**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO**

**FACULTAD DE QUIMICA**

# “OPTIMIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE MEZCLAS EXPUESTAS A RADIACIÓN GAMMA, ELABORADAS CON RESINA POLÍESTER ENVEJECIDA, FIBRAS DE YUTE Y HULE DE LLANTAS AUTOMOTRICES”

TESIS

PARA OBTENER EL TÍTULO DE
DOCTOR EN CIENCIA EN MATERIALES

**PRESENTA:**
**HÉCTOR OMAR CAMACHO GUTIÉRREZ**

Dirigida por:
Dr. Gonzalo Martínez Barrera
Co-directores:
Dra. Estela Mayoral Villa
Dr. Luis Edmundo Uribe Lugo

**Julio 2026**

# RESUMEN

Para llevar a cabo un proceso de optimización en la formulación de materiales compuestos, es necesario emplear metodologías que superen el enfoque tradicional de ensayo y error, integrando técnicas de caracterización, modelado estadístico y análisis numéricos apoyados en simulaciones por Elemento Finito. En este contexto, el presente trabajo analiza el comportamiento mecánico, térmico y reológico de compuestos de resina poliéster reforzados con fibras de yute y partículas de llanta reciclada, evaluando además el efecto de la radiación gamma como tratamiento para modificar cada uno de los componentes.

La caracterización térmica de la resina demostró que dosis de 100 kGy son suficientes para homogeneizar y garantizar el proceso de curado en resinas recién fabricadas. En el caso de las fibras de yute, dosis superiores a 300 kGy generan daños que comprometen su integridad estructural como material de refuerzo; mientras que, en las partículas de llanta, se identificaron procesos de entrecruzamiento y degradación dependientes de la dosis de radiación aplicada.

Mediante la aplicación de metodologías de diseño de experimentos y superficies de respuesta (RSM), se cuantificó el efecto de la dosis de radiación y del número de capas sobre el comportamiento mecánico a flexión. Los resultados obtenidos se ajustaron a modelos lineales, de interacción entre dos factores y cuadráticos para el módulo, la fuerza máxima de flexión y la deformación, respectivamente.

El comportamiento viscoelástico fue modelado mediante series de Prony ajustadas al modelo generalizado de Maxwell, cuyos parámetros fueron implementados en simulaciones por Elemento Finito. Los resultados mostraron que las fibras de yute incrementan el comportamiento elástico del compuesto hasta en un 25 %, mientras que las partículas de llanta reducen la rigidez hasta en un 50 %, favoreciendo una mayor eficiencia en la relajación interna del material. En conjunto, los resultados obtenidos constituyen una base metodológica para la

formulación y caracterización de este tipo de compuestos, orientada al diseño de materiales con propiedades específicas para aplicaciones reales.

## ABSTRACT

To optimize the formulation of composite materials, it is essential to employ methodologies that go beyond the traditional trial-and-error approach by integrating characterization techniques, statistical modeling, and numerical analyses supported by Finite Element simulations. In this context, the present study investigates the mechanical, thermal, and rheological behavior of polyester resin composites reinforced with jute fibers and recycled tire particles, while also evaluating the effect of gamma radiation as a treatment for modifying each component.

Thermal characterization of the resin demonstrated that radiation doses of 100 kGy are sufficient to homogenize and ensure the curing process in freshly manufactured resins. In the case of jute fibers, doses above 300 kGy caused damage that compromised their structural integrity as reinforcement materials. For tire particles, both cross-linking and degradation processes were identified, depending on the applied radiation dose.

Through the application of Design of Experiments (DOE) and Response Surface Methodology (RSM), the effects of radiation dose and number of layers on flexural behavior were quantified. The experimental results were successfully fitted to linear, two-factor interaction, and quadratic models for modulus, maximum flexural strength, and strain, respectively.

The viscoelastic behavior was modeled using Prony series fitted to the generalized Maxwell model, and the resulting parameters were implemented in Finite Element simulations. The results showed that jute fibers increased the elastic response of the composite by up to 25%, whereas tire particles reduced stiffness by up to 50%, thereby enhancing the material’s internal relaxation efficiency. Overall, the findings provide a methodological framework for the formulation and characterization of these composites, enabling the design of materials with tailored properties for specific real-world applications.

