

Fabricación y caracterización del granito epoxi para su uso en máquinas herramientas

Martín Méndez¹, Luisa Fernández Albanesi² y María Laura Grasso²

¹Facultad de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales, Universidad Nacional de Córdoba, Córdoba, Argentina

²Dpto. Físicoquímica de Materiales, GIA, Centro Atómico Bariloche, CNEA, CONICET, Bariloche, Río Negro, Argentina

Fecha de recepción del manuscrito: 08/07/2020

Fecha de aceptación del manuscrito: 30/10/2020

Fecha de publicación: 31/10/2020

Resumen— Los materiales compuestos han sido estudiados para su uso en la elaboración de bancadas de máquinas herramientas de precisión. Uno de estos materiales se denomina **granito epoxi** y consiste en un compuesto de una matriz epoxi y un elemento de refuerzo de polvo de granito. En este trabajo se desarrolla la preparación del material compuesto **granito epoxi** utilizando elementos de refuerzo de diferente granulometría. Se detalla la fabricación de diferentes tipos de probetas y se realiza la caracterización estructural, microestructural y química tanto del granito como del material compuesto mediante las técnicas microscopía electrónica de barrido, espectroscopia dispersiva en energía de rayos X y difracción de rayos X. La caracterización mecánica de las probetas se realiza mediante ensayos de compresión y flexión. De las probetas preparadas, los valores más altos de módulo elástico (7,94 GPa compresión, 2,78 GPa flexión), límite elástico (73,96 MPa compresión, 62,68 MPa flexión) y tensión máxima (82,29 MPa compresión, 68,09 MPa flexión) fueron obtenidos con la muestra de **granito epoxi** de composición 30% matriz - 70% refuerzo. Estos resultados convierten al material en promisorio para su aplicación en bancadas de máquinas de herramientas. Finalmente, se determinó el rango de granulometría óptima del granito, apta para su utilización como refuerzo.

Palabras clave— granito epoxi, material compuesto, material de refuerzo, compresión, flexión

Abstract— Composite materials has been studied for their use in the elaboration of precision machine tool bases. **Epoxy granite** is one of these composite materials with an epoxy matrix and a reinforcement of different-grain-size granite particles. The **epoxy granite** samples were characterized by scanning electron microscopy, energy dispersive X-ray spectroscopy, X-ray diffraction. The mechanical behaviour was studied by compression and flexion tests. The results indicate that the epoxy granite samples with a composition of 30% matrix and 70% reinforcement show the highest values of elastic modulus (7,94 GPa compression, 2,78 GPa flexion), yield strength (73,96 MPa compression, 62,68 MPa flexion) and maximum stress (82,29 MPa compression, 68,09 MPa flexion). The results obtained become **epoxy granite** as a promising material for the referred application. Finally, the size range of granite particles, suitable as reinforcement material, was determined.

Keywords— epoxy granite, composite material, reinforcement material, compression, flexion

INTRODUCCIÓN

Una máquina herramienta se caracteriza principalmente por su precisión, la cual depende de la calidad de los elementos que la componen. Uno de sus elementos principales es la bancada, la estructura donde se montan todos los demás componentes que conforman a la máquina, y la cual tiene una influencia notable en la calidad y acabado de las piezas mecanizadas.

Dentro de los materiales utilizados actualmente para la fabricación de bancadas se tiene a la fundición gris (fundición de hierro), la cual presenta una elevada resistencia a la compresión, alta conductividad térmica y fácil moldeo. Sin embargo, a pesar de ser el más utilizado, cuenta con un elevado coeficiente de dilatación térmica que perjudica a la estabilidad estática del material, generando

deflexiones no deseadas que ocasionan falta de precisión y tolerancia en el mecanizado. Sumado a lo anterior, el uso de este material tiene un elevado costo de inversión inicial. Otras alternativas utilizadas son las estructuras de acero soldadas, de granito puro y de hormigón. Sin embargo, presentan desventajas significativas que los hacen inadecuados para su uso en máquinas de precisión, por ejemplo, en las estructuras de acero soldadas existen mayores esfuerzos mecánicos y térmicos, y bajo coeficiente de amortiguamiento; y por otra parte, dificultad de mecanizado en las estructuras de granito puro y baja estabilidad dimensional con las estructuras de hormigón (Piratelli-Filho y Levy-Neto, 2010).

Por otro lado, toda máquina herramienta moderna de alta precisión funciona mediante un control numérico computarizado (CNC), realizando un mecanizado de alta velocidad (MAV), el cual trae aparejados aumentos en la velocidad de corte, aceleraciones y desaceleraciones en los sistemas mecánicos (Espinoza Bustos, 2009).

Por lo expuesto anteriormente, se puede concluir que todo material que reemplace a los convencionales debe mejorar la resistencia mecánica, el amortiguamiento de vibraciones y la estabilidad dimensional, superando la rigidez estática y dinámica de los materiales actuales, para proporcionar una mayor precisión. Según diversas investigaciones, el material compuesto de matriz epoxi reforzado con partículas de granito muestra potencial para optimizar la estructura de las bancadas, con facilidad de moldeado de elementos de paredes delgadas y uso de insertos (Ramos et al., 2014) (Lovo et al., 2018), logrando crear estructuras de geometría compleja. Este material, presenta elevados valores de resistencia mecánica, térmica y química, y buena estabilidad dimensional (Rama y Rai, 2009). Además, posee una elevada capacidad para amortiguar vibraciones y alta resistencia mecánica por unidad de peso (Piratelli-Filho y Levy-Neto, 2010). A modo de ejemplo, este material es ampliamente utilizado a nivel industrial en la fabricación de bancadas de máquinas herramientas en empresas como *Studer* en Suiza; *CMS SpA* en Estados Unidos, *ElbShliff Werkzeugmaschinen* en Alemania e *Industrias Romi* en Brasil, por mencionar algunas.

El presente trabajo tiene como objetivo el estudio del material compuesto granito epoxi, para su posible aplicación en la fabricación de elementos estructurales en máquinas herramientas.

Se llevó a cabo la fabricación del material compuesto granito epoxi a escala de laboratorio y sus propiedades estructurales, microestructurales y mecánicas fueron caracterizadas mediante las siguientes técnicas: microscopía electrónica de barrido (*scanning electron microscopy*, SEM), espectroscopia dispersiva en energía de rayos X (*energy dispersive X-ray spectroscopy*, XEDS), difracción de rayos X (*X-ray diffraction*, XRD), isotermias de adsorción para la determinación del área superficial, análisis de viscosidad, determinación de la densidad, y ensayos de compresión y flexión.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Materiales

La resina epoxi utilizada fue “YD-128” (derivado del Bisfenol A) y el endurecedor empleado fue “EPAMINE PC11” (basado en una amina cicloalifática). Con los valores informados por el fabricante respecto a las densidades y fracciones en volumen, del epoxi y el endurecedor (Tabla 1), se determinó la densidad del preparado epoxi-endurecedor, obteniendo un valor de 1097,62 kg/m³ para una composición en volumen de 59 % epoxi y 41 % endurecedor. Luego, se calcularon los porcentajes en peso para el epoxi y el endurecedor obteniendo los valores 62 % y 38 %, respectivamente.

El granito utilizado proviene de residuos industriales triturados (graníticos para obras civiles) en fragmentos con una longitud máxima de ~40 mm. La densidad del granito, fue calculada dividiendo su masa (determinada con una balanza analítica “Sartorius ED Series Extend - ED224S”), entre su volumen estimado con el método de nivel, fundamentado en el principio de Arquímedes (Hughes, 2005), obteniendo un valor de 2626 kg/m³.

Como agente desmoldante se utilizó alcohol polivinílico (Polyvinyl Alcohol, PVA). La aplicación de este agente se llevó a cabo unos 15 minutos antes de verter el material dentro de los moldes.

TABLA 1: PROPIEDADES DE LOS COMPONENTES DEL PREPARADO EPOXI-ENDURECEDOR.

