presentaron las menores tasas de desgaste, y la mezcla de PA-GF con lubricantes sólidos mostró la menor pérdida de masa.


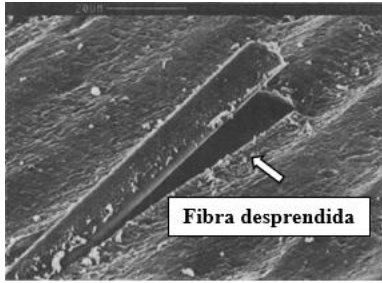

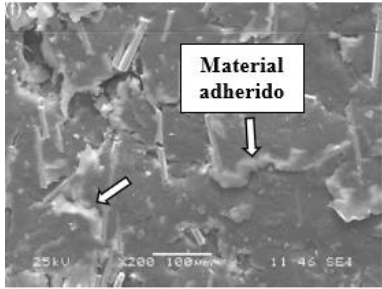
Tabla 1.4 Tasas de desgaste de la PA, la PA-GF, y las mezclas de PA y PA-GF con lubricantes sólidos. Pérdida de masa de las mezclas PA-GF con lubricantes sólidos

Referencia	Ensayo de desgaste	Carga y velocidad	Material	Cuantificación de los valores de desgaste
(Li y cols. 2013)	Reciprocante lineal	40 N 0.066 m s ⁻¹	PA 6	[× 10 ⁻⁵ mm ³ N ⁻¹ m ⁻¹] 2.769
			PA 6 + 15% GF	1.645
			PA 6 + 15% GF + 15% PTFE	1.248
			PA 6 + 15% GF + 20% PTFE	1.174
			PA 6 + 15% GF + 15% UHMWPE	4.156
(Carmona-Cervantes y cols. 2022)	Perno sobre disco	10 N 0.5 m s ⁻¹	PA 6 + 30% GF	[mg] 0.60 ± 0.17
			PA 6 + 30% GF + 10% PVB	0.30 ± 0.20
			PA 6 + 30% GF + 15% PVB	0.33 ± 0.11
			PA 6 + 30% GF + 20% PVB	0.37 ± 0.11
(Byett y Allen 1992)	Reciprocante lineal	20 N 0.33 m s ⁻¹	PA 66	[× 10 ⁻¹⁰ mm ³ N ⁻¹ m ⁻¹] 1.34
			PA 66 + 32% GF	0.0163
			PA 66 + 15% PTFE	0.010
(Srinath y Gnanamoorthy 2005)	Perno sobre disco	30 N 0.4 m s ⁻¹	PA 66	[× 10 ⁻⁵ mm ³ N ⁻¹ m ⁻¹] 1.0 -1.2
			PA 66 + 20% GF	0.15 – 0.25

En la Tabla 1.5 se presentan los mecanismos de desgaste más comunes en la PA-GF y en la PA-GF con lubricantes sólidos reportados en la literatura.

Tabla 1.5 Mecanismos de desgaste en la PA-GF y la PA-GF con lubricantes sólidos

Mecanismo	Descripción	Representación
Adhesión	La adhesión se presenta cuando una sección del polímero es removida, se transfiere a la contraparte y, conforme continúa el deslizamiento, se adhiere al polímero (Sinha y Briscoe 2009; Holmberg y Matthews 2009; Bhushan 2013)	 <p>Modificado de Srinath y Gnanamoorthy (2005)</p>
Abrasión	La abrasión se origina cuando las asperezas o partículas duras quedan atrapadas en el contacto del par tribológico, generando arado en la superficie del polímero (Sinha y Briscoe 2009, Bhushan 2013, Menezes y cols. 2013)	 <p>Modificado de Srinath y Gnanamoorthy (2005)</p>
Fractura de fibra	La fractura de la fibra se produce con el movimiento relativo de la contraparte sobre la superficie del polímero, generando la fragmentación de la fibra de vidrio en una sección o en un área bien delimitada (Srinath y Gnanamoorthy 2005)	 <p>Modificado de Srinath y Gnanamoorthy (2005)</p>

<p>Cavidades</p>	<p>Las cavidades son producto del desprendimiento de material de la superficie del polímero (Li y cols. 2013)</p>	 <p>Modificado de Li y cols. (2013)</p>
<p>Fibra desprendida</p>	<p>La fibra desprendida describe un levantamiento parcial de la fibra de vidrio en la superficie del polímero (Li y cols. 2013; Byett y Allen 1992)</p>	 <p>Modificado de Byett y Allen (1992)</p>
<p>Fibra arrancada</p>	<p>La fibra arrancada es el desprendimiento total de la fibra de vidrio de la superficie del polímero, provocado por el movimiento relativo de la contraparte y la interacción con los escombros de la fibra de vidrio fracturada (Li y cols. 2013; Byett y Allen 1992)</p>	 <p>Modificado de Li y cols. (2013)</p>
<p>Material adherido</p>	<p>El material adherido es la aglomeración de residuos poliméricos sobre las fibras de vidrio en la superficie del polímero (Li y cols. 2013)</p>	 <p>Modificado de Li y cols. (2013)</p>



Referencias

- Ambrogi V, Carfagna C, Cerruti P, Marturano V (2017) Additives in Polymers. In: Jasso-Gastinel C F, Kenny J M (eds) *Modification of Polymer Properties*, 1st edn. William Andrew, New York, p 87–108
- BASF (2020) Ultramid B3ZG6-PA6-GF30. En: Campus Plastics. Disponible en. <https://www.campusplastics.com/campus/en/datasheet/Ultramid@+B3ZG6/BASF/20/27548a4a/SI>. Accedido 8 de febrero 2020
- BASF (2021) Ultramid (PA) - Product Brochure. En: BASF. Disponible en. https://plastics-rubber.basf.com/global/en/performance_polymers/products/ultramid.html. Accedido 16 de agosto 2020
- Bhushan B (2013) *Principles and Applications of Tribology*. John Wiley & Sons, New York
- Byett J H, Allen C (1992) Dry sliding wear behaviour of polyamide 66 and polycarbonate composites. *Tribol Int* 25:237–246. [https://doi.org/10.1016/0301-679X\(92\)90061-Q](https://doi.org/10.1016/0301-679X(92)90061-Q)
- Carmona-Cervantes I A, Paredes-Mogica E A, López-Cabrera H R, Figueroa-López U, Vieyra-Ruíz H, Guevara-Morales A (2022) Tribological behavior of glass fiber reinforced polyamide (PA-GF) and recycled polyvinyl butyral (r-PVB) blends. *Mater Lett*. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.132261>
- Carrot C, Bendaoud A, Pillon C (2016) Polyvinyl Butyral. In: Olabisi O, Adewale K (eds) *Handbook of Thermoplastics*, 2nd edn. CRC Press, London, p 90–137
- Dhaliwal A K, Hay J N (2002) The characterization of polyvinyl butyral by thermal analysis. *Thermochim Acta* 391:245–255. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(02\)00187-9](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(02)00187-9)
- Düzçükoğlu H (2009) Study on development of polyamide gears for improvement of load-carrying capacity. *Tribol Int* 42:1146–1153. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2009.03.009>
- Friedrich K (2018) Polymer composites for tribological applications. *Adv Ind Eng Polym Res* 1:3–39. <https://doi.org/10.1016/j.aiepr.2018.05.001>



Harper C A (2000) *Modern Plastics Handbook*. McGraw-Hil, New York

Holmberg K, Matthews A (2009) *Coatings Tribology Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering*. Elsevier, Great Britain

Kopeliovich D (2020) Solid lubricants. En: SubsTech. Disponible en. http://www.idc-online.com/technical_references/pdfs/chemical_engineering/Solid_lubricants.pdf. Accedido 8 de agosto 2020

Li D, You Y, Deng X, Li W, Xie Y (2013) Tribological properties of solid lubricants filled glass fiber reinforced polyamide 6 composites. *Mater Des* 46:809–815. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.011>

McCrum N G, Buckley C P, Bucknall C B (2011) *Principles of Polymer Engineering*. Oxford University Press, New York

Menezes P L, Ingole S P, Nosonovsky M, Kailas S V, Lovell M R (2013) *Tribology for Scientists and Engineers*. Springer, New York

Neis P D, Ferreira N F, Poletto J C, Sukumaran J, Andó M, Zhang Y (2017) Tribological behavior of polyamide-6 plastics and their potential use in industrial applications. *Wear* 376–377:1391–1398. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2017.01.090>

Omnexus (2021) Polyamide (PA) or Nylon: Complete Guide (PA6, PA66, PA11, PA12...). Disponible en. <https://omnexus.specialchem.com/selection-guide/polyamide-pa-nylon>. Accedido 15 de febrero 2021

Ravi N, Shanmugam M, Bheemappa S, Gowripalan N (2020) Influence of reinforcement on tribological properties of friction stir welded glass fiber reinforced polyamide 66. *J Manuf Process* 58:1052–1063. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.08.068>

Sakai S, Maenaka K, Kakuda H, Yamazaki K (2013) Optimum Design of Impact Resistance of Laminated Glass Plate. Paper presented at the 10th World Congress on Structural and Multidisciplinary Optimization, Orlando, Florida, 19-24 may 2013



Sinha S K, Briscoe B J (2009) *Polymer Tribology*. Imperial College Press, Singapore

Šooš L, Matúš M, Pokusová M, Čačko V, Bábics J (2021) The recycling of waste laminated glass through decomposition technologies. *Recycling* 6:26.

<https://doi.org/10.3390/recycling6020026>

Srinath G, Gnanamoorthy R (2005) Effect of short fibre reinforcement on the friction and wear behaviour of Nylon 66. *Appl Compos Mater* 12:369–383.

<https://doi.org/10.1007/s10443-005-5824-6>

Straffelini G (2015) *Friction and Wear: Methodologies for Design and Control*. Springer, Switzerland

Unal H, Mimaroglu A (2012) Friction and wear performance of polyamide 6 and graphite and wax polyamide 6 composites under dry sliding conditions. *Wear* 289:132–137.

<https://doi.org/10.1016/j.wear.2012.04.004>

Valera T S, Demarquette N R, (2008) Polymer toughening using residue of recycled windshields: PVB film as impact modifier. *Eur Polym J* 44:755–768.

<https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2007.12.012>

Wei Z, Wang R, Wang J, Yang Y, Liu Y, Wang W, Cao Y (2020) Highly toughened PA6 using residue of plasticized PVB film via two-step reactive melt blending. *Polymer*.

<https://doi.org/10.1016/j.polymer.2019.122052>

Wei Z, Wang R, Zhang C, Wang J, Yang Y, Wang W, Cao Y (2021) Preparation and characterization of super-toughened PA6/r-PVB blends with “transplanted” multicore morphology by reactive compatibilization. *Eur Polym J*.

<https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2020.110173>

You Y L, Li D X, Si G J, Deng X (2014) Investigation of the influence of solid lubricants on the tribological properties of polyamide 6 nanocomposite. *Wear* 311:57–64.

<https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.12.018>



Zanjanijam A R, Hakim S, Azizi H (2018) Rheological, mechanical and thermal properties of the PA/PVB blends and their nanocomposites: Structure-property relationships. Polym Test 66:48–63. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.01.006>



Capítulo 2

Desarrollo experimental

2.1 Preparación de las probetas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA

2.1.1 Materiales empleados

En el presente trabajo se utilizaron dos polímeros y un compatibilizador químico para producir el sistema PA-GF/r-PVB-MA. La poliamida 6 reforzada con 30% de fibra de vidrio (PA-GF), cuyo nombre comercial es Ultramid B3ZG6-PA6-I-GF30, fue donada por la empresa BASF en presentación de pellet y pre acondicionada para moldeo por inyección. El butiral de polivinilo reciclado (r-PVB) grado automotriz, en presentación de pellet, fue donado por la empresa Reypark. El anhídrido maleico (MA), en presentación de escamas, fue adquirido de la empresa MEYER y utilizado como compatibilizador.

Las mezclas poliméricas propuestas en este trabajo de investigación se enlistan en la Tabla 2.1. Las mezclas poliméricas fueron identificadas como: PA-0% (polímero de referencia), PA-10% (mezcla de PA-GF con 10% en peso de r-PVB-MA), PA-15% (mezcla PA-GF con 15% en peso de r-PVB-MA) y PA-20% (mezcla PA-GF con 20% en peso de r-PVB-MA). Cabe resaltar que, el r-PVB-MA contiene el 0.005% en peso de MA en el r-PVB.

Tabla 2.1 Diseño experimental para las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA

Nomenclatura	PA-GF (% en peso)	r-PVB-MA (% en peso)
PA-0%	100	0
PA-10%	90	10
PA-15%	85	15
PA-20%	80	20

Todas las mezclas poliméricas se obtuvieron por el método de moldeo por extrusión de pellet. Posteriormente, las probetas poliméricas, de todo el conjunto experimental, se obtuvieron de las placas producidas mediante el método de moldeo por inyección.

2.1.2 Moldeo por extrusión de los pellets

El método de moldeo por extrusión genera mezclas poliméricas a través de la fusión y el mezclado mecánico de uno o más materiales (Gerdeen y Rorrer 2012; McCrum, Buckley y Bucknall 2011). La extrusora empleada para las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA fue la Beutelspacher SB-19 (ver Figura 2.1).

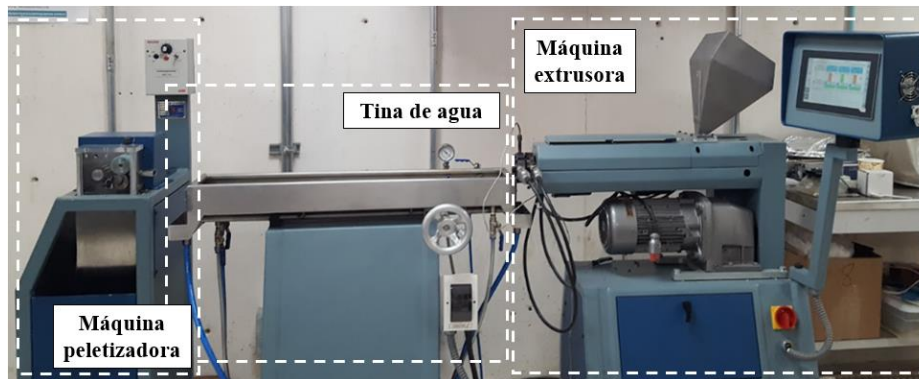


Figura 2.1 Máquina extrusora, tina de agua y máquina peletizadora. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.