# CONTENIDO


**PORTADA** ..... I

**AGRADECIMIENTOS** ..... **¡Error! Marcador no definido.**

**DEDICATORIA** ..... **¡Error! Marcador no definido.**

**RESUMEN** ..... II

**ABSTRACT** ..... III

**CONTENIDO** ..... IV

**LISTA DE FIGURAS** ..... VI

**LISTA DE TABLAS** ..... VIII

**INTRODUCCIÓN** ..... 1

**CAPÍTULO 1 FUNDAMENTOS TEORICOS** ..... 3

**1.1 Materiales compuestos poliméricos** ..... 3

**1.2 Resina poliéster** ..... 4

**1.2.1 Compuestos poliméricos con resina poliéster** ..... 7

**1.3 Fibras de yute** ..... 8

**1.3.1. Materiales compuestos de resina poliéster y yute: limitaciones y tratamientos.** ..... 10

**1.4 Llantas** ..... 12

**1.4.1. Impacto ambiental de los desechos de llantas** ..... 12

**1.5 Radiación gamma** ..... 16

**1.5.1 Radiación gamma en polímeros** ..... 17

**1.6 Viscoelasticidad en materiales poliméricos** ..... 19

**1.6.1 Respuesta elástica y viscosa** ..... 19

**1.6.2 Mecanismos de relajación** ..... 20

**1.7 Modelos descriptivos** ..... 21

**1.7.1 Modelo de Maxwell y Kelvin-Voigt** ..... 21

**1.7.2 Modelos generalizados de Maxwell y Kelvin** ..... 22

**1.8 Materiales de refuerzo y comportamiento viscoelástico** ..... 24

**CAPITULO 2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS** ..... 27

**2.1 Diseño de experimentos** ..... 27

**2.2 Tipos de diseño** ..... 27

**2.2.1 Diseño de un factor** ..... 28
**2.2.2 Experimentos factoriales** ..... 28
**2.2.3 Optimización y Superficies de Respuesta (RSM)** ..... 29
**2.2.4 Diseños de mezclas** ..... 30
**2.4 Pasos para realizar el diseño de experimentos** ..... 30
**CAPITULO 3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL** ..... 32
**3.1 Selección de Herramientas** ..... 32
**3.2 Materiales** ..... 32
**3.2.1 Resina Poliéster** ..... 32
**3.2.2 Partículas de llantas de desecho** ..... 34
**3.2.3 Fibras de yute** ..... 35
**3.3 Preparación de los materiales compuestos** ..... 36
**3.4 Especímenes de prueba** ..... 37
**3.5 Radiación gamma** ..... 38
**3.6 Caracterización mecánica y reológica de los materiales compuestos** ..... 39
**3.6.1 Pruebas de flexión** ..... 39
**3.6.2 Pruebas Dinámico-Mecánicas (DMA)** ..... 40
**3.6.3 Pruebas termomecánicas** ..... 41
**3.7 Caracterización Térmica** ..... 42
**3.7.1 Análisis Termogravimétrico** ..... 42
**3.7.2 Calorimetría Diferencial de Barrido** ..... 42
**3.8 Densidad** ..... 43
**3.9 Diseño de experimentos** ..... 43
**CAPITULO 4 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS** ..... 46
**4.1 Resina Poliéster** ..... 46
**4.1.1 Evaluación del envejecimiento de la resina poliéster** ..... 46
**4.2 Fibras de yute y partículas de llanta de desecho** ..... 53
**4.2.1. Fibras de yute** ..... 53
**4.2.2. Efectos de la radiación gamma en las fibras de yute** ..... 60
**4.2.3. Partículas de llanta** ..... 63
**4.2.4. Efectos de la radiación gamma en las partículas de llanta** ..... 65
**4.2.5. Efecto de la radiación en compuestos de resina y partículas de llanta** ..... 67
**4.3. Diseño de experimentos** ..... 69

**4.3.1. Módulo de flexión (R1)** ... 71
**4.3.2 Fuerza máxima de flexión (R2)** ... 75
**4.3.3. Deformación** ... 78
**4.3.4. Correlación lineal** ... 82
**4.3.5. Optimización gráfica** ... 83
**4.3.6. Optimización numérica** ... 85
**4.4. Series de Prony** ... 88
**4.4.1. Viscoelasticidad de la resina con capas de fibras de yute** ... 89
**4.4.2. Viscoelasticidad de resina con partículas de partículas de llanta** ... 91
**4.4.3. Obtención de parámetros de Prony** ... 93
**4.4.4. Aplicación de los parámetros de Prony en la simulación de materiales.** ... 94
**4.4.5. Resultados de la simulación en Elemento Finito** ... 96
**CAPITULO 5 CONCLUSIONES** ... 99
**Resina poliéster:** ... 99
**Fibras de yute:** ... 100
**Partículas de llanta** ... 100
**Referencias** ... 102

# LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Estructura de un material compuesto ... 3
Figura 2 Estructura química de resina poliéster entrecruzada ... 5
Figura 3 Resina poliéster envejecida. ... 7
Figura 4 Fibras de yute dispersas ... 9
Figura 5 Estructura química del yute (Celulosa, hemicelulosa, lignina) ... 10
Figura 6 Tiradero de llantas clandestino ... 13
Figura 7 Elemento de Maxwell ... 21
Figura 8 Elemento de Kelvin Voigt ... 22
Figura 9 Ejemplo de modelo Maxwell generalizado ... 23
Figura 10 Superficie de respuesta (tratamiento de radiación en refuerzos) ... 29
Figura 11 Contenedor de resina poliéster. ... 34
Figura 12 Partículas de llanta de desecho. ... 35
Figura 13 Listón de yute entretejido (a), y cordón yute natural (b). ... 35
Figura 14 Diagrama de los pasos para preparación de muestras ... 37
Figura 15 Moldes de acero para la elaboración de especímenes. ... 38
Figura 16 Dimensiones de los especímenes de prueba ... 38
Figura 17 Prueba de flexión en tres puntos ... 40
Figura 18 Configuración de mordazas del DMA, “single cantiliever” (A) y “tensión de fibras” (B) ... 40

Figura 19 Equipo de prueba "TMA" ..... 42
Figura 20 Resina envejecida vs resina nueva ..... 47
Figura 21 TGA y DTG de resina poliéster envejecida vs resina nueva..... 48
Figura 22 DSC de resina envejecida vs resina nueva..... 49
Figura 23 DMA de comportamiento de curado de la resina políester a lo largo del tiempo. ..... 51
Figura 24 Módulo de almacenamiento resina nueva irradiada ..... 52
Figura 25 tan δ de resina nueva irradiada..... 53
Figura 26 Probetas fabricadas para prueba de flexión en tres puntos ..... 54
Figura 27 Grafica de esfuerzo vs deformación de las probetas de fibra de yute..... 55
Figura 28 Mecanismo de ruptura de la resina poliéster ..... 57
Figura 29 Mecanismo de ruptura de muestra con fibras largas ..... 57
Figura 30 Mecanismo de ruptura de muestras con 1 y 2 capas..... 58
Figura 31 Mecanismo de ruptura de las muestras con 3 y 4 capas. ..... 59
Figura 32 TMA de muestras con fibras de yute. ..... 60
Figura 33 Curvas esfuerzo vs deformación de fibras individuales irradiadas ..... 61
Figura 34 Barrido de temperatura sobre compuestos con distintos tamaños de llanta. ..... 64
Figura 35 Resultados de TGA para llanta irradiada a distintas dosis. ..... 66
Figura 36 Resultados de DSC en partículas de llanta irradiadas ..... 67
Figura 37 Resultados DMA de llanta irradiada..... 69
Figura 38 Muestras realizadas para el diseño experimental ..... 70
Figura 39 Tabla ANOVA de R1 ..... 72
Figura 40 Grafica normal de residuales (R1) ..... 73
Figura 41 Tabla de ajuste estadístico R1 ..... 74
Figura 42 Superficie de respuesta R1..... 75
Figura 43 Tabla ANOVA de R2 ..... 76
Figura 44 Grafica normal de residuales (R2) ..... 77
Figura 45 Tabla de ajuste estadístico R2 ..... 77
Figura 46 Superficie de respuesta R2..... 78
Figura 47 Tabla ANOVA de R3 ..... 79
Figura 48 Grafica normal de residuales (R3) ..... 80
Figura 49 Tabla de ajuste estadístico R3 ..... 81
Figura 50 Superficie de respuesta R3..... 82
Figura 51 Diagrama de correlación lineal..... 83
Figura 52 Solución de optimización grafica..... 84
Figura 53 Solución grafica ampliada ..... 85
Figura 54 Solución numérica del caso..... 88
Figura 55 Muestras fabricadas para el barrido de frecuencia (contenidos de llanta) ..... 89
Figura 56 Comparación de barrido de frecuencia muestras con distintas capas de yute ..... 90
Figura 57 Comportamiento de módulo con respecto al tiempo (capas de fibras) ..... 91
Figura 58 Comparación de barrido de frecuencia muestras con porcentajes de yute. ..... 92
Figura 59 Comportamiento de módulo con respecto al tiempo (contenido de llanta) ..... 93
Figura 60 Simulación de elemento finito (capas de yute)..... 97
Figura 61 Simulación de elemento finito (Muestras con contenido de llanta)..... 98

# LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Propiedades térmicas típicas de la resina poliéster ..... 6
Tabla 2 Propiedades mecánicas típicas de la resina poliéster ..... 6
Tabla 3 Propiedades de las fibras de yute ..... 9
Tabla 4 Propiedades de la resina poliéster PP-70x60 ..... 33
Tabla 5 Parámetros de prueba de flexión en tres puntos ..... 39
Tabla 6 Factores definidos en el DOE ..... 44
Tabla 7 respuestas utilizadas ..... 44
Tabla 8 Diseño experimental final ..... 45
Tabla 9 Resultados de la prueba de flexión en tres puntos ..... 55
Tabla 10 variaciones porcentuales de los resultados con respecto a la resina políester ..... 56
Tabla 11 Tabla de resultados de la prueba de tensión en fibras individuales. ..... 62
Tabla 12 Diseño experimental generado aleatorio (completo) ..... 70
Tabla 13 Resumen estadístico para la selección de modelos de ajuste (R1) ..... 71
Tabla 14 Resumen estadístico para selección del modelo de ajuste R2 ..... 76
Tabla 15 Resumen estadístico para selección del modelo de ajuste R3 ..... 79
Tabla 16 parámetros introducidos para la optimización numérica. ..... 87
Tabla 17 Coeficientes ajustados de las series de yute en capas. ..... 94
Tabla 18 Coeficientes ajustados de las series de contenido de llanta ..... 94

# INTRODUCCIÓN

En este trabajo se presenta un análisis integral del comportamiento mecánico, térmico y reológico de materiales compuestos basados en una matriz de resina poliéster. El estudio contempla la combinación de refuerzos mediante configuraciones en capas de fibra de yute y la incorporación de partículas de llanta reciclada, evaluando el efecto del acomodo estructural, el tamaño y cantidad de partículas. Asimismo, se integró el uso de radiación gamma como tratamiento de curado y modificación estructural, con el propósito de comprender los mecanismos de entrecruzamiento y degradación presentes en los diferentes componentes.

El objetivo principal de esta investigación no consiste en identificar una única formulación con las mejores propiedades posibles, sino en establecer una metodología sustentada en caracterización experimental, diseño de experimentos y ajustes numéricos reforzados mediante simulaciones por Elemento Finito. Esta metodología permite describir detalladamente los fenómenos que ocurren durante las interacciones entre los materiales, facilitando así el desarrollo eficiente de formulaciones orientadas a aplicaciones específicas.

En el Capítulo 1 se presenta el marco teórico de la investigación, donde se describen las propiedades de los materiales compuestos y de cada uno de sus componentes individuales (resina poliéster, fibras de yute y partículas de llanta reciclada). Además, se exponen los fundamentos de los efectos de la radiación gamma sobre polímeros y fibras naturales, así como los principios de la viscoelasticidad, abordando desde los mecanismos de relajación hasta los modelos descriptivos de Maxwell y Voigt.

El Capítulo 2 aborda la metodología estadística empleada en este trabajo, detallando los fundamentos del diseño de experimentos y destacando particularmente la metodología de superficies de respuesta (RSM). Asimismo, se presenta una guía práctica y concisa de los procedimientos seguidos para la generación del diseño experimental.

En el Capítulo 3 se describe la metodología experimental de este trabajo. Esta sección inicia con la selección de herramientas y la descripción de los materiales base (resina, fibras, partículas de llanta y dosis de radiación), así como de los procedimientos de preparación de muestras. Posteriormente, se especifican las pruebas utilizadas para la caracterización mecánica, térmica y reológica de los compuestos. Finalmente, se presenta la construcción del diseño experimental, el cual fue planteado considerando la incorporación de fibras en capas y la aplicación de radiación gamma como tratamiento.