Componente	Nombre comercial	Densidad [kg/m ³]	Porcentaje en volumen [%]
Resina epoxi	YD-128	1170,26	59
Endurecedor	EPAMINE PC11	994,73	41

Molienda, tamizado y secado

El granito fue triturado mediante molienda mecánica empleando un molino de bolas “UNI-BALL-MILL-II”. En cada etapa de molienda, la relación entre masa de bolas (diez bolas de acero inoxidable con un peso y diámetro promedio de 66,3 g y 25 mm cada una, respectivamente) y masa de granito, fue de 10 a 1. La velocidad y el tiempo de molienda fueron de 450 rpm y 1 h, respectivamente. Luego de la molienda, se utilizó un equipo vibrador digital para tamices normalizados “ZONYTEST - LR 2006”. Se obtuvieron **partículas pequeñas** con un tamaño menor a 88 µm, y **partículas grandes** con un tamaño entre 88 µm y 149 µm. Finalmente, se realizó un secado mediante calentamiento en horno eléctrico a 100 °C durante 2 h para evaporar la humedad que pudiese contener la muestra, y evitar cualquier efecto negativo que la humedad pudiese tener sobre la interfase de unión entre el elemento matriz y elemento refuerzo. Este proceso también fue realizado por otros autores (Ramakrishna et al., 2005). Luego, las partículas fueron almacenadas en un desecador de laboratorio para reducir el contacto del material molido con la humedad del aire.

Proporciones en peso

En la Tabla 2 se detallan las composiciones de las nueve muestras preparadas, y con las cuales se realizaron los ensayos experimentales. Estas composiciones se obtienen variando los porcentajes en peso del elemento matriz (preparado epoxi-endurecedor) y del elemento refuerzo (preparado de partículas de granito), cambiando además, en este último los porcentajes en peso de partículas pequeñas y partículas grandes.

TABLA 2: CARACTERÍSTICAS DE LAS MUESTRAS ESTUDIADAS.

Identificación	Porcentaje en peso [%]									
	40-001	40-002	40-003	40-004	40-008	40-005	40-006	40-007	40-009	
Material compuesto	Elemento matriz	80	50	30	50	50	20	100	0	0
	Elemento refuerzo	20	50	70	50	50	80	0	100	100
Elemento refuerzo	Partículas pequeñas	50	50	50	30	70	75	0	100	0
	Partículas grandes	50	50	50	70	30	25	0	0	100

Diseño y fabricación de moldes

Los moldes para ensayo de compresión fueron fabricados de policloruro de vinilo (*polyvinyl chloride*, PVC), con un diámetro interno de 13 mm y largo de 26 mm, con una relación entre los valores de longitud y diámetro de 2 a 1. Luego, fueron pegados por uno de los extremos, con pegamento de cianoacrilato, a una placa rectangular de vidrio. En cambio, los moldes para ensayo de flexión fueron fabricados de poliuretano termoplástico (*thermoplastic polyurethane*, TPU), mediante impresión 3D, con un espesor de 3 mm, ancho de 12,7 mm y longitud de 127 mm. Las dimensiones de las probetas, para cada uno de los ensayos, se determinaron según las sugerencias dadas por las normas (ASTM International, 2003) (ASTM International, 2015).

Mezclado y desgasado

Para contrarrestar al máximo la incorporación de aire a la mezcla, se realizó un desgasado de la misma. Para ello, se mezcló el material compuesto con un eje mezclador de paletas planas, para que arrastre el material y minimice la incorporación de aire. Luego de 3 min de mezclado, se aplicó vacío al recipiente removiendo el aire en el preparado.

Secuencia de fabricación

En primer lugar, se pesaron las cantidades de masa de partículas incorporadas a la mezcla, con balanza analítica, con una precisión de 1 mg. Después, en dos lotes se prepararon mezclas de granito epoxi, respetando las proporciones en peso especificadas, uno de ellos sólo con partículas pequeñas y otro sólo con partículas grandes. El mezclado de cada lote se llevó a cabo durante 3 min, la primera mitad del tiempo con una velocidad de rotación baja (~200 rpm) y la segunda mitad con una velocidad de rotación alta (~1000 rpm). Luego, se introdujeron dentro de la cámara de vacío y se los sometió a una presión de vacío de 0,09 MPa durante 12 min. Finalizado el proceso de mezclado y desgasado de los dos lotes, éstos fueron unificados, para luego, realizar nuevamente el proceso de mezclado y desgasado descrito. El material finalmente se vertió en los moldes, y se los sometió a vibración ultrasónica (“Lavador - sonicador ultrasónico - TESLAB”) durante 15 min, para una desgasificación total del material. Posteriormente, las probetas se dejaron curar a temperatura ambiente y presión atmosférica durante 24 h. Seguidamente, se desmoldaron y se realizó un post-curado del material a 60 °C durante 4 h, para acelerar el proceso de curado (Piratelli-Filho y Shimabukuro, 2008). Por último, las probetas se dejaron curar durante 7 días, a temperatura ambiente y en bolsas poliméricas herméticas con esferas de gel de sílice para absorber la humedad remanente.

Análisis de viscosidad de resina epoxi pura

En cuatro tubos de ensayo con una cierta cantidad de resina epoxi se adicionaron determinadas cantidades de partículas de granito, para luego medir el tiempo de decantación de las mismas. Este valor fue complementado con el cálculo de velocidad límite de las partículas definido según la ec.(1).

$$v = (2/9) \cdot g \cdot r^2 \cdot (\rho_2 - \rho_1) / \eta \quad (1)$$

donde r y ρ_2 son el radio y densidad de una esfera sólida (densidad del granito), g es la aceleración de la gravedad, v es la velocidad con que dichas esferas caen verticalmente en un fluido viscoso incompresible infinito de densidad ρ_1 (densidad del epoxi) y viscosidad η . Entonces, se consideró el radio de cada esfera, como la mitad del tamaño de cada partícula y la viscosidad de la resina epoxi reportada por el fabricante, obteniendo un valor de 12,5 Pa·s.

DRX, SEM-EDS: Análisis estructural y microestructural

La caracterización de la estructura y microestructura de las muestras se realizó utilizando XRD (Difratómetro de rayos X “Bruker D8 Advance”, radiación de Cu, $\lambda=1.5415 \text{ \AA}$ y ventana de 12 mm de “Kapton”) y SEM-XEDS (Microscopio electrónico de barrido “ZEISS - Crossbeam 340”).

La rutina de medición de XRD fue en el rango 2θ de 10° a 60° , con un tiempo de 1 s por paso y un paso de medición de $0,02^\circ$.

Área superficial

La determinación del área superficial del elemento de refuerzo, se realizó basándose en la teoría BET (Brunauer, Emmett y Teller) y las mediciones se realizaron en el equipo “ASAP 2020 - Micrometrics” (Sing et al., 1985).

Ensayos mecánicos

Para la realización de los ensayos mecánicos de compresión y flexión se siguieron las indicaciones de las normas (ASTM International, 2003) (ASTM International, 2013) (ASTM International, 2015). Estas normas no son específicas para el granito epoxi, sin embargo, han sido utilizadas en otras investigaciones sobre este material (Ramakrishna et al., 2005) (Ramakrishna et al., 2007) (Rama y Rai, 2009) (SubrahmanyaSwamy et al., 2014) (Lovo et al., 2018). Como referencia, los resultados reportados por otros autores se muestran en la Tabla 3. Dichos ensayos, se llevaron a cabo en una máquina “INSTRON - 5567 STANDARD”.

TABLA 3: VALORES COMPARATIVOS DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS OBTENIDAS POR OTROS AUTORES (RAMAKRISHNA ET AL., 2005).