La mezcla PA-0% se extruyó a 240 °C, fue enfriada en una tina de agua, y finalmente, fue peletizada con una longitud ~6 mm, como se ilustra en la Figura 2.2.

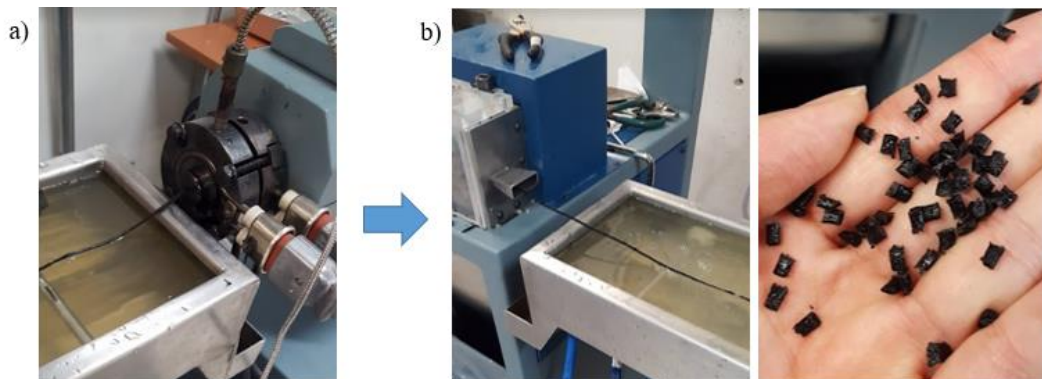


Figura 2.2 Proceso de extrusión de la mezcla PA-0%: a) extrusión, b) enfriamiento y peletizado.

Las mezclas PA-10%, PA-15% y PA-20% se realizaron en dos etapas:

En la primera etapa, las escamas del MA fueron molidas en un mortero hasta pulverizarlas, después fueron mezcladas manualmente con el r-PVB y secadas a 60 °C por 24 h (ver Figura 2.3). Posteriormente, la mezcla del r-PVB y el MA fue extruida a 155 °C, dando lugar a la reacción química entre los grupos hidroxilo y carboxilo del r-PVB y el MA, respectivamente. Finalmente, la mezcla (r-PVB-MA) fue enfriada en una tina de agua y peletizada con una longitud ~6 mm.



Figura 2.3 Preparación de la mezcla r-PVB-MA: a) molido del MA, b) mezcla manual del r-PVB y el MA, c) secado del r-PVB y el MA.

En la segunda etapa, la PA-GF y las concentraciones de 10, 15 y 20% de r-PVB-MA fueron mezclados manualmente y secados por 24 h (ver Figuras 2.4 a), b) y c)). Posteriormente, las mezclas PA-10%, PA-15% y PA-20% se extruyeron a 220 °C, fueron enfriadas en una tina de agua y peletizadas con una longitud ~6 mm (ver Figuras 2.4 d) y e)). Los procesos de extrusión, enfriado y peletizado de las mezclas PA-10%, PA-15% y PA-20% se realizaron dos veces, con la finalidad de garantizar una mezcla homogénea.

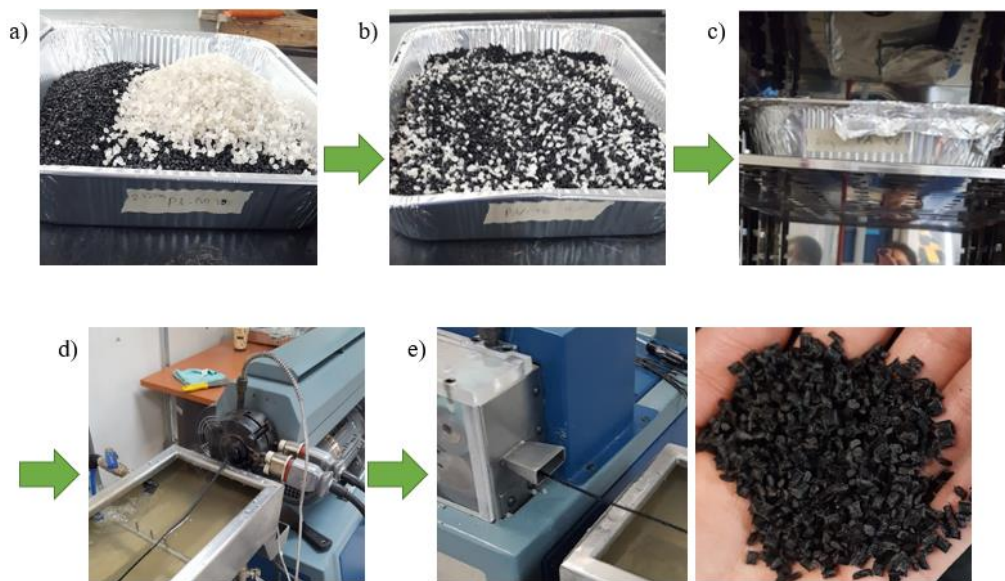


Figura 2.4 Preparación y extrusión de las mezclas poliméricas PA-10%, PA-15% y PA-20%: a) PA-GF y r-PVB, b) mezcla manual de la PA-GF y el r-PVB-MA, c) secado de la PA-GF y el r-PVB-MA, d) extrusión de las mezclas, e) peletizado de las mezclas.

2.1.3 Moldeo por inyección de las placas rectangulares

El método de moldeo por inyección de polímeros consiste en confinar material fundido en un molde, a una determinada presión y temperatura; el material se enfría y solidifica hasta obtener el producto con la geometría deseada (McCrum, Buckley y Bucknall 2011). El proceso se realizó en la máquina Belken SSF500-k5 (ver Figura 2.5).



Figura 2.5 Máquina inyectora Belken SSF500-k5. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.

Las placas rectangulares con dimensiones 94 mm x 54 mm x 3 mm, fueron inyectadas utilizando el molde presentado en la Figura 2.6. El molde cuenta con un sistema de calentamiento hidráulico para mantener una temperatura constante del polímero dentro de las cavidades (ver Figura 2.6 a)). El molde está diseñado para mantener un flujo balanceado del polímero dentro de las cavidades mediante una compuerta tipo aspa y canales circulares (ver Figura 2.6 b)). En la Tabla 2.2 se enlistan los parámetros para la inyección de las placas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20%, de acuerdo con la hoja de datos de la PA-GF (BASF 2020).

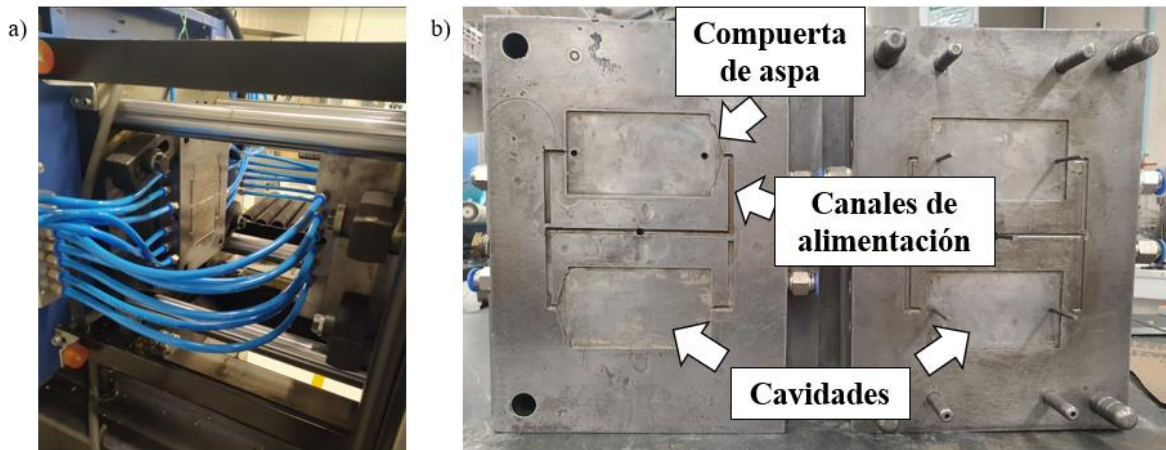


Figura 2.6 Molde para inyección: a) molde montado en la máquina de inyección, b) cavidades rectangulares con el sistema de alimentación. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.

Tabla 2.2 Parámetros del moldeo por inyección para la fabricación de las placas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA

Parámetro [Unidad]	PA-0%	PA-10%	PA-15%	PA-20%
Temperatura de inyección [°C]	260	255	255	255
Temperatura del molde [°C]	80	80	80	80
Velocidad de inyección [$\text{cm}^3 \text{s}^{-1}$]	3.2	3.2	3.2	3.2
Presión de inyección [MPa]	100	110	110	110
Tiempo de inyección [s]	4.80	4.80	4.80	4.80
Presión de sostenimiento [MPa]	80	88	88	88
Tiempo de sostenimiento [s]	0.10	0.10	0.10	0.10

La Figura 2.7 a) presenta una placa PA-15% obtenida con los parámetros de inyección previamente enlistados en la Tabla 2.2. La placa no presentó defectos internos (ver Figura 2.7 b)), ni defectos superficiales (ver Figura 2.7 c)).

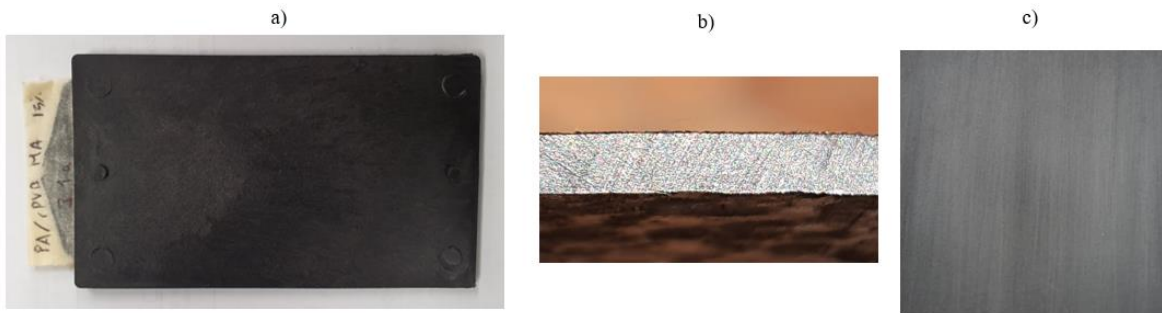


Figura 2.7 a) Moldeo por inyección de la placa PA-15%, b) corte transversal de la placa PA-15% sin la presencia de defectos internos, c) desbaste superficial de la placa PA-15%.

2.1.4 Elaboración de las probetas para los ensayos de desgaste

Posterior al moldeo por inyección se cortaron probetas con dimensiones de 30 mm x 25 mm x 3 mm (ver Figura 2.8) para los ensayos de desgaste. En total se cortaron cuatro probetas de cada placa.

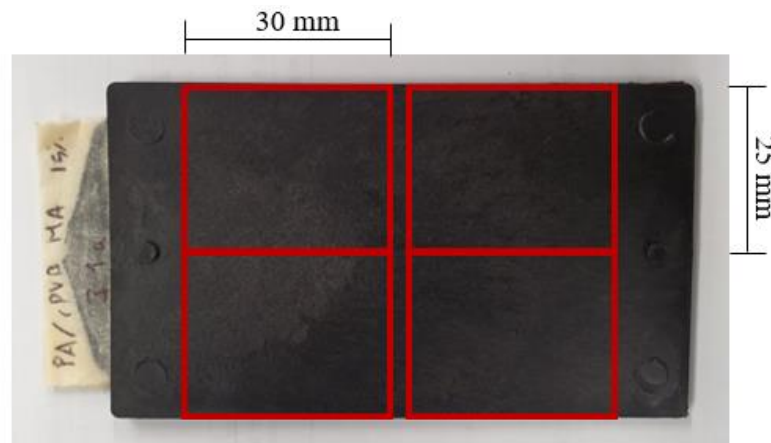


Figura 2.8 Representación del corte de las probetas para los ensayos de desgaste.

La preparación superficial de las probetas se realizó bajo la Norma ASTM G133-05 (*Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear*) y la Norma ASTM G99-00 (*Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus*). Las superficies de las probetas fueron desbastadas con papel abrasivo con número de grano de 240, 320, 400, 600 y 1000 (ver Figura 2.9 a)), hasta obtener un acabado superficial en un rango de 0.1 μm - 0.2 μm (ver Figura 2.9 b)).

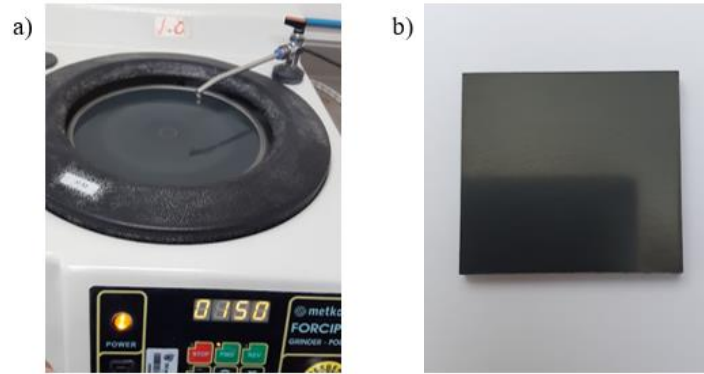


Figura 2.9 Preparación superficial de las probetas PA-GF/r-PVB-MA: a) desbaste, b) superficie con un acabado superficial entre $0.1 \mu\text{m}$ y $0.2 \mu\text{m}$.

2.2 Caracterización de las mezclas PA-GF/r-PVB-MA

Las mezclas PA-GF/r-PVB-MA fueron caracterizadas mediante: i) análisis por espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas en inglés), ii) análisis morfológico por la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y iii) análisis de las propiedades mecánicas a través de ensayos de tensión y de dureza Shore D.

2.2.1 Análisis por FTIR

El análisis por FTIR se realizó sobre pellets representativos de los polímeros r-PVB y PA-0%, utilizando el modo de transmitancia con un rango de onda de 650 a 4000 cm^{-1} , haciendo uso del equipo Shimadzu IRAffinity-1S (ver Figura 2.10).