Ensayo	E [GPa]	σ [MPa]	Observaciones
Compresión	4,192	85,39	Composición similar a muestra 40-003
Flexión	3,483	62,53	Composición similar a muestra 40-003

Para reducir al máximo las variables de procesamiento en los ensayos, se acondicionaron las probetas, puliendo cada una de ellas, de tal forma de asegurar que sus caras fueran planas. Para cada ensayo de compresión se llevó un registro de dimensiones para cada probeta, tomando repetidas mediciones de diámetro y de longitud; y para cada ensayo de flexión se tomaron medidas de espesor, de ancho y de longitud para cada probeta. Con estos datos, se calcularon los valores promedio y errores asociados, los cuales se utilizaron para determinar las propiedades mecánicas.

En el ensayo de compresión, se utilizó un extensómetro localizado sobre la probeta, para medir la deformación unitaria del material, siendo necesario mejorar la superficie en que la carga es aplicada mediante el uso de cabezales metálicos planos. Por otro lado, en el ensayo de flexión, se utilizó el desplazamiento vertical del travesaño de la máquina para medir la deformación unitaria del material y, para lograr una flexión de tres puntos, se utilizaron cabezales metálicos cilíndricos de dimensiones normalizadas. Finalmente, la calibración de los ensayos se realizó según norma y se utilizó un sensor de medición de temperatura y humedad relativa, para medir condiciones atmosféricas y comparar estos datos con los requerimientos de la norma.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Fabricación del granito epoxi

Si bien el proceso de mezclado a presión atmosférica remueve el aire, esta remoción en la mezcla no es completa, por lo que al aplicar el vacío, se genera un burbujeo excesivo (Fig.1a). Transcurridos unos minutos, la mezcla aparenta un aumento de su volumen debido al desgasado (Fig.1b). Luego, se observa una reducción del volumen acompañado de un burbujeo menos intenso (Fig.1c).

Completado el desgasado, se observa una mayor homogeneidad del material comparado con el material de partida (Fig.1d), en otras palabras, al tener cada lote una granulometría diferente y luego de que se realizara el proceso de mezclado y desgasado, se consiguen dos mezclas homogéneas, asegurando un buen mojado de cada una de las granulometrías, mejorando la interfaz entre elemento matriz y elemento refuerzo. Se debe tener en cuenta que las características de mojado, y en consecuencia sus propiedades mecánicas, dependen fuertemente de sus compatibilidades físicas y químicas, y es por ello que algunos autores utilizan un agente de acoplamiento, por ejemplo silano, para mejorar este aspecto (Ramakrishna et al., 2007).

Análisis de viscosidad de resina epoxi pura

Analizando los resultados obtenidos (Tabla 4), es posible deducir la rapidez de decantación de las partículas milimétricas. Una partícula de 1,99 mm tendría un tiempo de decantación de 1 s en 1 mm y, conociendo el tiempo de *potlife* (tiempo máximo de trabajo dado por el fabricante) de 40 min, toda partícula incorporada a la resina epoxi, para una probeta de longitud máxima 30 mm, se espera que decante en menos de 1 min. En cambio, para una partícula de tamaño máximo 148 μm el tiempo de decantación asciende a 179,9 s para la misma distancia, decantando finalmente en el fondo del molde en ~1,5 h. Sin embargo, esto no ocurre debido a la distribución homogénea de las partículas dentro del elemento matriz, y a la rapidez de curado del material polimérico.

Difracción de rayos X (XRD)

La Figura 2 muestra los patrones de difracción de rayos X, de las muestras 40-007 (100% refuerzo; 100% partículas pequeñas) y 40-005 (20% matriz - 80% refuerzo; 75% partículas pequeñas - 25% partículas grandes). Los datos fueron procesados y analizados con la base de datos

Highscore Plus (Highscore Plus, 2011), identificando las fases cristalinas presentes en cada muestra.

Primeramente, se analizó la muestra 40-007 del material de refuerzo (Fig.2a) identificando como fases principales: *aluminosilicato de sodio y calcio* (ICDD 00-018-1202), *hornblenda de magnesio* (ICDD 00-045-1371) y *cuarzo* (ICDD 01-02-0511). Luego, se caracterizó la muestra 40-005 compuesta por el elemento matriz y el elemento de refuerzo (Fig.2b). En ella se observa el efecto de la presencia de la fase amorfa del elemento matriz en $0^\circ \leq 2\theta \leq 30^\circ$ (caracterizada previamente), y nuevas fases cristalinas como *fluorosilicato de calcio y magnesio* (ICDD 00-027-0082), *aluminosilicato de sodio y hierro* (ICDD 01-083-4765) y *carbonato doble de hierro y magnesio* (ICDD 01-082-9279).

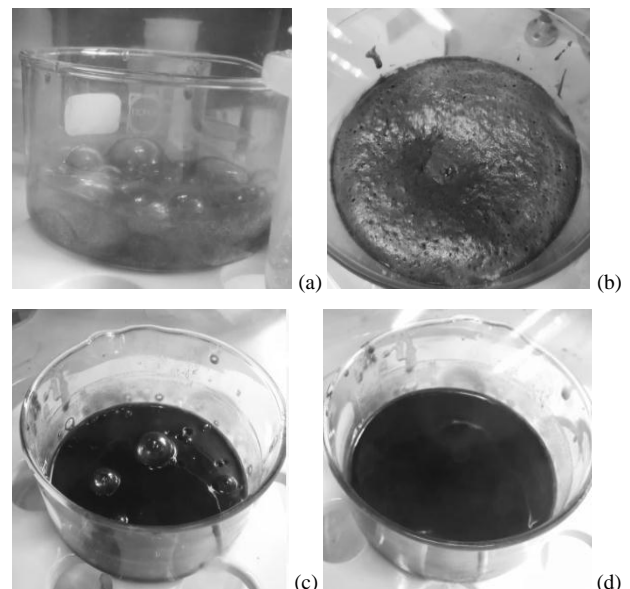


Fig. 1: Etapas registradas durante el desgasado.

TABLA 4: TIEMPOS DE DECANTACIÓN DE UNA PARTÍCULA DE GRANITO, INMERSA EN RESINA EPOXI PURA, Y VELOCIDADES DE DECANTACIÓN (O LÍMITE) DE UNA ESFERA DE GRANITO, INMERSA EN UN FLUIDO VISCOZO LAMINAR DE RESINA EPOXI PURA.

Tamaño de partícula [mm]	Tiempo de decantación [s]	Velocidad Límite [m/s]
~3,99	~30	$4,04 \cdot 10^{-3}$
~1,99	~150	$1,00 \cdot 10^{-3}$
~0,148	~7200	$5,56 \cdot 10^{-6}$