Figura 2.10 Equipo Shimadzu IRAffinity-1S. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.

2.2.2 Análisis morfológico de las mezclas PA-GF/r-PVB-MA

Para el análisis del tamaño, la forma y la distribución de las partículas del r-PVB en la PA-GF, se fracturaron criogénicamente secciones de las placas rectangulares obtenidas por

inyección (ver Figura 2.11). Posteriormente, con la finalidad de disolver el r-PVB-MA de las mezclas poliméricas, las probetas fueron inmersas en alcohol etílico al 96 % durante 9 h. Por último, las probetas fueron recubiertas con oro utilizando el equipo JEOL JFC-1100E, para su observación estructural por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).

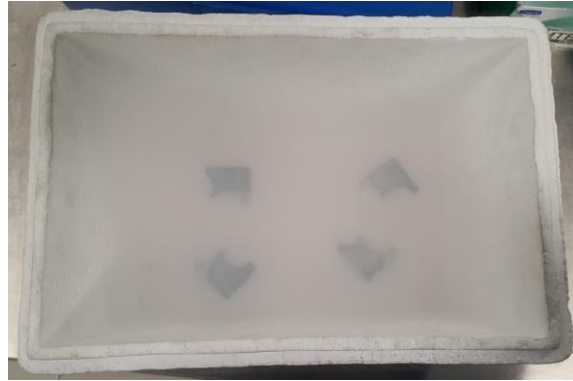


Figura 2.11 Secciones de las placas rectangulares inmersas en nitrógeno líquido, previo a la fractura criogénica.

El diámetro promedio numérico de las partículas (D_n) y la distancia entre los bordes de las partículas (τ) para las mezclas PA-10%, PA-15% y PA-20%, se estimaron mediante la Ec. 2.1 y la Ec. 2.2, respectivamente (Wei y cols. 2021).

$$D_n = \frac{\sum n_i D_i}{\sum n_i} \quad \text{Ec. 2.1}$$

$$\tau = D_n \left(\left(\frac{\pi}{6\Phi} \right)^{\frac{1}{3}} - 1 \right) \quad \text{Ec. 2.2}$$

Donde:

n_i = el número de partículas de la fase dispersa con D_i

D_i = el diámetro de las partículas de la fase dispersa [μm]

Φ = la fracción de volumen de la segunda fase (r-PVB-MA) [%]

La Ec. 2.2 se determina asumiendo que las partículas son esféricas y están uniformemente distribuidas en la matriz. Para el presente estudio se utiliza el diámetro promedio numérico, debido a la relevancia equivalente de todas las partículas en la mezcla.

Las mediciones del diámetro de las partículas del r-PVB-MA en las mezclas PA-10%, PA-15% y PA-20% se realizaron con el software *Image-Pro Plus 6.0*; los valores promedio de D_n se obtuvieron al realizar entre 200 y 250 mediciones por mezcla, para obtener datos estadísticamente confiables.

2.2.3 Ensayos de tensión

Los ensayos de tensión se realizaron con un equipo Shimadzu AG-I (ver Figura 2.12), utilizando los parámetros experimentales propuestos por la Norma ASTM D638-14 (*Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics*).

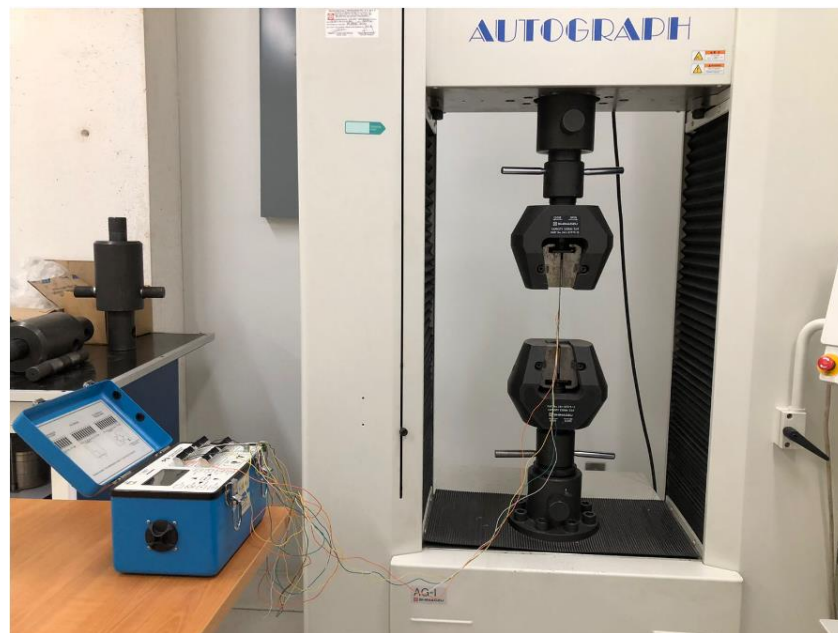


Figura 2.12 Equipo Shimadzu AG-I. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.

Previo al ensayo de tensión, las probetas con geometría tipo V fueron seccionadas a partir de las placas rectangulares, utilizando la cortadora láser Boye Laser HSLC 1410. Durante el corte de las probetas tipo V, se presentó un efecto térmico sobre la vecindad del corte (zona afectada por el calor) a causa de la intensidad del láser (ver Figura 2.13 a) y b)). El material sobrante y/o afectado, por la intensidad del corte por láser, se desbastó con papel abrasivo con número de grano de 240 y 320, para obtener probetas tipo V con las dimensiones establecidas por la Norma ASTM D638-14.

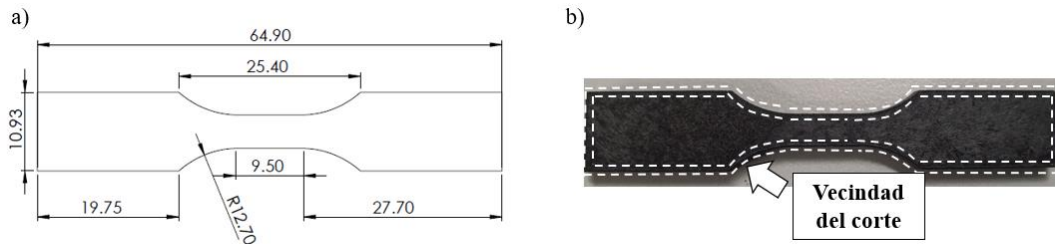


Figura 2.13 Preparación de las probetas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA para la prueba de tensión: a) dimensiones de las probetas, b) probeta cortada por láser. El efecto térmico por la intensidad del láser se compensó con una tolerancia de 0.7 mm sobre las dimensiones de las probetas. Acot: mm.

Los ensayos de tensión se realizaron con una celda de carga de 250 kN, programada con una capacidad máxima de 2500 N, y una velocidad de ensayo de 1 mm min^{-1} (ver Figura 2.14). Los gráficos esfuerzo - deformación se muestran en la Figura 2.15. Las propiedades mecánicas, módulo de Young y esfuerzo de cedencia, se determinaron bajo la Norma ASTM D638-14.

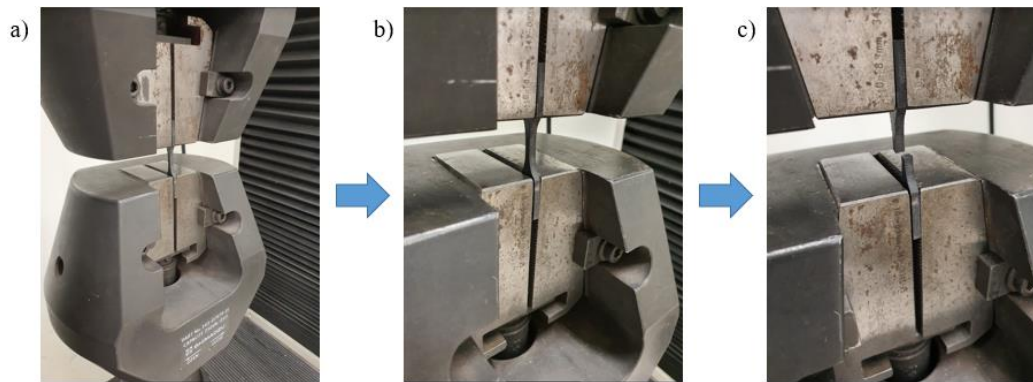


Figura 2.14 Ensayo de tensión de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA: a) colocación de la probeta, b) inicio de la prueba, c) fractura de la probeta.

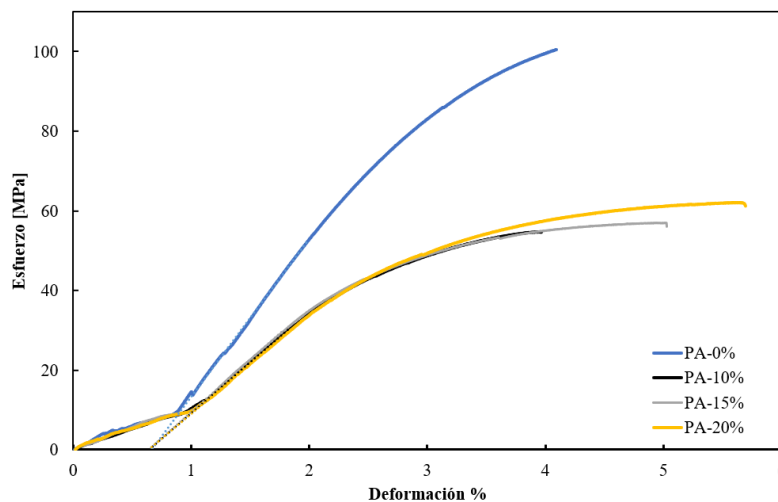


Figura 2.15 Grafica esfuerzo - deformación de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA.

2.2.4 Ensayos de dureza Shore D

El ensayo de dureza determina la resistencia que presenta la superficie de un material a ser rayado o penetrado por otro material (Holmberg y Matthews 2009). En plásticos y elastómeros se recomienda usar las escalas Shore para estimar la resistencia a la penetración. El principio de la dureza Shore se basa en la penetración de un indentador a una carga constante sobre el material. Los ensayos se realizaron con base en la Norma ASTM D2240-15 (*Standard Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness*), utilizando un indentador de acero tipo D con una dureza de 500 HV10 y un radio de $\sim 100 \mu\text{m}$. El durómetro empleado fue el Shore SI-TV (ver Figura 2.16).



Figura 2.16 Durómetro Shore SI-TV. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.

Las probetas para los ensayos de dureza Shore D fueron preparadas con el proceso descrito en la **Sección 2.1.4**. Las indentaciones se realizaron aplicando una carga normal de 4 kg durante 1 s. Se realizaron 18 repeticiones por cada mezcla PA-GF/r-PVB-MA.

2.3 Ensayos de desgaste recíprocante lineal sobre las probetas del sistema PA-GF/r-PVB-MA

Previo al ensayo de desgaste recíprocante lineal, las probetas del sistema PA-GF/r-PVB-MA fueron preparadas conforme a lo descrito en la **Sección 2.1.4**. La rugosidad superficial de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA se estableció en un rango de $0.1 \mu\text{m} - 0.2 \mu\text{m}$. El ensayo de desgaste recíprocante lineal se realizó conforme al procedimiento de la Norma ASTM G133-05 (*Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear*), empleando el equipo Bruker UMT-2 (ver Figura 2.17).

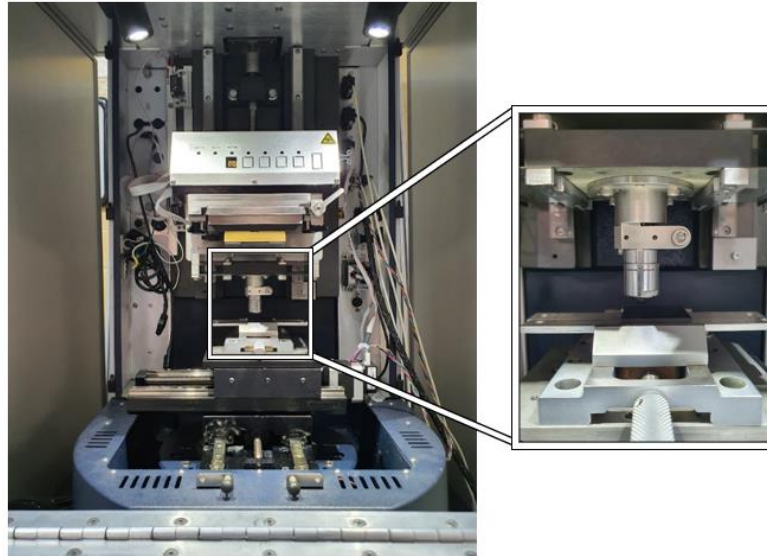


Figura 2.17 Equipo Bruker UMT-2 con el módulo de desgaste recíprocante lineal. Cortesía Grupo Ingeniería de Superficies del IPN.

La Tabla 2.3 enlista los parámetros experimentales propuestos por la Norma ASTM G133-05 y los utilizados en el presente trabajo; los datos fueron modificados y adaptados con base en la literatura referida a tribosistemas similares (Wang y cols. 2016; Carmona-Cervantes y cols. 2022).

Tabla 2.3 Parámetros experimentales del ensayo de desgaste recíprocante lineal en las probetas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA (Modificado de la Norma ASTM G133-05)

Parámetros [unidad]	Parámetros experimentales de la Norma ASTM G133-05	Parámetros utilizados en el presente trabajo de investigación
Dureza de la contraparte, acero AISI 52100 [HRC]	---	60 - 66
Radio de la contraparte [mm]	4.76	3
Fuerza normal [N]	25	10
Distancia de recorrido [mm]	10	10
Frecuencia de oscilación [Hz]	5	1.5
Distancia de deslizamiento [m]	100	200

Las presiones de contacto mecánico de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA y de la contraparte de acero AISI 52100 se muestran en la Tabla 2.4 y fueron obtenidas mediante la teoría de contacto de Hertz. Diversos autores han estudiado tribosistemas de PA-GF con una contraparte de acero utilizando altas presiones de contacto, debido a las aplicaciones ingenieriles de la PA-GF, tales como engranes, poleas y rodamientos, que requieren condiciones severas de carga (Kunishima y cols. 2020; You y cols. 2014; Li y cols. 2013; Neis y cols. 2017; Düzcükoğlu 2009). Con el propósito de simular las condiciones severas de trabajo en las que se encuentran estos polímeros, el ensayo de desgaste fue realizado con presiones de contacto mayores al esfuerzo de cedencia estimado para las mezclas poliméricas.

La estimación de las presiones de contacto para tribosistemas polímero/metal se realiza con modelos de fluencia elasto-plásticos (Kasem y Etsion 2014). Sin embargo, dichos modelos requieren conocer propiedades como los módulos de fluencia y relajación, así como la viscosidad de los polímeros. La evaluación de estas propiedades no se contempló como parte de los objetivos de esta investigación.

Tabla 2.4 Resultados del contacto mecánico entre las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA y la contraparte de acero AISI 52100

Mezcla	Esfuerzo de cedencia [MPa]	Presión máxima de contacto [MPa]	Radio de contacto [mm]
PA-0%	82.077 ± 7.856	165.318 ± 8.817	0.169 ± 0.004
PA-10%	43.764 ± 5.320	124.160 ± 6.655	0.196 ± 0.005
PA-15%	42.964 ± 3.699	126.075 ± 6.894	0.194 ± 0.005
PA-20%	45.765 ± 5.115	122.601 ± 8.987	0.197 ± 0.006

2.4 Caracterización de las huellas de desgaste en las mezclas PA-GF/r-PVB-MA

El volumen perdido [mm³] y la profundidad [mm] de las huellas de desgaste, en las probetas del sistema PA-GF/r-PVB-MA, se estimaron a partir de la técnica de perfilometría óptica, haciendo uso del equipo Bruker Contour GT-3D (véase Figura 2.18 a)). La reconstrucción

digital de las huellas de desgaste se realizó con la ayuda del software Vision 64 (ver Figura 2.18 b)). La profundidad de la huella de desgaste se muestra en la Figura 2.18 c).

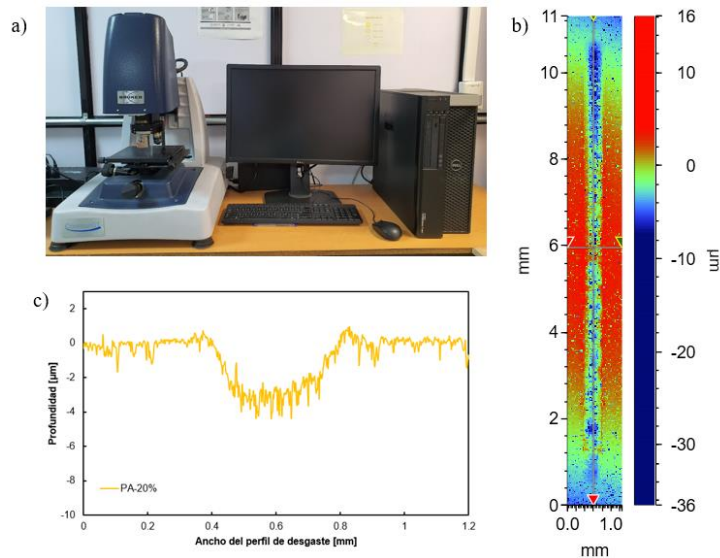


Figura 2.18 Ensayo de perfilometría óptica: a) equipo Bruker Contour GT-3D, b) huella de desgaste reconstruida mediante el software Vision 64, c) profundidad de desgaste sobre la superficie de la mezcla PA-20%. Cortesía Grupo Ingeniería de Superficies del IPN.

Los mecanismos de desgaste en las probetas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA se analizaron a partir de las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), utilizando el equipo JEOL JSM-6360LV (ver Figura 2.19). Cabe mencionar que, previo al análisis de MEB, las probetas del sistema PA-GF/r-PVB-MA fueron recubiertas con oro, haciendo uso del equipo JEOL JFC-1100E.



Figura 2.19 Equipo JOEL JSM-6360LV. Cortesía Grupo de Investigación de Tecnología de Plásticos del ITESM CEM.



Referencias

BASF (2020) Ultramid B3ZG6-PA6-GF30. En: Campus Plastics. Disponible en. <https://www.campusplastics.com/campus/en/datasheet/Ultramid@+B3ZG6/BASF/20/27548a4a/SI>. Accedido 8 de febrero 2020

Carmona-Cervantes I A, Paredes-Mogica E A, López-Cabrera H R, Figueroa-López U, Vieyra-Ruíz H, Guevara-Morales A (2022) Tribological behavior of glass fiber reinforced polyamide (PA-GF) and recycled polyvinyl butyral (r-PVB) blends. *Mater Lett*.
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.132261>

Düzcükoğlu H (2009) Study on development of polyamide gears for improvement of load-carrying capacity. *Tribol Int* 42:1146–1153. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2009.03.009>

Gerdeen J C, Rorrer R A L (2012) *Engineering Design with Polymers and Composites*. CRC Press, New York

Holmberg K, Matthews A (2009) *Coatings Tribology. Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering*. Elsevier, Great Britain

Kasem H, Etsion I (2014) Experimental study of the effect of dwell time and normal load on static friction in creeping elastic – plastic polymer spherical contact. *Wear* 309:139–145. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.11.006>

Kunishima T, Nagai Y, Kurokawa T, Bouvard G, Abry J C, Fridrici V, Kapsa P (2020) Tribological behavior of glass fiber reinforced-PA66 in contact with carbon steel under high contact pressure, sliding and grease lubricated conditions. *Wear*.
<https://doi.org/10.1016/j.wear.2020.203383>

Li D, You Y, Deng X, Li W, Xie Y (2013) Tribological properties of solid lubricants filled glass fiber reinforced polyamide 6 composites. *Mater Des* 46:809–815.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.011>

McCrum N G, Buckley C P, Bucknall C B (2011) *Principles of Polymer Engineering*. Oxford University Press, Great Britain



Neis P D, Ferreira N F, Poletto J C, Sukumaran J, Andó M, Zhang Y (2017) Tribological behavior of polyamide-6 plastics and their potential use in industrial applications. *Wear* 376–377:1391–1398. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2017.01.090>

Wang Q, Wang Y, Wang H, Fan N, Yan F (2016) Experimental investigation on tribological behavior of several polymer materials under reciprocating sliding and fretting wear conditions. *Tribol Int* 104:73–82. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2016.08.030>

Wei Z, Wang R, Zhang C, Wang J, Yang Y, Wang W, Cao Y (2021) Preparation and characterization of super-toughened PA6/r-PVB blends with “transplanted” multicore morphology by reactive compatibilization. *Eur Polym J*.
<https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2020.110173>

You Y L, Li D X, Si G J, Deng X (2014) Investigation of the influence of solid lubricants on the tribological properties of polyamide 6 nanocomposite. *Wear* 311:57–64.
<https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.12.018>

Capítulo 3

Resultados y discusiones

3.1 Caracterización de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA

3.1.1 Espectro FTIR de los polímeros r-PVB y la PA-0%

Los polímeros r-PVB y PA-0% fueron caracterizados de acuerdo con lo descrito en la **Sección 2.2.1** del Capítulo 2 para determinar los grupos químicos funcionales (ver Figura 3.1). En el espectro del r-PVB se identificaron los grupos hidroxilos -OH (3489 cm^{-1}), los grupos alifáticos CH, CH₂ ($2850 - 3000\text{ cm}^{-1}$), los grupos acetatos C=O (1740 cm^{-1}), el anillo butiral C-O-C ($1100 - 1051\text{ cm}^{-1}$), y los grupos acetal C-O (960 cm^{-1}). En el espectro de la PA-0% se identificaron los grupos amida N-H (3296 cm^{-1}), los grupos metileno CH₂ ($2863-2930\text{ cm}^{-1}$), los grupos amida I C=O (1634 cm^{-1}), y los grupos amida II N-H (1539 cm^{-1}) (Valera y Demarquette 2008; Wei y cols. 2020).

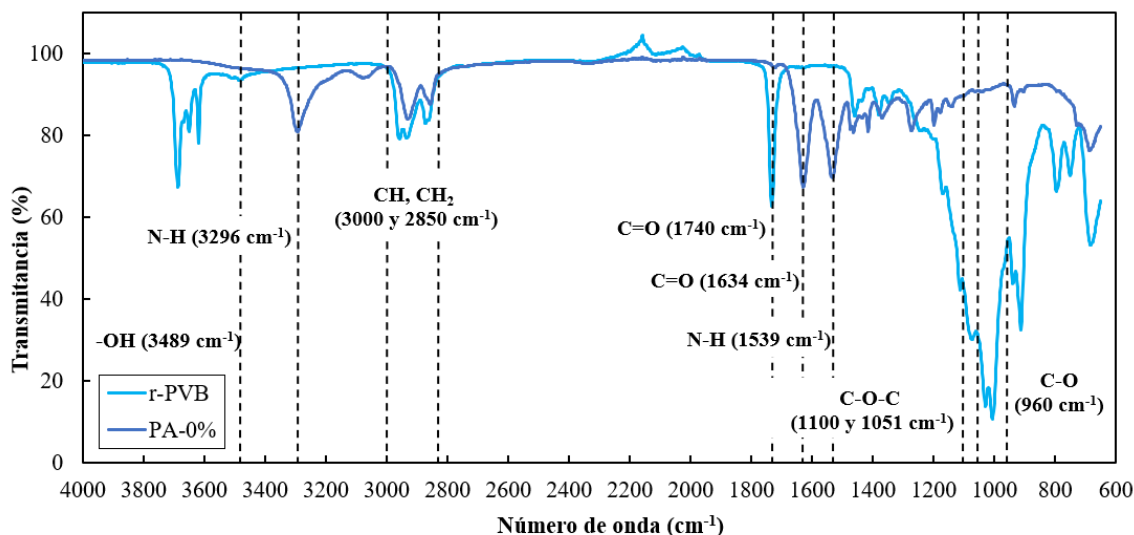


Figura 3.1 Espectros FTIR de los polímeros r-PVB y PA-0%.

3.1.2 Morfología de las mezclas poliméricas

La superficie de las mezclas PA-GF/r-PVB-MA fue caracterizada, de acuerdo con lo descrito en la **Sección 2.2.2** del Capítulo 2, para determinar la forma, el tamaño y la dispersión de las partículas de r-PVB en la PA-GF. Las micrografías del análisis por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) de las mezclas poliméricas se muestran en la Figura 3.2. En la mezcla PA-0% (ver Figura 3.2 a)) se observó la dispersión de la fibra de vidrio en la PA. Por otro lado,

en las mezclas PA-10%, PA-15% y PA-20% (ver Figuras 3.2 b), c) y d), respectivamente) se presentó una dispersión de las partículas de r-PVB a lo largo de la PA-GF, con morfologías circulares y ovaladas.

En la Tabla 3.1 se enlistan los resultados del diámetro promedio numérico de las partículas de r-PVB (D_n) y distancia entre los bordes de las partículas de r-PVB (τ). De acuerdo con los resultados, el aumento del % en peso del r-PVB en la PA-GF incrementó el diámetro de las partículas (valores estimados de D_n), y, la distancia entre los bordes de las partículas disminuyó (valor estimado de τ) (Valera y Demarquette 2008; Zanjanijam y cols. 2018; Wei y cols. 2021).

El D_n de las mezclas PA-10%, PA-15% y PA-20% presentó una alta desviación estándar, asociada con los diferentes tamaños de las partículas de r-PVB. El tamaño de las partículas de r-PVB fue relacionada con:

- el efecto del MA en la compatibilidad entre el r-PVB y la PA-GF
- los parámetros de moldeo por inyección (velocidad, presión y temperatura)
- el tipo de compuerta del molde utilizado
- el flujo de inyección y la distribución de la mezcla en la geometría de la placa

Sin embargo, el control del tamaño de las partículas de r-PVB no fue parte del alcance del presente trabajo de tesis.

Tabla 3.1 Diámetro promedio numérico y distancia entre la superficie de las partículas de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA

Mezcla	Diámetro promedio numérico(D_n) [μm]	Distancia entre los bordes de las partículas (τ) [μm]
PA-0%	---	---
PA-10%	0.77 ± 0.26	0.49
PA-15%	1.08 ± 0.51	0.47
PA-20%	1.31 ± 0.68	0.40

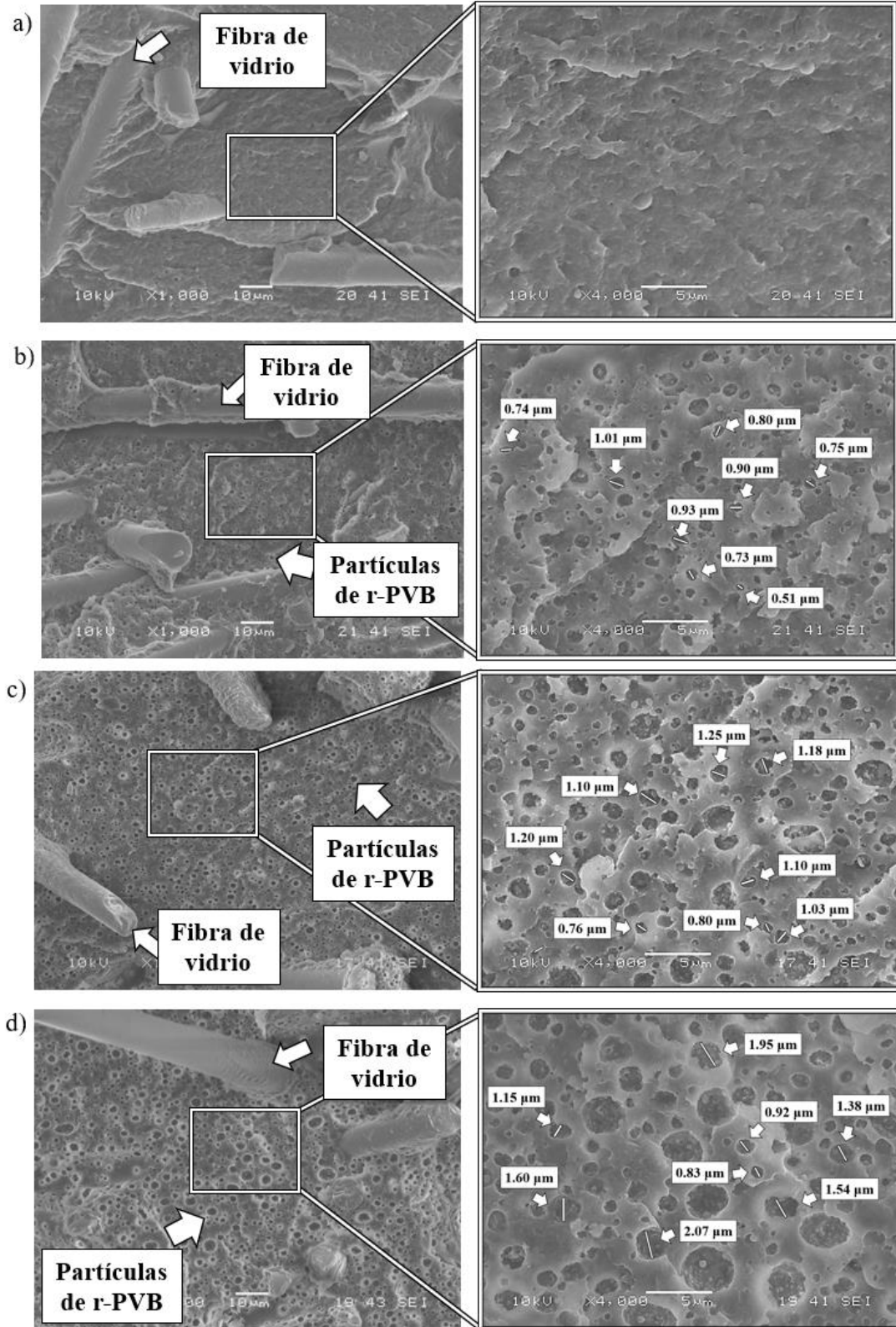


Figura 3.2 Micrografías por MEB y tamaño de las partículas de r-PVB en las mezclas poliméricas: a) PA-0%, b) PA-10%, c) PA-15%, d) PA-20%.