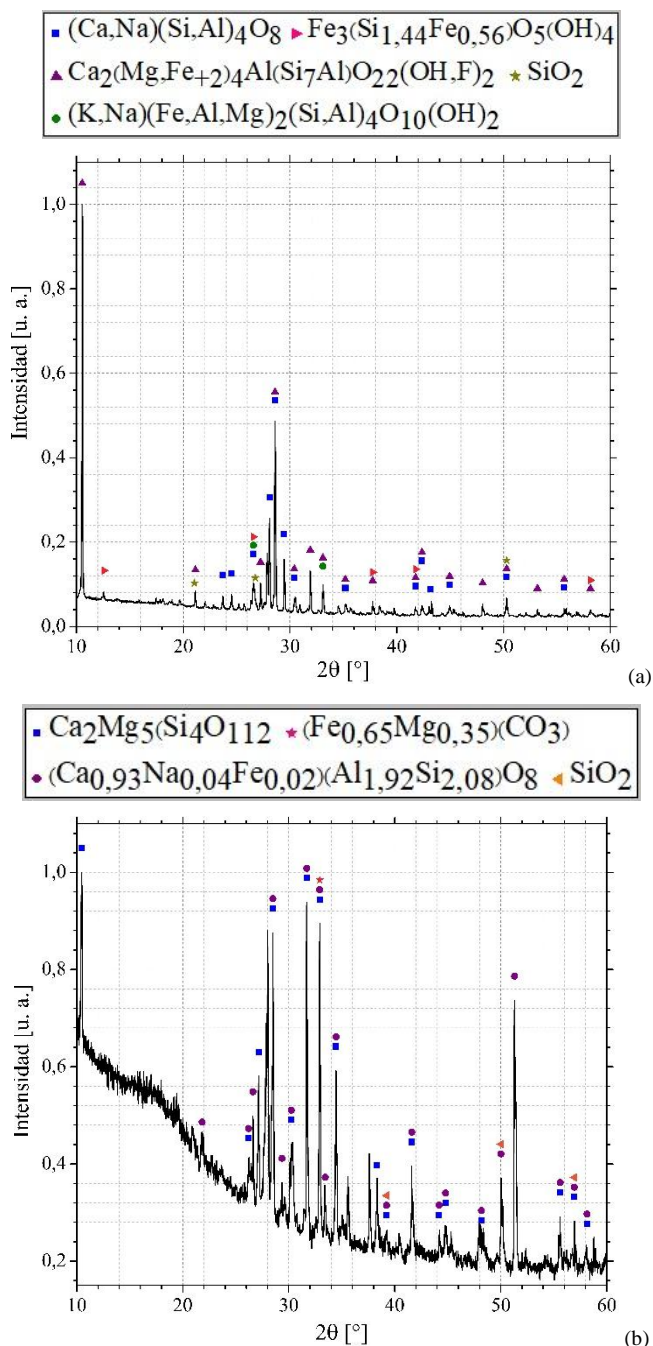


Fig. 2: Difractogramas de las muestras (a) 40-007 (100% refuerzo; 100% partículas pequeñas) y (b) 40-005 (20% matriz - 80% refuerzo; 75% partículas pequeñas - 25% partículas grandes).

SEM-XEDS

Las micrografías del elemento de refuerzo, luego del proceso de molienda mecánica, muestran geometrías muy variadas (Fig.3), alejándose de la forma ideal de una partícula esférica. Esta característica producirá grandes concentradores de tensiones en la zona cercana a los bordes agudos. También se distinguieron microfracturas en las partículas pequeñas de granito (Fig.3b), y no se detectó la presencia de poros, independientemente del tamaño de partícula.

Por otro lado, en la Figura 4 se muestra una micrografía del granito epoxy y los poros presentes en determinadas

zonas del elemento matriz. Al realizar el desgasado de la mezcla y el posterior vibrado ultrasónico, se obtuvieron muestras con un tamaño máximo de poros de $\sim 150 \mu m$ (Fig.4), aproximadamente del mismo orden de magnitud que las partículas grandes de granito y, en otros casos, con un tamaño máximo de $\sim 1 \mu m$.

Al analizar la microestructura del granito epoxy, se visualizan pocas grietas de corta longitud (Fig.5a) y, en general, se obtuvieron buenas características en la interfase de unión entre el elemento matriz y el elemento refuerzo (Fig.5b).

Luego, se observaron por microscopia algunas muestras después de los ensayos mecánicos. Las muestras sometidas a ensayo de compresión (Fig.6 a y b) presentaron un estiramiento del elemento matriz, el cual presenta un aspecto de ramificación (Fig.6a), tratando de mantener unidas las partículas de granito en su interior. También, se identificaron trayectorias y propagaciones de grietas: por ejemplo, en la Figura 6b, se observó que la grieta bordea a la partícula continuando con su recorrido. Al observar las muestras sometidas a ensayo de flexión (Fig.6 c y d), en la muestra 40-006 (100% matriz), se identificaron patrones de deformación plástica como cordones circulares, estos permiten almacenar una gran cantidad de energía de deformación (tenacidad) cuando se deforma el material. Esto último se evidenció en los ensayos, debido que esta composición fue la única que alcanzó la deformación práctica máxima ($\sim 6 \text{ mm}$ según norma (ASTM International, 2003)) antes de producirse la ruptura del material.

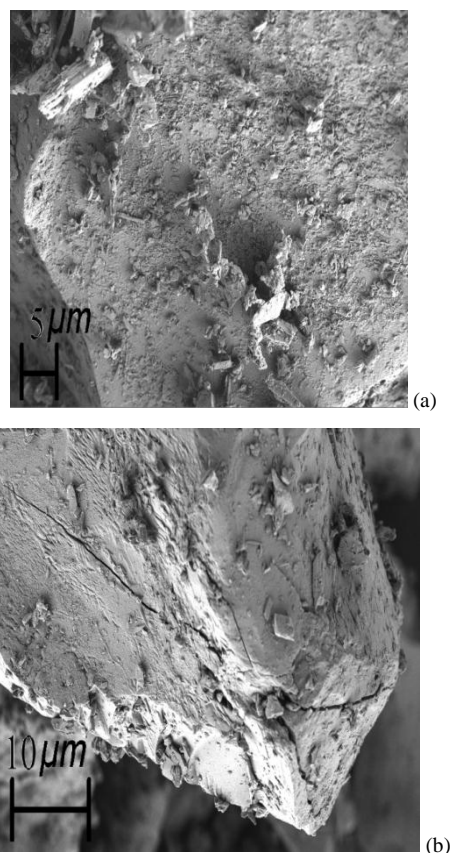


Fig. 3: Micrografías de muestras (a) 40-009 (100% refuerzo; 100% partículas grandes) y (b) 40-007 (100% refuerzo; 100% partículas pequeñas).

En la Figura 7 se muestra en detalle cada uno de los análisis elementales realizados en forma puntual como en mapa (técnica XEDS). Se determinó que los porcentajes en peso de los elementos químicos que forman la muestra 40-002 (50% matriz - 50% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes) son 54.11 % carbono, 26,65 % oxígeno y el restante 19,24 % (silicio, aluminio, calcio, hierro, magnesio, sodio y potasio). Estos resultados fueron similares a los obtenidos por Ramakrishna et al. (Ramakrishna et al., 2007). Además, al realizar un análisis de composición química de las muestras 40-006 (100% matriz) y 40-007 (100% refuerzo; 100% partículas pequeñas), se obtuvo que la muestra 40-006 está compuesta por un 92 % de carbono y un 8 % de oxígeno, mientras que la composición de 40-007 está dada por los mismos elementos químicos que la muestra 40-002.

Área superficial

El método BET utiliza los datos de las isothermas de adsorción y desorción de gas nitrógeno sobre la superficie del sólido (partículas de granito) a la temperatura del nitrógeno líquido (-196,353 °C). Los valores de áreas superficiales obtenidos fueron 0,4073 m²/g y 0,8385 m²/g para partículas pequeñas (muestra 40-007) y partículas grandes (muestra 40-008), respectivamente. Estos valores, son esperables, ya que valores bajos de área superficial se relacionan con un reducido tamaño de poros (Sing et al., 1985), sin influir en la resistencia mecánica de la partícula y la capacidad de mojado por parte de la resina epoxi.

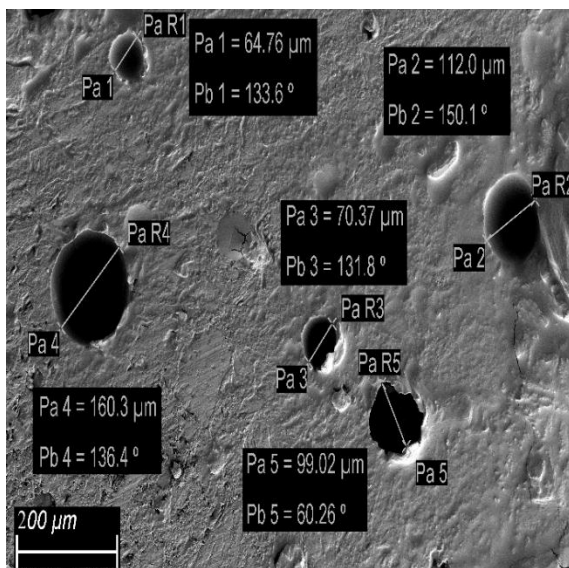


Fig. 4: Micrografía de muestra 40-003 (30% matriz - 70% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes)

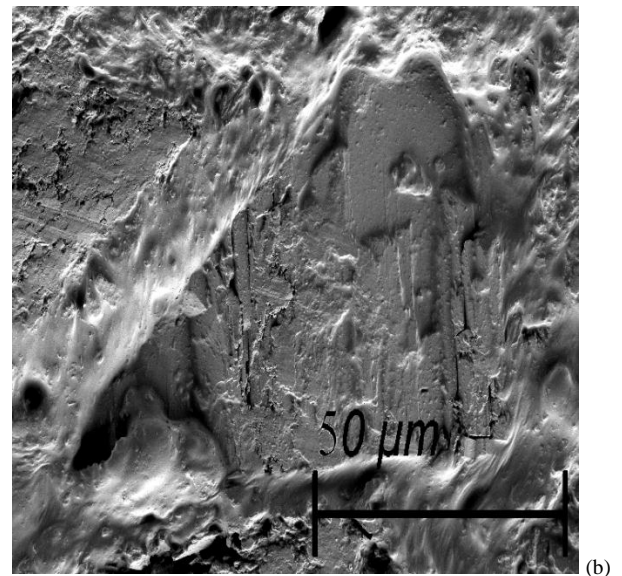
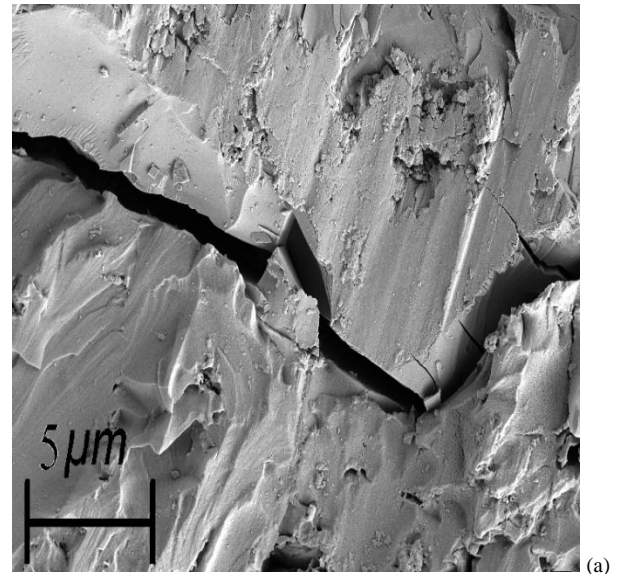


Fig. 5: Micrografías de muestras (a) 40-002 (50% matriz - 50% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes) y (b) 40-003 (30% matriz - 70% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes).

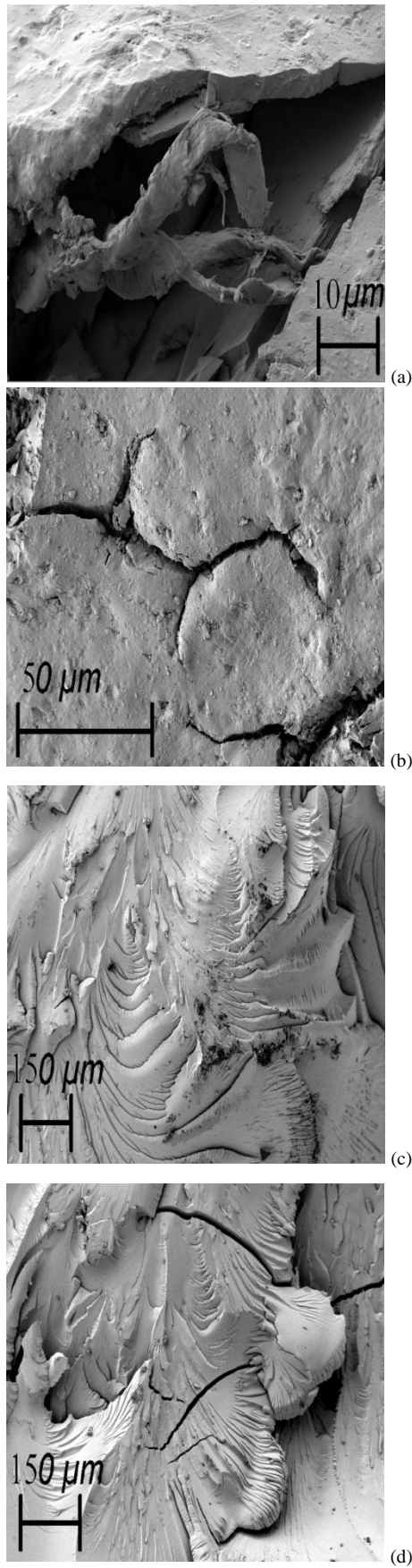


Fig. 6: Micrografías de muestras (a) 40-002 (50% matriz - 50% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes) – compresión; (b) 40-003 (30% matriz - 70% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes) – compresión; (c) y (d) 40-006 (100% matriz) - flexión.

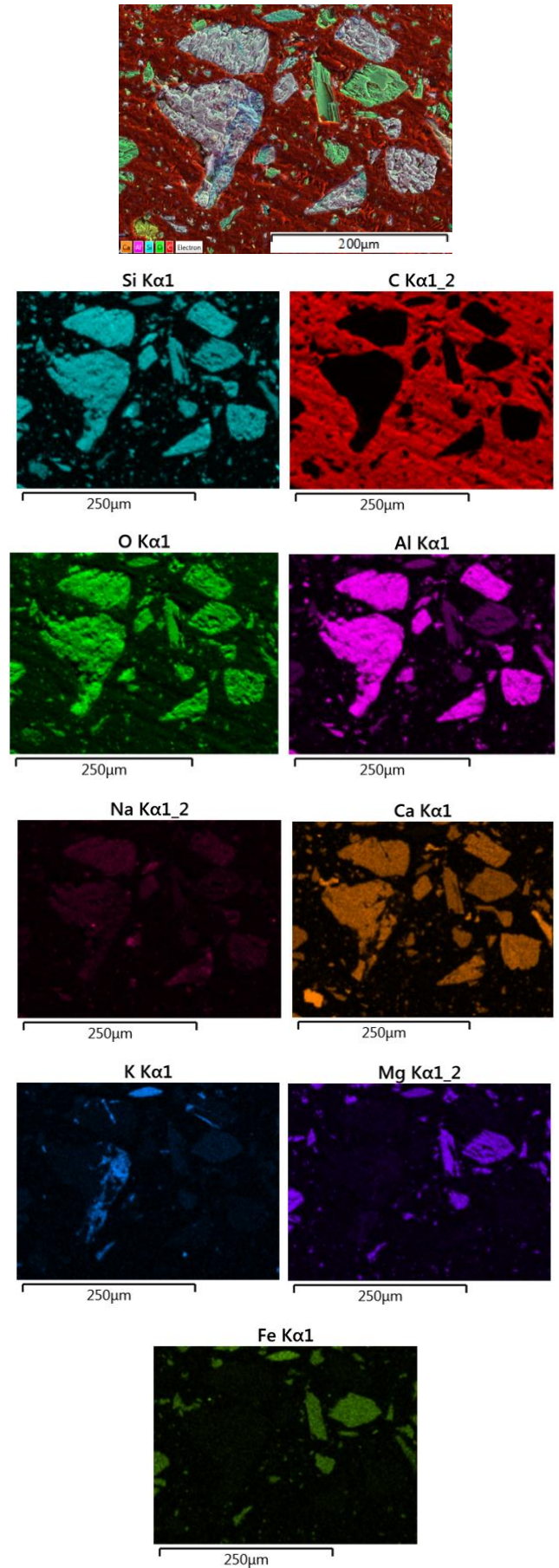


Fig. 7: Análisis elemental XEDS de muestra 40-002 (50% matriz - 50% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes). (Versión en blanco y negro, la región en negro corresponde a la ausencia del elemento químico en cuestión).