3.1.3 Propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de tensión y de dureza Shore D

El módulo de Young E, el esfuerzo de cedencia, la resistencia tensil a la fractura, la elongación a la fractura y la dureza shore D de las mezclas PA-GF/r-PVB-MA se enlistan en la Tabla 3.2. El esfuerzo de cedencia y la resistencia tensil a la fractura fueron calculados utilizando el método de la deformación permanente especificada al 0.2% y resistencia tensil (nominal), respectivamente, de acuerdo con la Norma ASTM D638-14. Particularmente, la mezcla PA-0% presentó los valores más altos de las propiedades mecánicas. No obstante, se observó que la adición del r-PVB a la PA-GF disminuyó los valores de E, esfuerzo de cedencia, resistencia tensil a la fractura, y dureza Shore D. Esto se atribuyó al bajo E (0.500 GPa) y a la baja dureza (~24) del r-PVB, en comparación con la PA-GF (3.965 GPa y 78.916, respectivamente) (Zanjanijam y cols. 2018; Valera y Demarquette 2008; Carmona-Cervantes y cols. 2022).

Tabla 3.2 Módulo de Young, esfuerzo de cedencia, resistencia tensil a la fractura, elongación a la fractura y dureza Shore D de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA

Mezclas	Módulo de Young E [GPa]	Esfuerzo de cedencia [MPa]	Resistencia tensil a la fractura [MPa]	Elongación a la fractura [%]	Dureza Shore D
PA-0%	3.965 ± 0.328	82.077 ± 7.856	101.456 ± 10.501	4.116 ± 0.531	78.916 ± 2.276
PA-10%	2.562 ± 0.211	43.764 ± 5.320	53.561 ± 8.892	3.626 ± 0.551	76.833 ± 2.209
PA-15%	2.623 ± 0.221	42.964 ± 3.699	54.426 ± 4.846	4.750 ± 0.280	75.444 ± 1.805
PA-20%	2.514 ± 0.285	45.765 ± 5.115	59.055 ± 6.679	5.736 ± 0.436	73.778 ± 2.270

3.2 Ensayos de desgaste recíprocante lineal sobre el sistema PA-GF/r-PVB-MA

3.2.1 Coeficiente de fricción (CoF) y mecanismos de desgaste

El comportamiento del CoF de las mezclas PA-GF/r-PVB-MA se muestra en la Figura 3.3.

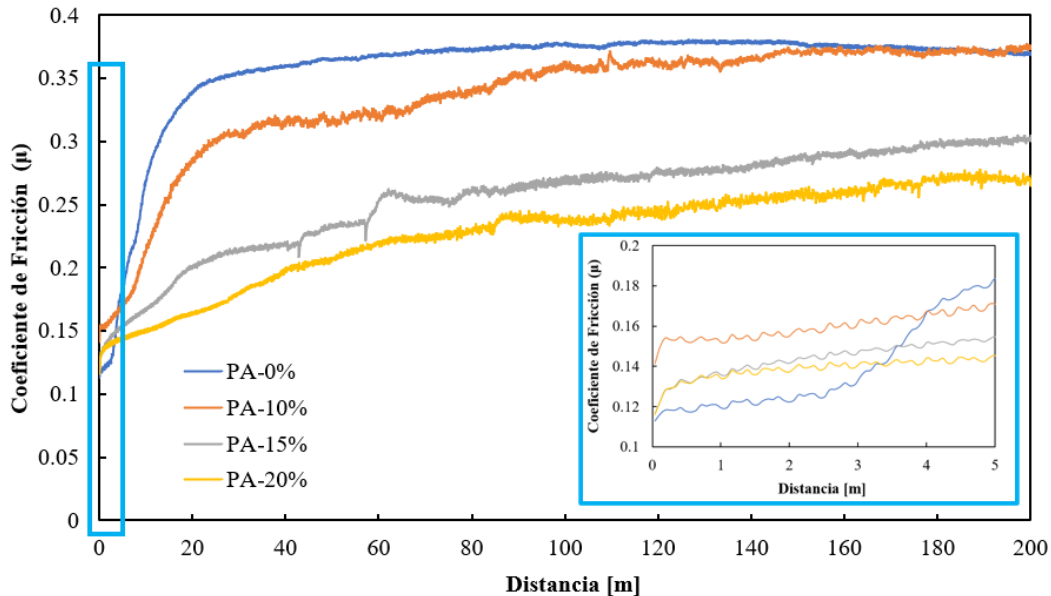


Figura 3.3 Comportamiento del CoF de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA. La velocidad de deslizamiento fue de 30 mm s^{-1} con una carga de 10 N.

La mezcla PA-0% presentó un periodo de ejecución corto con valores del CoF entre 0.1 y 0.2. En la distancia relativa de 70 m, el CoF mostró un comportamiento estable, con un valor de ~ 0.37 . Las pequeñas fluctuaciones del comportamiento del CoF se asociaron con los mecanismos de cavidades, material adherido, fibra arrancada y escombros de fibra (ver Figura 3.4 a)). La Figura 3.5 representa el desarrollo de los mecanismos de desgaste durante el deslizamiento del par tribológico. Inicialmente, el movimiento relativo de la contraparte desprendió la PA (ver Figura 3.5 a)), y expuso las fibras de vidrio al contacto mecánico (ver Figura 3.5 b)). Posteriormente, el movimiento de la contraparte fracturó, desprendió y arrancó las fibras expuestas, produciendo escombros de fibra; la PA desprendida se adhirió en la huella de desgaste (ver Figura 3.5 c)) y embebió los escombros de fibra, desarrollando una capa de PA-GF que protegió la huella de desgaste (ver Figura 3.5 d)) y Figura 3.4 a)). Así mismo, el desprendimiento de la PA-GF formó una película de transferencia en la contraparte que disminuyó el contacto mecánico entre el par tribológico, ver Figuras 3.4 b), c) (Srinath y Gnanamoorthy 2005; Byett y Allen 1992).

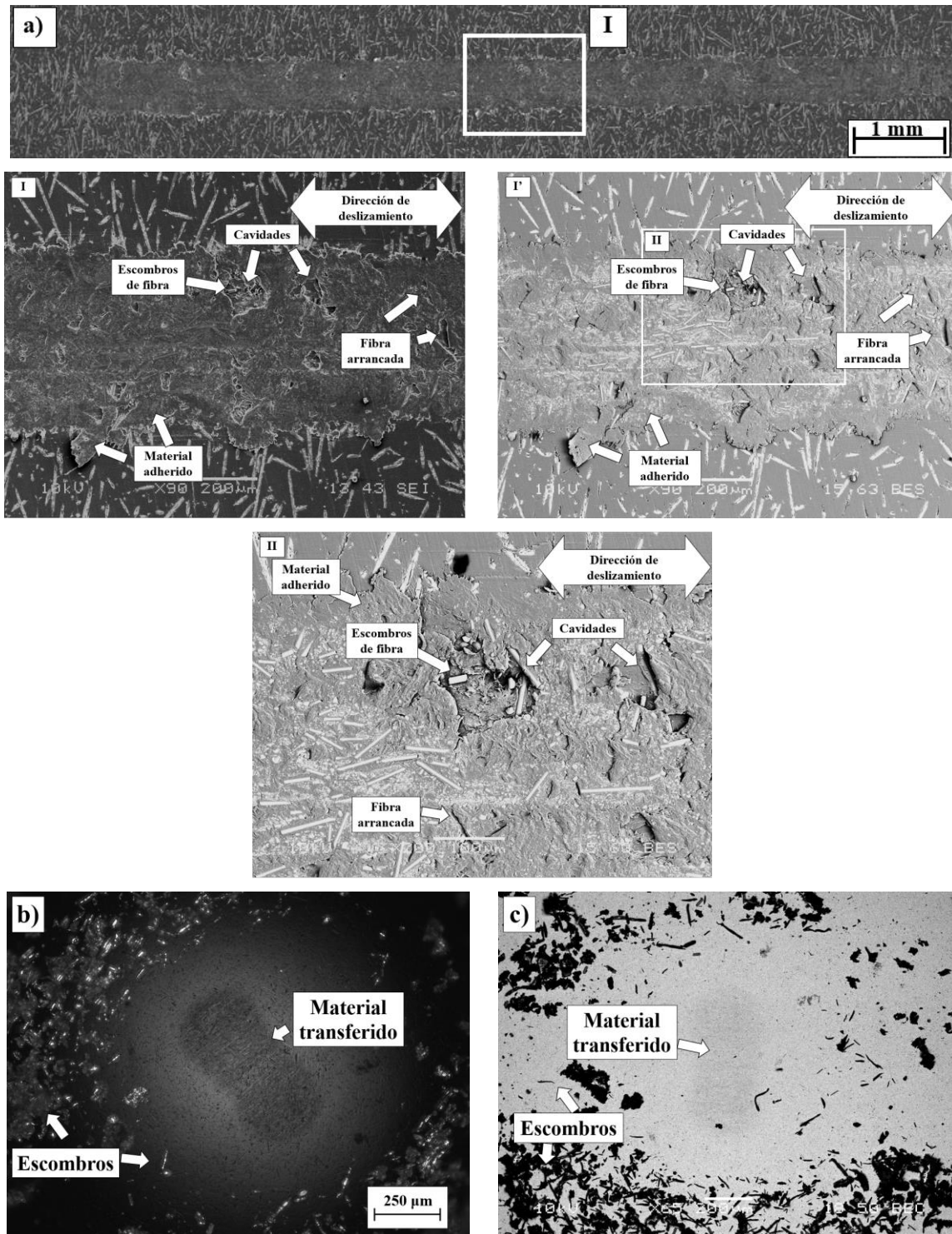


Figura 3.4 Par tribológico de la mezcla PA-0%: a) huella de desgaste y mecanismos de desgaste, b) y c) mecanismos de desgaste en la contraparte de acero.

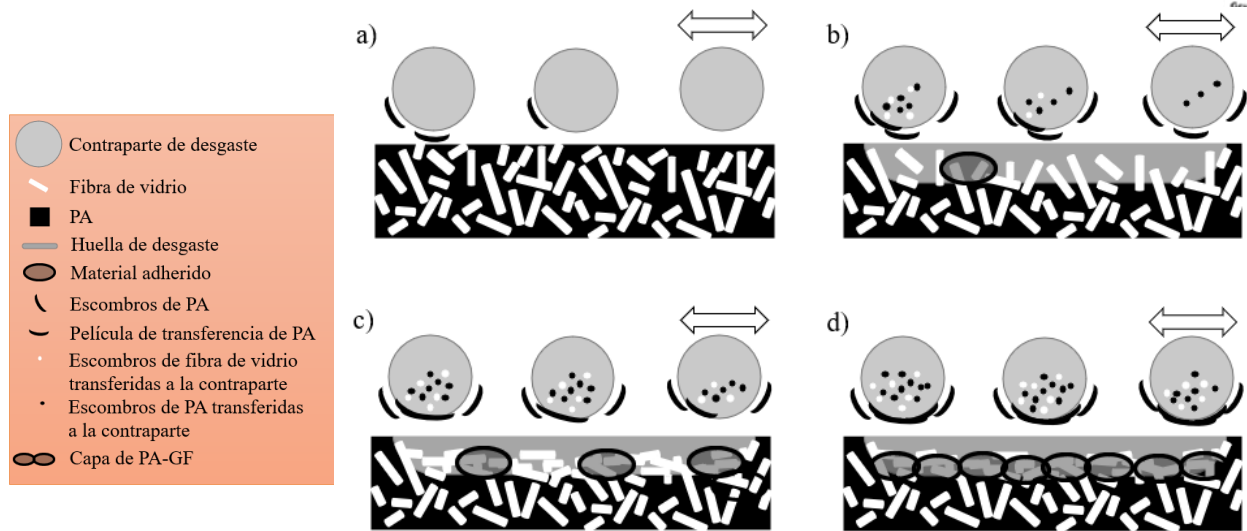


Figura 3.5 Representación de los mecanismos de desgaste en la mezcla PA-0%.