Ensayo de compresión

Debido al asentamiento de los extremos de la probeta, la curva que arrojó el ensayo de compresión presentó una desviación respecto al caso teórico. Es decir, en la región lineal el material se asentó y se acomodó por las precargas actuantes. Entonces, fue necesario corregir las curvas de forma tal que todas comiencen desde una deformación cero, permitiendo luego que sean comparables entre sí. Esta corrección se realizó identificando la zona de comportamiento lineal y se trazó una recta entre dos puntos, que delimitan la zona comentada. Los parámetros de dicha recta permitieron obtener el módulo de elasticidad del material (pendiente) y algunas constantes que permiten trazar una recta paralela a ella, conocida como recta de deformación plástica de 0,2 % y obtener, gráficamente, el valor del límite elástico del material (utilizando el valor de tensión para el cual ocurre la intersección entre la recta paralela y la gráfica tensión-deformación).

Por otro lado, debido a la deformación localizada en forma de barril (Fig.8.a), se decidió realizar algunos ensayos utilizando teflón (cinta de 0,1 mm de espesor) en la zona de contacto entre los cabezales y los extremos de la probeta. De esta manera el contacto se llevó a cabo con un menor rozamiento, dando lugar a que el material no se adhiera a los cabezales y logre su deformación libre (Fig.8b).

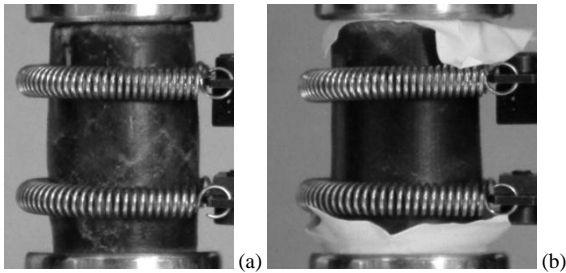


Fig. 8: Deformación de la probeta (a) sin teflón y (b) con teflón.

En las Figuras 9 y 10 se exponen las variaciones de las propiedades mecánicas en función de los porcentajes en peso de los elementos constituyentes del material de granito epoxi, con sus respectivas dispersiones estándar asociadas a cada uno de los puntos de las gráficas, determinadas según norma (ASTM International, 2015). Donde E es el módulo elástico (Fig.9a, Fig.10a), $\sigma_{0,2}$ (Fig.9b, Fig.10b) es la tensión que soporta el material para una deformación unitaria plástica de 0,2 % y $\sigma_{m\acute{a}x}$ (Fig.9c, Fig.10c) es la tensión máxima que acepta el material.

En la Figura 9 se observa que, sin teflón (línea continua) el valor de las propiedades mecánicas aumenta con el contenido de elemento matriz, hasta alcanzar un máximo y luego disminuir. Este máximo corresponde al material fabricado con una composición según la muestra 40-001 (80% matriz - 20% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes). En cambio, al utilizar teflón (línea punteada), se observa una marcada disminución a medida que se incrementa la cantidad de elemento matriz. El valor máximo corresponde al material fabricado con una composición según la muestra 40-003 (30% matriz - 70% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes).

Ahora bien, en la Figura 10 se observa que, sin teflón, al aumentar la cantidad de partículas pequeñas también lo hacen sus propiedades. El valor máximo corresponde al material fabricado con una composición según la muestra 40-008 (50% matriz - 50% refuerzo; 70% partículas pequeñas - 30% partículas grandes). En cambio, con el uso de teflón se observan valores dispares, hay un máximo en las propiedades para un material fabricado con una composición según la muestra 40-004 (50% matriz - 50% refuerzo; 30% partículas pequeñas - 70% partículas grandes) (Fig.10 a y b), y también, para una composición según la muestra 40-008 (Fig.10c). Los resultados se resumen en la Tabla 5.

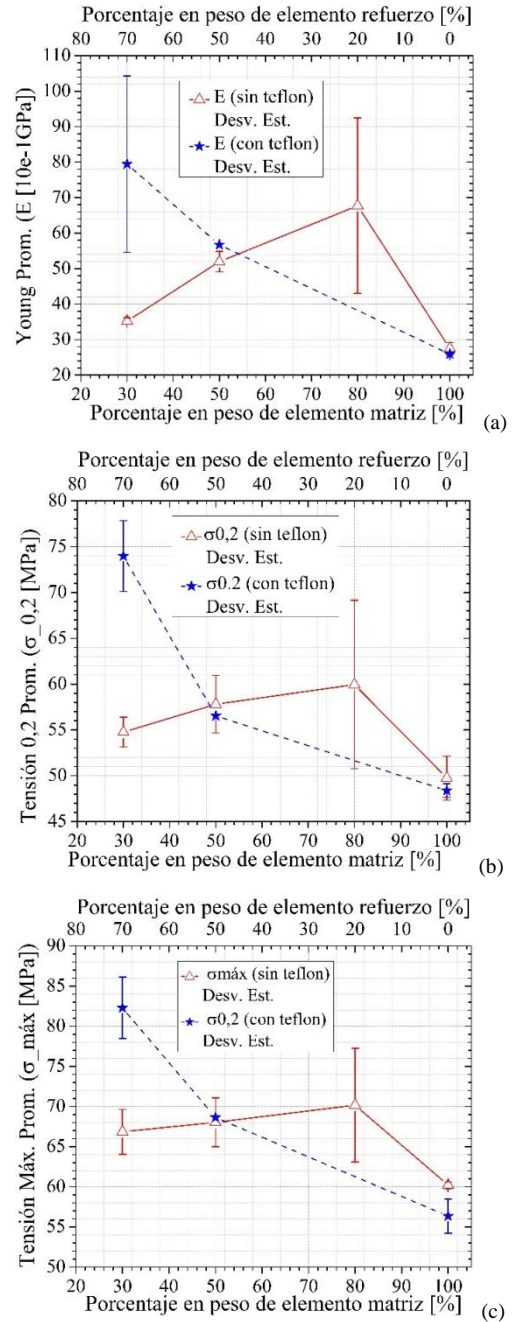


Fig. 9: Propiedades mecánicas en función del porcentaje en peso de elemento matriz y elemento refuerzo, para un mismo porcentaje en peso de partículas de grandes y pequeñas.

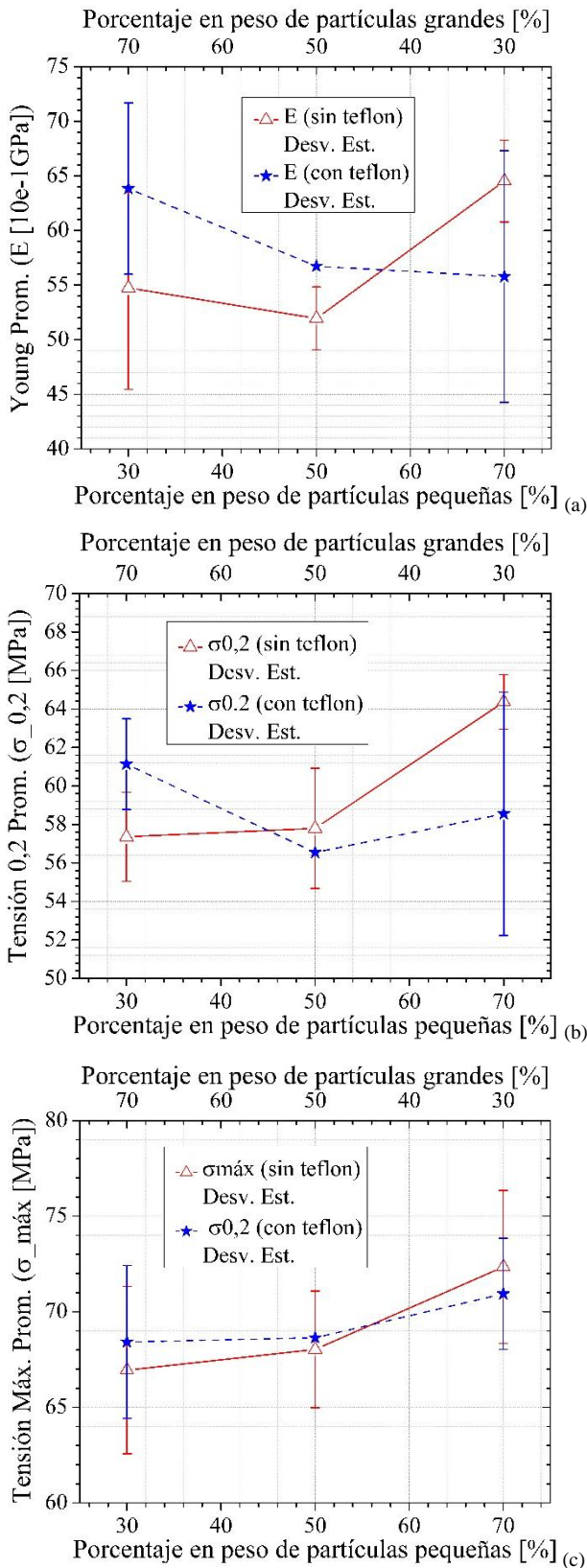


Fig. 10: Propiedades mecánicas en función del porcentaje en peso de partículas grandes y pequeñas, para un mismo porcentaje en peso de elemento matriz y elemento refuerzo.