En la mezcla PA-10%, el periodo de ejecución corto mostró valores del CoF entre 0.14 y 0.18. El comportamiento del CoF (ver Figura 3.3) fue creciente y con fluctuaciones, relacionado con el desprendimiento del PA-GF/r-PVB-MA y la constante remoción de la película de transferencia de la contraparte de acero. En la distancia relativa de 160 m, el CoF mostró un comportamiento estable, con un valor de ~ 0.37 . El comportamiento del CoF se asoció con los mecanismos de cavidades, material adherido, fibra arrancada, fibra desprendida, fractura de fibra y escombros de fibra (ver Figura 3.6 a)). La Figura 3.7 representa el desarrollo de los mecanismos de desgaste durante el deslizamiento del par tribológico. Al inicio del contacto mecánico, el movimiento relativo de la contraparte desprendió la PA y el r-PVB (ver Figura 3.7 a)), exponiendo las fibras de vidrio al contacto mecánico. Aunado a lo anterior, el movimiento relativo extendió las partículas de r-PVB, cubriendo parcialmente la superficie de la huella; este comportamiento estuvo asociado con el diámetro de las partículas ($\sim 0.77 \mu\text{m}$) y la distancia entre los bordes de las partículas ($\sim 0.49 \mu\text{m}$), ver Figura 3.7 b)). Posteriormente, el movimiento continuo de la contraparte fracturó, desprendió y arrancó las fibras de vidrio, produciendo escombros de fibra. El PA-GF/r-PVB-MA desprendido se adhirió en la huella de desgaste (ver Figura 3.7 c)) y embebió los escombros de fibra. El r-PVB no cubrió completamente la superficie y los escombros de fibra generaron un desprendimiento continuo del PA-GF/r-PVB-MA. Lo anterior, propició la formación de cavidades y más escombros de fibra, ver Figura 3.7 d)) y Figura 3.6 a)) (Li y cols. 2013). Así mismo, el desprendimiento del PA-GF/r-PVB-MA formó una película de



transferencia inestable en la contraparte. Sin embargo, los escombros de fibra en la huella de desgaste generaron abrasión, y picadura en la contraparte (ver Figura 3.7 b, c)), removiendo constantemente la película de transferencia. Byett y Allen (1992) reportaron un comportamiento semejante en una PA con diferentes porcentajes en peso de GF; las altas concentraciones de GF (30 - 40%) generaron abrasión en la contraparte metálica y removieron constantemente la película de transferencia.

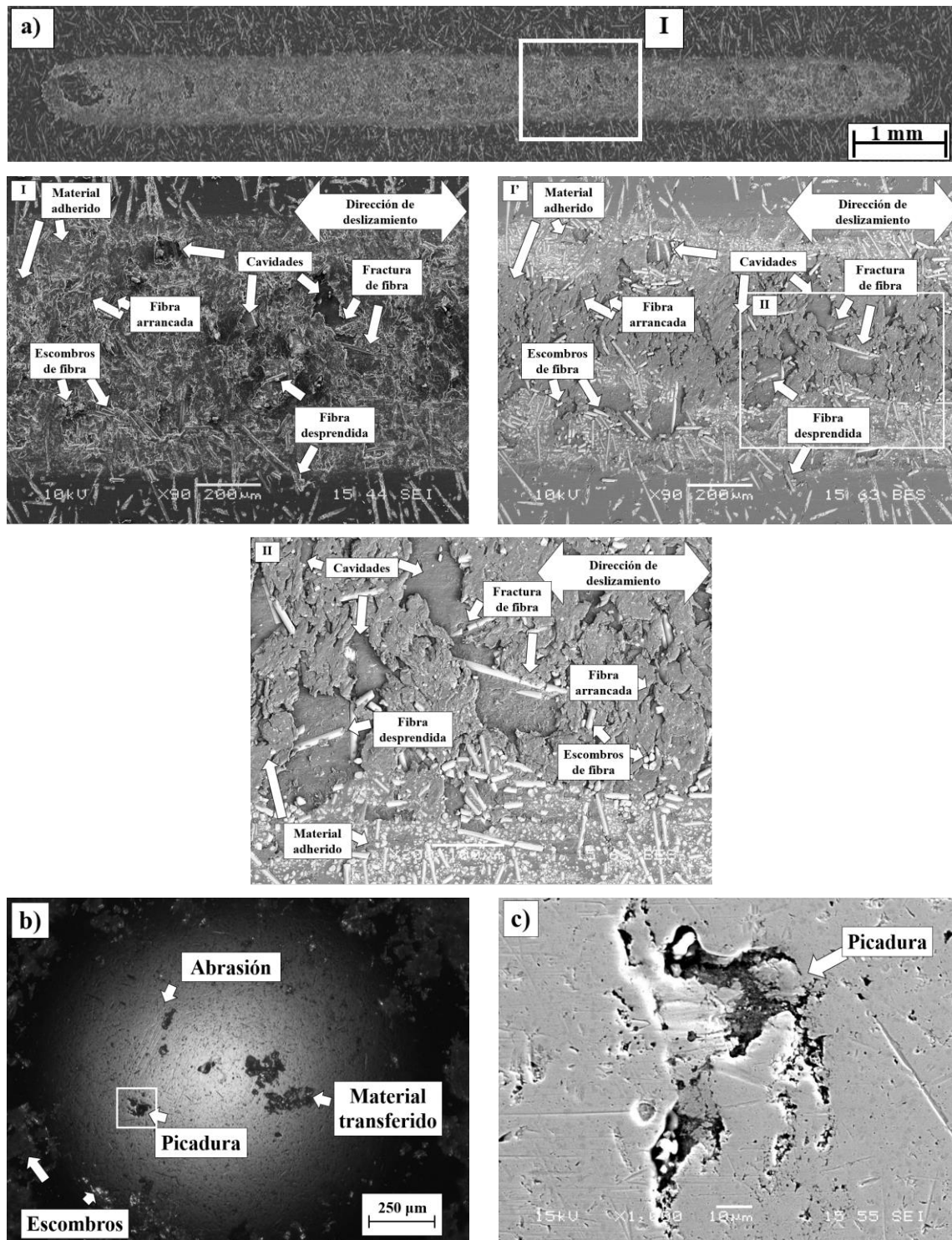


Figura 3.6 Par tribológico de la mezcla PA-10%: a) huella de desgaste y mecanismos de desgaste, b) y c) mecanismos de desgaste en la contraparte de acero.

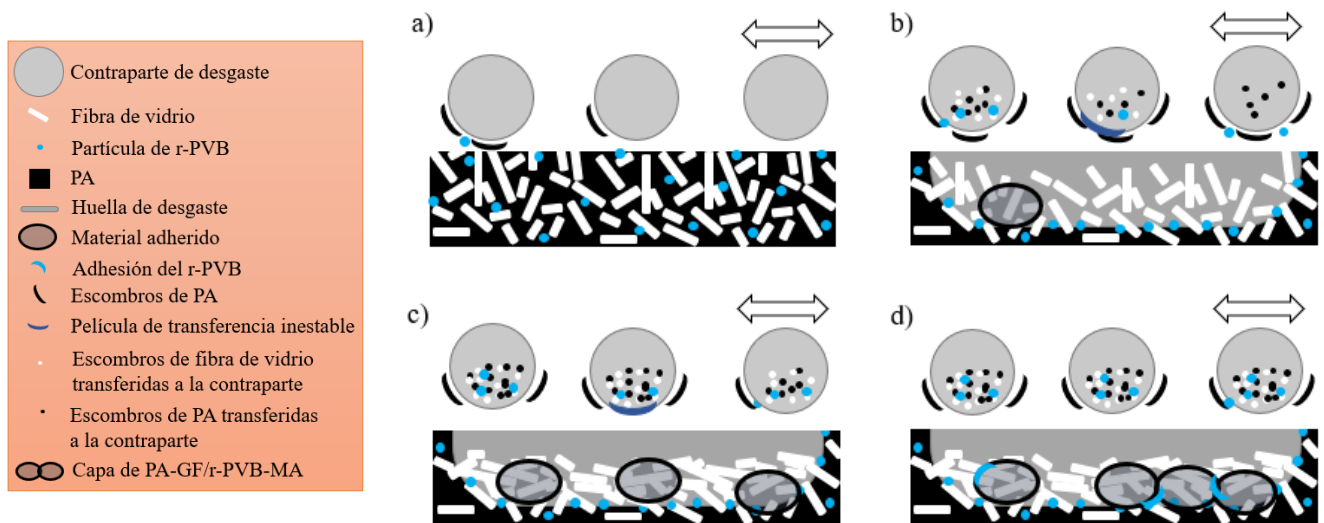


Figura 3.7 Representación de los mecanismos de desgaste en la mezcla PA-10%.

En la mezcla PA-15%, el periodo de ejecución corto presentó valores del CoF entre 0.14 y 0.18. El comportamiento del CoF (ver Figura 3.3) fue creciente, relacionado con el desprendimiento del PA-GF/r-PVB-MA y la generación de cavidades. En la distancia relativa de 180 m, el CoF mostró un comportamiento estable, con un valor de ~ 0.30 . El comportamiento del CoF se relacionó con los mecanismos de cavidades, material adherido, fibra desprendida, fibra arrancada y escombros de fibra (ver Figura 3.8 a)). La Figura 3.9 representa el desarrollo de los mecanismos de desgaste durante el deslizamiento del par tribológico. Al inicio del contacto mecánico, el movimiento relativo de la contraparte desprendió la PA y el r-PVB (ver Figura 3.9 a)), extendió el r-PVB en la superficie de la huella, y aglomeró el r-PVB sobre las fibras de vidrio expuestas al contacto mecánico. Conforme a lo anterior, el comportamiento del r-PVB es semejante a un lubricante sólido (Li y cols. 2013). En comparación con la mezcla PA-10%, un diámetro mayor de las partículas $\sim 1.08 \mu\text{m}$ y una menor distancia entre los bordes de las partículas $\sim 0.47 \mu\text{m}$, cubrieron en mayor medida la superficie de la huella con r-PVB y se aglomeraron sobre las fibras de vidrio (ver Figura 3.9 b)). Posteriormente, el movimiento continuo de la contraparte fracturó, desprendió y arrancó las fibras expuestas, produciendo escombros de fibra. El desprendimiento del PA-GF/r-PVB-MA se adhirió en la huella de desgaste (ver Figura 3.9 c)) y embebió los escombros de fibra, generando una capa protectora y lubricante de PA-GF/r-PVB-MA en la huella de desgaste. La Figura 3.9 d) muestra la adhesión entre la huella



de desgaste y el PA-GF/r-PVB-MA, debido a la expansión del r-PVB en la superficie. En consecuencia, la fractura de fibras y los escombros de fibra expuestos disminuyeron en comparación con la mezcla PA-10% (ver Figura 3.6 a) y Figura 3.8 a)). Así mismo, el desprendimiento de la película de transferencia inestable también estuvo presente en la mezcla PA-15%, aunque fue ligeramente menor en comparación con la mezcla PA-10%. Este comportamiento estuvo asociado con la adhesión del r-PVB y con la reducción de los escombros de fibra de vidrio, disminuyendo el efecto abrasivo de las fibras sobre la contraparte metálica, ver Figura 3.6 b), c) y ver Figuras 3.8 b), c) (Byett y Allen 1992).

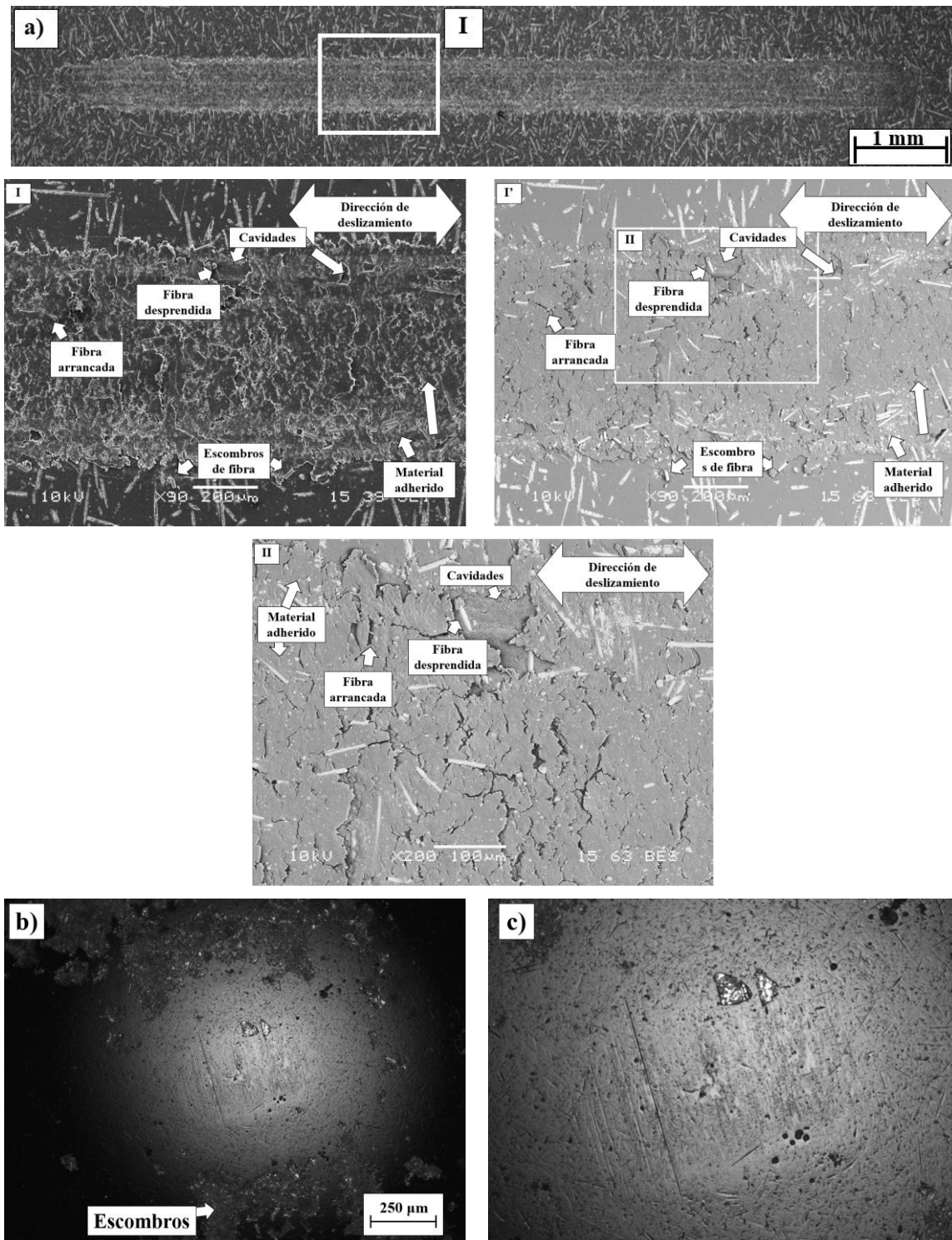


Figura 3.8 Par tribológico de la mezcla PA-15%: a) huella de desgaste y mecanismos de desgaste, b) y c) mecanismos de desgaste en la contraparte de acero.

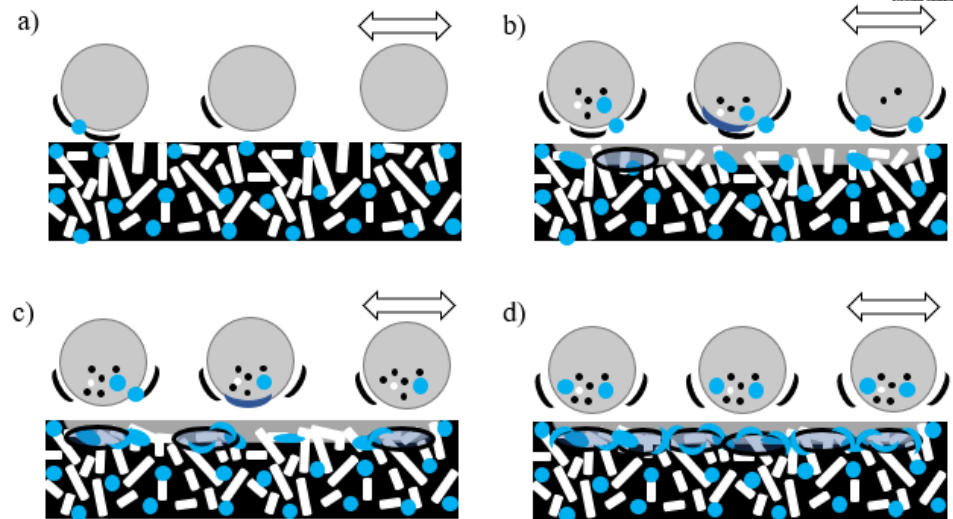
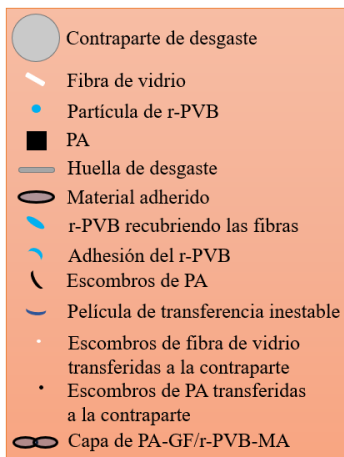


Figura 3.9 Representación de los mecanismos de desgaste en la mezcla PA-15%.

La película de transferencia en la contraparte de acero de las mezclas PA-10% y PA-15% se analizó mediante espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas en inglés), para determinar sus grupos químicos (ver Figura 3.10). En ambas mezclas, se identificaron los grupos característicos de la PA: el grupo amida N-H, los grupos metileno CH₂, el grupo amida I C=O, y el grupo amida II N-H. De igual manera, se detectaron los grupos característicos del r-PVB: los grupos alifáticos CH, CH₂, el anillo butiral C-O-C, y los grupos acetal C-O (Valera y Demarquette 2008; Wei y cols. 2020).

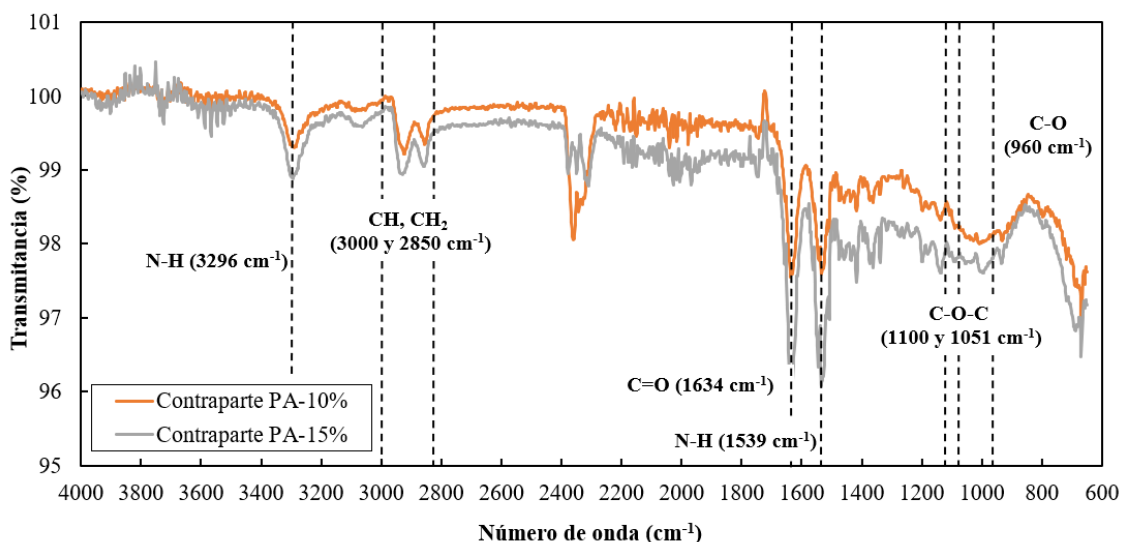


Figura 3.10 Espectros FTIR del material transferido de las mezclas PA-10% y PA-15% hacia la contraparte de acero.



En la mezcla PA-20%, el periodo de ejecución corto presentó valores del CoF entre 0.11 y 0.14. El comportamiento del CoF (ver Figura 3.3) fue creciente, atribuido al desprendimiento del PA-GF/r-PVB-MA. En la distancia relativa de 180 m, el CoF mostró un comportamiento estable, con un valor de ~ 0.27 . El comportamiento del CoF se relacionó con los mecanismos de cavidades, material adherido, fibra desprendida, fibra arrancada y escombros de fibra (ver Figura 3.11 a)). La Figura 3.12 representa el desarrollo de los mecanismos de desgaste durante el deslizamiento del par tribológico de la mezcla PA-20%, siendo semejante a la mezcla PA-15%. En la mezcla PA-20%, el movimiento relativo de la contraparte extendió las partículas de r-PVB (diámetro de las partículas $\sim 1.31 \mu\text{m}$ y distancia entre los bordes de las partículas $\sim 0.40 \mu\text{m}$). Cabe resaltar que, las partículas tienen un mayor diámetro y una menor distancia entre ellas, en comparación con las mezclas PA-10% y PA-15%. En consecuencia, el r-PVB cubrió la superficie de la huella y se aglomeró sobre las fibras de vidrio. El PA-GF/r-PVB-MA desprendido se adhirió en la huella de desgaste y embebió la totalidad de los escombros de fibra, generando una capa de PA-GF/r-PVB-MA que protegió y lubricó la huella. En comparación con las mezclas PA-10% y PA-15%, la fractura de fibras y la generación de escombros de fibra disminuyeron (ver Figura 3.6 a), Figura 3.8 a) y Figura 3.11 a)). Así mismo, la película de transferencia inestable en la contraparte de acero se desprende constantemente, debido a la mayor concentración de r-PVB en la mezcla. Por otro lado, el efecto abrasivo de las fibras sobre la contraparte metálica se reduce debido a la disminución de los escombros de fibra de vidrio, ver Figuras 3.10 b), c) (Li y cols. 2013; Byett y Allen 1992).

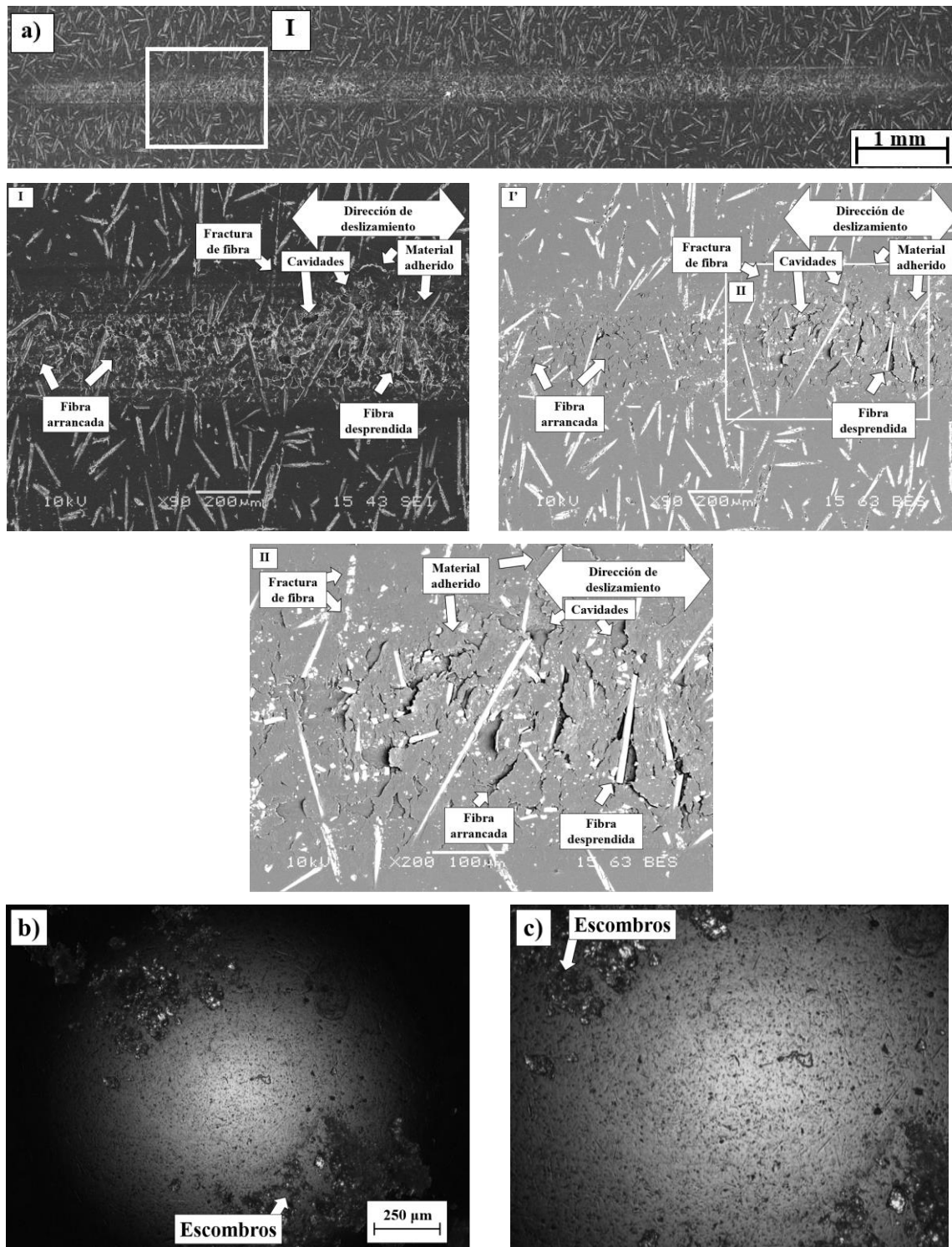


Figura 3.11 Par tribológico de la mezcla PA-20%: a) huella de desgaste y mecanismos de desgaste, b) y c) mecanismos de desgaste en la contraparte de acero.

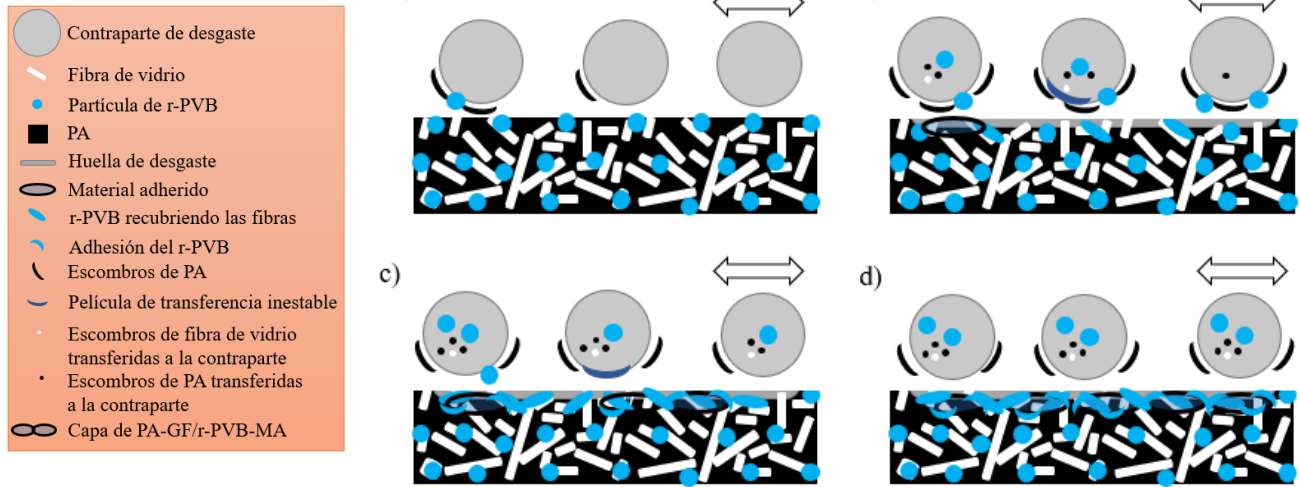


Figura 3.12 Representación de los mecanismos de desgaste en la mezcla PA-20%

Los resultados promedio del CoF en las distancias entre 180 m y 200 m, para todas las condiciones experimentales, se enlistan en la Tabla 3.3. Particularmente, la mezcla PA-20% disminuyó el CoF en un 27.22%, en comparación con la mezcla PA-0%. El resultado es semejante a lo reportado por Li y cols. (2013) para una mezcla de PA-GF y politetrafluoroetileno (PTFE); el 20% en peso de PTFE redujo en un 30% el CoF de una PA-GF.