TABLA 5: VALORES MEDIOS DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS OBTENIDAS DEL ENSAYO DE COMPRESIÓN.

Muestra	E [GPa]	σ _{0,2} [MPa]	σ _{máx} [MPa]	Observaciones
40-001	6,67±2,47	59,96±9,19	70,17±7,09	Se ensayaron cinco probetas sin teflón
40-003	7,94±2,49	73,96±3,87	82,29±3,83	Se ensayaron dos probetas con teflón
40-008	6,45±0,37	64,37±1,41	72,35±4,00	Se ensayaron tres probetas sin teflón
40-008	6,38±0,78	61,13±2,36	68,42±4,00	Se ensayaron dos probetas con teflón
40-004	5,58±1,15	58,55±6,32	70,94±2,91	Se ensayaron dos probetas con teflón

Ensayo de flexión

En la fabricación de probetas, debido a la contracción del material en el proceso de curado, algunas probetas presentaron curvaturas apreciables en alguna de sus caras. Entonces, sin descartar estas piezas, se ensayaron y se aplicó un modelo geométrico que aproxima la sección transversal no prismática para la corrección de los resultados. El modelo considera una sección formada por dos caras paralelas a los costados y dos caras curvadas aproximadas con la función de una circunferencia que pasa por tres puntos, formando así, una sección no prismática simétrica respecto al eje cartesiano vertical. Con esta nueva sección, se calculó su momento de inercia respecto al eje neutro, el cual fue utilizado para determinar la resistencia a flexión del material compuesto.

Por otro lado, al comenzar el ensayo, se decidió aplicar un ciclo de carga con la característica de ser inicialmente creciente hasta los ~40 N a una velocidad de 1,3 mm/min, luego decreciente hasta los ~10 N a la misma velocidad y, finalmente creciente a la misma velocidad hasta producir la fractura del material, o hasta superar la deflexión práctica máxima, definida según norma. Este criterio de aplicación de carga se eligió con el fin de asegurar que la interacción entre los soportes de carga y la punta de carga, con la probeta, se desarrolle de forma estable, es decir, al finalizar el ciclo de carga se tendría total seguridad de que se haya producido el asentamiento entre las partes y el ensayo de flexión prosiga normalmente.

La tensión que soporta el material para una deformación unitaria plástica de 0.2 %, fue determinada de forma similar al ensayo de compresión. Sin embargo, para la tensión máxima que acepta el material, se utilizó la conocida fórmula de flexión, la cual depende directamente del momento máximo aplicado a la probeta y la distancia desde la fibra neutra hasta la fibra más alejada e inversamente proporcional al momento de inercia de la sección transversal.

En la Figura 11 se expone la variación de las propiedades mecánicas en función de los porcentajes en peso de los elementos constituyentes del material de granito epoxi, con sus respectivas dispersiones (ASTM International, 2003). En la Figura 11a se observa que E y σ_{0,2} disminuyen con el contenido de elemento matriz, pero σ_{máx} disminuye y aumenta. El máximo de las propiedades mecánicas corresponde al material fabricado con una composición según la muestra 40-003 (30% matriz - 70% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes). Por otro lado, en la Figura 11b se observa que, existe un punto para

el cual al aumentar o disminuir, en exceso, la cantidad de partículas pequeñas disminuyen sus propiedades. El valor máximo corresponde al material fabricado con una composición según la muestra 40-002 (50% matriz- 50% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes). Los resultados mencionados se resumen en la Tabla 6.

TABLA 6: VALORES MEDIOS DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS OBTENIDAS DEL ENSAYO DE FLEXIÓN.

Muestra	E [GPa]	$\sigma_{0,2}$ [MPa]	$\sigma_{m\acute{a}x}$ [MPa]	Observaciones
40-003	2,78±0,38	62,68±10,47	68,09±16,08	Se ensayaron cinco probetas
40-002	1,78±0,29	50,52±5,19	58,46±9,67	Se ensayaron dos probetas

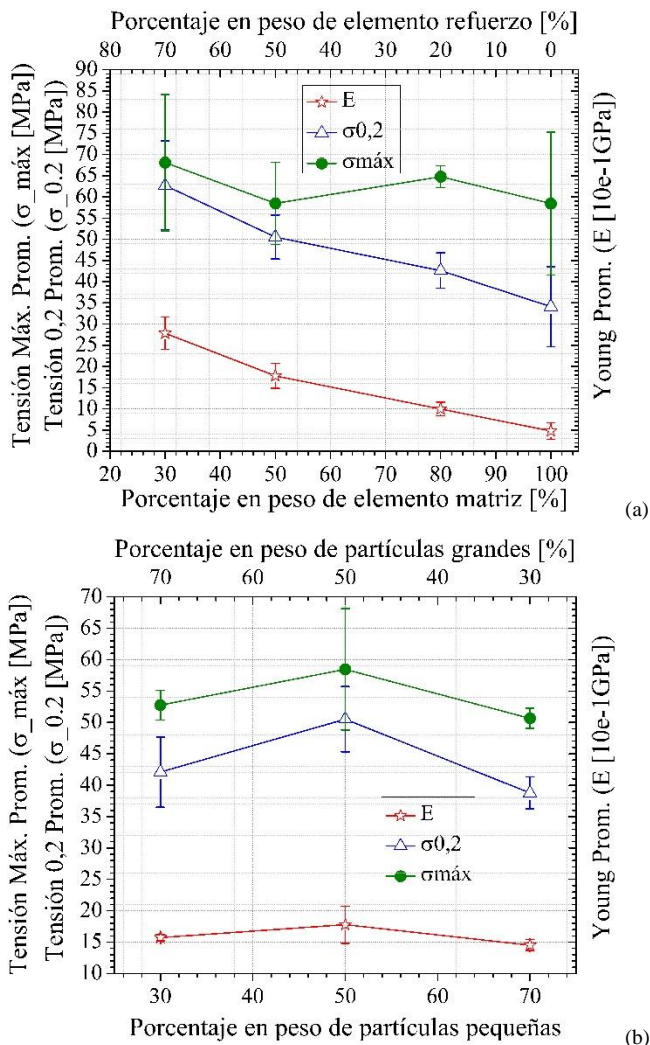


Fig. 11: Propiedades mecánicas en función (a) del porcentaje en peso de elemento matriz y elemento refuerzo, para un mismo porcentaje en peso de partículas de grandes y pequeñas, (b) del porcentaje en peso de partículas grandes y pequeñas, para un mismo porcentaje en peso de elemento matriz y elemento refuerzo.

Valores comparativos

CONCLUSIONES

En este trabajo se obtuvieron resultados experimentales que contribuyen al estado del arte sobre la caracterización

del material compuesto granito epoxi, para su potencial uso en la fabricación de máquinas herramientas de precisión.