Tabla 3.3 Valores promedio del CoF de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA

Mezclas	CoF	Disminución del CoF con respecto a la mezcla PA-0% [%]
PA-0%	0.371 ± 0.001	---
PA-10%	0.371 ± 0.001	0
PA-15%	0.299 ± 0.001	19.407
PA-20%	0.270 ± 0.002	27.223

3.2.2 Perfiles de profundidad, volúmenes perdidos y tasas de desgaste

En la Figura 3.13 se observan las huellas de desgaste en las mezclas PA-GF/r-PVB-MA. La mezcla PA-10% (ver Figura 3.13 b)) obtuvo el mayor volumen removido, mientras que la mezcla PA-20% (ver Figura 3.13 d)) presentó la menor profundidad de huella.

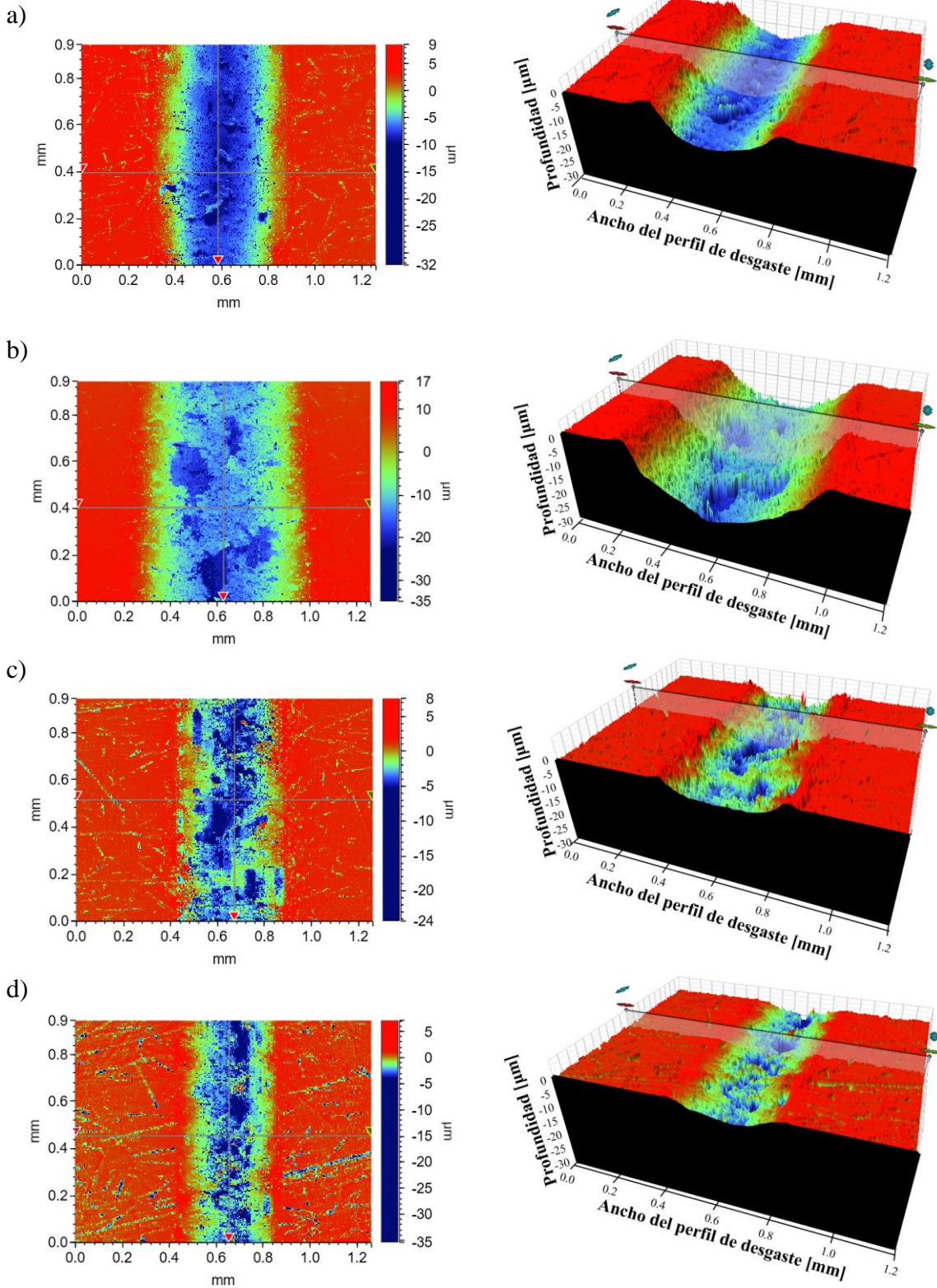


Figura 3.13 Imágenes de las profundidades de las huellas de desgaste en las mezclas poliméricas: a) PA-0%, b) PA-10%, c) PA-15%, d) PA-20%.

Las secciones transversales de los perfiles de profundidad, de todo el conjunto experimental, se observan en la Figura 3.14.

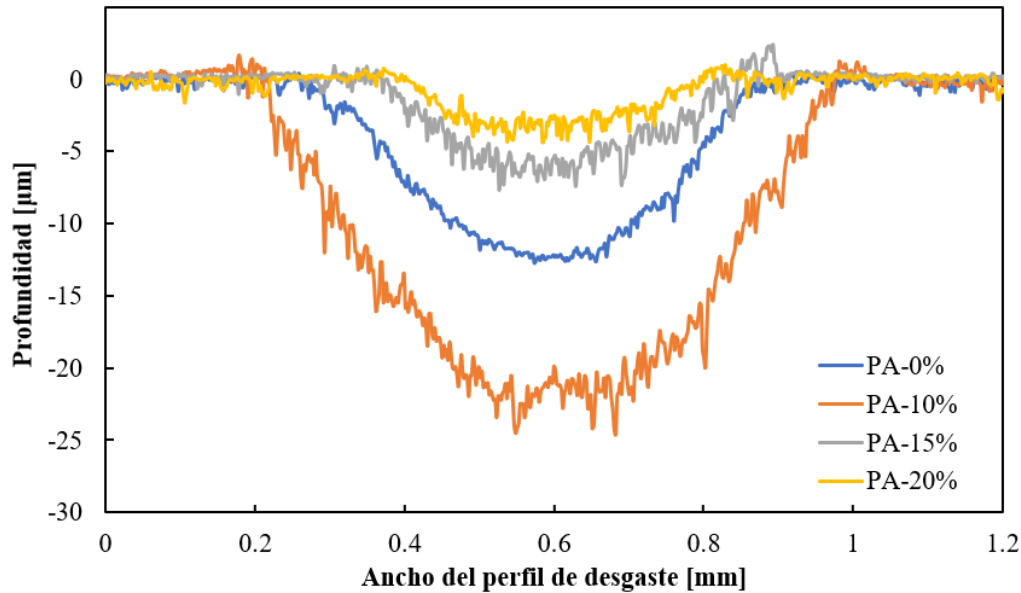


Figura 3.14 Profundidades de desgaste en las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA.

Los valores del volumen perdido y de la tasa de desgaste de las diferentes mezclas poliméricas se enlistan en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4 Volumen perdido, tasa de desgaste y coeficiente de fricción de las mezclas poliméricas PA-GF/r-PVB-MA

Mezclas	Volumen perdido [$\times 10^{-2} \text{ mm}^3$]	Tasa de desgaste [$\times 10^{-5} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$]
PA-0%	2.400 ± 0.100	1.200 ± 0.050
PA-10%	4.400 ± 0.264	2.200 ± 0.132
PA-15%	1.333 ± 0.057	0.667 ± 0.028
PA-20%	0.733 ± 0.057	0.366 ± 0.028

La tasa de desgaste estimada para la mezcla PA-10%, fue ~ 1.8 veces mayor que la tasa de desgaste de la mezcla PA-0%. Este comportamiento fue atribuido a la morfología de la mezcla PA-10%; el r-PVB se extendió parcialmente sobre la huella y no recubrió las fibras de vidrio. En consecuencia, predominó el desprendimiento del PA-GF/r-PVB-MA y los



mecanismos de fractura de fibra, escombros de fibra y cavidades, propiciando el continuo desprendimiento del PA-GF/r-PVB-MA e incrementando el volumen perdido de material.

La tasa de desgaste estimada para las mezclas PA-15% y PA-20% fue de ~ 1.8 y ~ 3.3 veces menor que la tasa de desgaste de la mezcla PA-0%, respectivamente. En ambos casos, el r-PVB se extendió sobre la huella, recubrió las fibras de vidrio, y evitó la fractura de la fibra y la generación de escombros. Los anterior se relacionó con los diámetros mayores de las partículas de r-PVB y con una distancia menor entre partículas comparado con las partículas de r-PVB en la mezcla PA-10%. Igualmente, el PA-GF/r-PVB-MA desprendido se adhirió a la huella de desgaste, embebió los escombros de fibra y produjo una capa protectora y lubricante sobre la huella de desgaste, reduciendo el volumen perdido de material. Este comportamiento es asociado con el efecto del r-PVB como lubricante sólido.



Referencias

Byett J H, Allen C (1992) Dry sliding wear behaviour of polyamide 66 and polycarbonate composites. *Tribol Int* 25:237–246. [https://doi.org/10.1016/0301-679X\(92\)90061-Q](https://doi.org/10.1016/0301-679X(92)90061-Q)

Carmona-Cervantes I A, Paredes-Mogica E A, López-Cabrera H R, Figueroa-López U, Vieyra-Ruíz H, Guevara-Morales A (2022) Tribological behavior of glass fiber reinforced polyamide (PA-GF) and recycled polyvinyl butyral (r-PVB) blends. *Mater Lett*. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.132261>

Li D, You Y, Deng X, Li W, Xie Y (2013) Tribological properties of solid lubricants filled glass fiber reinforced polyamide 6 composites. *Mater Des* 46:809–815. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.011>

Srinath G, Gnanamoorthy R (2005) Effect of short fibre reinforcement on the friction and wear behaviour of Nylon 66. *Appl Compos Mater* 12:369–383. <https://doi.org/10.1007/s10443-005-5824-6>

Valera T S, Demarquette N R, (2008) Polymer toughening using residue of recycled windshields: PVB film as impact modifier. *Eur Polym J* 44:755–768. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2007.12.012>

Wei Z, Wang R, Wang J, Yang Y, Liu Y, Wang W, Cao Y (2020) Highly toughened PA6 using residue of plasticized PVB film via two-step reactive melt blending. *Polymer*. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2019.122052>

Wei Z, Wang R, Zhang C, Wang J, Yang Y, Wang W, Cao Y (2021) Preparation and characterization of super-toughened PA6/r-PVB blends with “transplanted” multicore morphology by reactive compatibilization. *Eur Polym J*. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2020.110173>

Zanjanijam A R, Hakim S, Azizi H (2018) Rheological, mechanical and thermal properties of the PA/PVB blends and their nanocomposites: Structure-property relationships. *Polym Test* 66:48–63. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.01.006>



Conclusiones

En el presente trabajo se obtuvieron nuevos resultados del comportamiento al desgaste y los mecanismos de desgaste en las mezclas PA-GF/r-PVB-MA, haciendo uso de la técnica de desgaste recíproca lineal utilizando una contraparte de acero.

Los resultados de la resistencia al desgaste de las mezclas PA-15% y PA-20% demostraron un incremento de ~ 1.8 y ~ 3.3 veces, respectivamente, en comparación con la mezcla PA-0%. El incremento de la resistencia al desgaste de las mezclas PA-15% y PA-20% fue atribuido al r-PVB que recubrió y se aglomeró sobre la huella de desgaste, evitando la fractura y la generación de escombros de las fibras de vidrio. Así mismo, las mezclas PA-15% y PA-20% desarrollaron una capa protectora y lubricante sobre la huella de desgaste, que disminuyó el volumen perdido de las mezclas. Lo anterior, se relacionó con los diámetros mayores de las partículas de r-PVB ($\sim 1.08 \mu\text{m}$ y $\sim 1.31 \mu\text{m}$) y con una distancia menor entre los bordes de las partículas ($\sim 0.47 \mu\text{m}$ y $\sim 0.40 \mu\text{m}$) comparado con la mezcla PA-10%.

Por otro lado, la mezcla PA-10% presentó la mayor cantidad de volumen perdido atribuido al recubrimiento parcial de r-PVB sobre la huella de desgaste. Las fibras de vidrio se fracturaron, se desprendieron, se arrancaron, y, por lo tanto, se generaron escombros de fibra. En consecuencia, el PA-GF/r-PVB-MA se desprendió de la huella de desgaste, y la película de transferencia inestable se removió de la contraparte de acero.

En general, los mecanismos de desgaste en las mezclas PA-0%, PA-10%, PA-15% y PA-20% fueron: cavidades, material adherido, fibra arrancada, fibra desprendida, fractura de fibra y escombros de fibra.

De acuerdo con los resultados, el r-PVB tiene el potencial de ser aplicado como lubricante sólido en los componentes del motor de los automóviles que son sometidos a desgaste (por ejemplo, en las jaulas de rodamientos manufacturadas de PA-GF). Por lo tanto, se podría fomentar el reciclaje del r-PVB e insertarlo en la manufactura de otros productos poliméricos.



Perspectivas de trabajo

1. Desarrollar mapas de desgaste de las mezclas PA-GF/r-PVB-MA, mediante ensayos de desgaste recíprocante lineal y perno sobre disco utilizando una contraparte de acero, con la finalidad de estimar la resistencia al desgaste de las mezclas poliméricas en función de la carga aplicada, la velocidad de deslizamiento, y la distancia relativa de desgaste.
2. Identificar el efecto de los diferentes diámetros de las partículas y la distancia entre partículas de r-PVB para la mezcla PA-20%, realizando ensayos de desgaste recíprocante lineal o perno sobre disco utilizando una contraparte de acero, para determinar la influencia de la morfología de la mezcla en la resistencia al desgaste.
3. Evaluar el efecto de las diferentes concentraciones de MA en las propiedades mecánicas y en la resistencia al desgaste de la mezcla PA-20%, mediante los ensayos de tensión, y desgaste recíprocante lineal o perno sobre disco, utilizando una contraparte de acero, para determinar los comportamientos del módulo de Young, el esfuerzo de cedencia, el CoF, y la tasa de desgaste.
4. Estudiar el efecto de la adición de nanopartículas (nanoarcillas) mediante los ensayos de tensión y de desgaste recíprocante lineal o perno sobre disco, utilizando una contraparte de acero, para estimar el comportamiento de las propiedades mecánicas y la resistencia al desgaste de las mezclas PA-GF/r-PVB-MA.