En primer lugar, el estudio de viscosidad evidenció que las partículas de tamaños menores a 149 μm , inmersas en resina epoxi, presentaron una baja velocidad de decantación, obteniendo una mejor distribución de partículas en todo el volumen del elemento matriz. Luego, la baja área superficial de las partículas de granito, la reducida presencia de grietas y poros permite concluir que este mineral es apto para ser utilizado como elemento de refuerzo.

También, mediante técnica SEM se deduce la importancia de realizar un mezclado previo de los dos lotes de partículas de granito, ya que éste mejora la homogeneidad de la mezcla.

Además, las muestras de granito epoxi con una composición (30% matriz - 70% refuerzo; 50% partículas pequeñas - 50% partículas grandes) presentaron los valores más altos de módulo elástico (7,94 GPa compresión, 2,78 GPa flexión), límite elástico (73,96 MPa compresión, 62,68 MPa flexión) y tensión máxima (82,29 MPa compresión, 68,09 MPa flexión), en concordancia con estudios similares del granito epoxi reportados por otros autores (Ramakrishna et al., 2005).

Sin embargo, durante el ensayo de compresión se observó una gran variabilidad en los valores de las propiedades mecánicas al utilizar o no teflón, pudiendo deberse al hecho de que el teflón disminuye el coeficiente de rozamiento en la zona de contacto entre los cabezales y los extremos de la probeta, originando una deformación libre de la probeta y, en consecuencia, una gráfica tensión-deformación diferente. Por otro lado, en el ensayo de flexión, las desviaciones estándar en los resultados fueron superiores al ensayo de compresión, pudiendo deberse a las diferencias geométricas de las secciones transversales de algunas probetas.

En lo que respecta a las mejoras potenciales de la presente investigación, se propone la eliminación de impurezas del elemento de refuerzo por medio de disolución de las mismas en distintos solventes (Pozo et al., 2013). Además, se pretende estudiar cómo los parámetros de molienda del granito, se relacionan con la resistencia mecánica. También, se propone repetir los ensayos de compresión y flexión, utilizando un mayor número de probetas y aplicar la regla de las mezclas de compuestos para predecir los límites de valores de las propiedades mecánicas para distintas composiciones, y verificar si el comportamiento está dentro de los márgenes previsibles por la teoría. Por último, se realizará un estudio mediante calorimetría diferencial de barrido del preparado epoxi-endurecedor para estudiar las transformaciones químicas que ocurren en el proceso de curado del preparado epoxi-endurecedor, en un amplio rango de temperaturas.

AGRADECIMIENTOS

Martín Méndez (M. M.) agradece al Ing. Brendstrup Carlos -INVAP S. E.- por su instrucción en la preparación del material compuesto, al Téc. Agüero Brian -Dpto. Estructuras, FCFyN, UNC- por el donativo de granito, y al Ing. Segura Ricardo, por proponer el tema del presente artículo.

El desarrollo experimental de este trabajo fue realizado en el Dpto. Físicoquímica de Materiales, CAB, CNEA. M. M. agradece a la Dra. Gennari Fabiana por su asesoramiento en los estudios de caracterización y a la Téc. Rivas Silvia por su colaboración técnica.

Los ensayos mecánicos fueron realizados en el Dpto. Física de Metales, CAB, CNEA. M. M. agradece al Dr. Yawny Alejandro por su orientación en estas mediciones, al Téc. Riquelme Pablo y al Ing. Claramonte Simón por sus contribuciones durante los ensayos mecánicos.

Los autores agradecen al Téc. Pentke Bernardo y al Dr. Baruj Alberto -Dpto. Físicoquímica de Materiales, CAB, CNEA- por las mediciones en el equipo SEM y al Dpto. de Físicoquímica y Control de Calidad, Gcia. Complejo Tecnológico Pilcaniyeu, CAB, CNEA- por el uso del equipo de difracción de rayos X.

REFERENCIAS

- [1] ASTM International (2015) *Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Plastics*. ASTM D695 - 15.
- [2] ASTM International (2013) *Standard Practice for Conditioning Plastics for Testing*. ASTM D618 - 13.
- [3] ASTM International (2003) *Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials*. ASTM D790 - 03.
- [4] Espinoza Bustos, R. (2009) *Optimización del diseño de bancada para máquina herramienta de aplicación especial*. Tesis. Nacional, CICATA, Unidad Querétaro: Instituto Politécnico Nacional.
- [5] Highscore Plus (2011) Comisión Nacional de Energía
- [6] Hughes, S.W. (2005) 'Archimedes Revisited: A Faster, Better, Cheaper Method of Accurately Measuring the Volume of Small Objects'. *Physics Education* 40 (5), 468–474. DOI: 10.1088/0031-9120/40/5/008
- [7] Lovo, J.F.P., Pedroso, M.P.G., Erbereli, R., Purquerio, B. de M., Fortulan, C.A., Lovo, J.F.P., Pedroso, M.P.G., Erbereli, R., Purquerio, B. de M., y Fortulan, C.A. (2018) 'Synthetic Granite Composite for Precision Equipment Structures'. *Matéria* (Rio de Janeiro). DOI: 10.1590/s1517-707620180004.0563
- [8] Piratelli-Filho, A. y Levy-Neto, F. (2010) 'Behavior of Granite-Epoxy Composite Beams Subjected to Mechanical Vibrations'. *Materials Research* 13 (4), 497–503. DOI: 10.1590/S1516-14392010000400012
- [9] Piratelli-Filho, A. y Shimabukuro, F. (2008) 'Characterization of Compression Strength of Granite-Epoxy Composites Using Design of Experiments'. *Materials Research* 11 (4), 399–404. DOI: 10.1590/S1516-14392008000400003
- [10] Pozo, S., Montojo, C., Rivas, T., López-Díaz, A.J., Fiorucci, M.P., y López de Silanes, M.E. (2013) 'Comparison between Methods of Biological Crust Removal on Granite'. en *Global Stone Congress*. Trans Tech Publications Ltd, 317–325. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.548.317
- [11] Rama, S.R. y Rai, S.K. (2009) 'Mechanical and Fractographic Studies on Fly Ash-Filled Hydroxyl-Terminated Polyurethane-Toughened Epoxy Composites'. *Journal of Composite Materials* 43 (26), 3231–3238. DOI: 10.1177/0021998309345331
- [12] Ramakrishna, H.V., Priya, S.P., y Rai, S.K. (2007) 'Flexural, Compression, Chemical Resistance, and Morphology Studies on Granite Powder-Filled Epoxy and Acrylonitrile Butadiene Styrene-Toughened Epoxy Matrices'. *Journal of Applied Polymer Science* 104 (1), 171–177. DOI: 10.1002/app.25115
- [13] Ramakrishna, H.V., Priya, S.P., Rai, S.K., y Varadarajulu, A. (2005) 'Studies on Tensile and Flexural Properties of Epoxy Toughened with PMMA/Granite Powder and Epoxy Toughened with PMMA/Fly Ash Composites'. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 24 (12), 1269–1277. DOI: 10.1177/0731684405049863
- [14] Ramos, D.T.L., Pallone, E.M.J.A., Purquerio, B.M., y Fortulan, C.A. (2014) 'Projeto de um banco de ensaio de desgaste do tipo "pin-on-disc"'. *Cerâmica* 60 (355), 443–448. DOI: 10.1590/S0366-69132014000300018
- [15] Sing, K.S.W., Everett, D.H., Haul, R.A.W., Moscou, L., Pierotti, R.A., Rouquerol, J., y Siemieniowska (1985) 'Reporting Physisorption Data for Gas/Solid Systems with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity (Recommendations 1984)'. *Pure and Applied Chemistry* 57 (4), 603–619. DOI: 10.1351/pac198557040603
- [16] SubrahmanyaSwamy, S., Sreedhar, B.R., Vinayak, J.K., Chandan, K.M., y Sandeep, S.H. (2014) 'Influence of Resin Content and Cast Iron Powder Addition on Vibration Characteristics of Granite Epoxy Composites'. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology* 3 (7), 14578–14588