El Capítulo 4 reúne el análisis y la discusión de los resultados obtenidos a lo largo de la investigación, incluyendo la interpretación del comportamiento de cada componente. En esta sección se validan los modelos derivados del diseño de experimentos, evaluando las interacciones y los modelos polinomiales asociados a cada respuesta analizada. Además, se explica el comportamiento viscoelástico mediante la aplicación de series de Prony y ajustes numéricos empleados para alimentar las simulaciones por Elemento Finito. Esto permite relacionar directamente la respuesta experimental con el modelado numérico, describiendo los mecanismos de relajación y el desempeño global de los compuestos estudiados.

Finalmente, se presentan las conclusiones más relevantes derivadas de esta investigación.

# CAPÍTULO 1 FUNDAMENTOS TEORICOS

## 1.1 Materiales compuestos poliméricos

Un material compuesto polimérico consiste en una fase continua polimérica (denominada matriz), y una fase dispersa que la rodea (llamada refuerzo o carga). La matriz define la forma, distribuye las cargas, interactúa con los refuerzos y el medio ambiente (Figura 1) (Hsissou, et al 2021: Kangishwar, et al 2022) . Su elección depende del tipo de aplicación, rigidez, resistencia química y del procesamiento para obtenerla.

Los refuerzos y las cargas pueden ser fibras (carbono, vidrio, naturales), partículas (minerales, cenizas, aserrín), nanopartículas (grafeno, sílice), las cuales modifican las propiedades mecánicas (por ejemplo, la rigidez), térmicas y eléctricas. Por ejemplo, en la aplicación de esfuerzos sobre un compuesto polimérico con fibras orientadas, estas dispersan la carga axial, mientras que la matriz las mantiene unidas y transfiere la carga externa a ellas. (Silu, et al 2021)

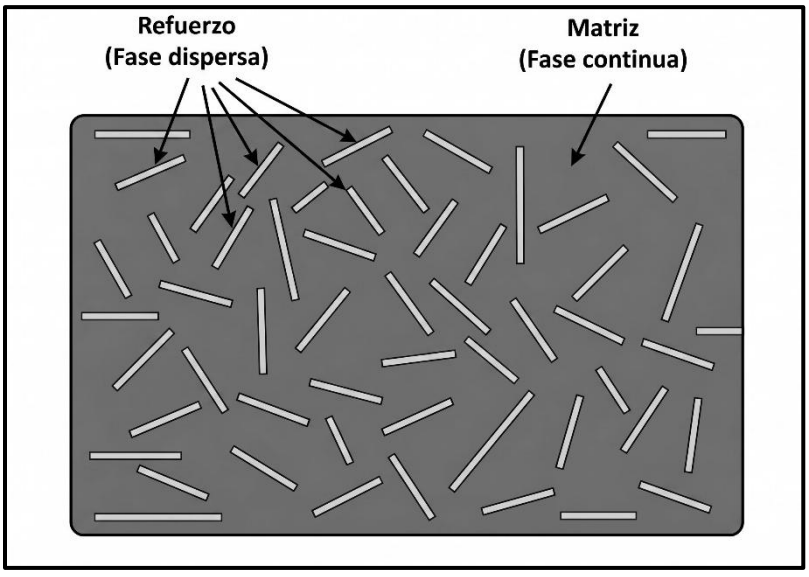



*Figura 1 Estructura de un material compuesto*

El comportamiento mecánico y viscoelástico depende de la interfaz, es decir la región entre la matriz y los refuerzos. Cuando se aplica una carga externa, la matriz dispersa los esfuerzos a través de la interfaz, y los transfiere a las cargas y refuerzos. Por lo cual, se requiere buena adhesión entre los componentes, para reducir los esfuerzos y la aparición de fallas (Dubey et, al 2021). En el trabajo de Khalid et, al 2022, se realizaron experimentos de relajación de esfuerzo en flexión y modelamiento viscoelástico, para conocer el comportamiento en la interface de compuestos poliméricos. La adición de fibras de vidrio en este compuesto produjo mayor módulo en la interfaz que el obtenido cerca de las fibras, además el módulo decrece conforme se aleja de forma radial de la interfase.

## 1.2 Resina poliéster

La resina poliéster insaturada (UPR) es uno de los polímeros termoestables más utilizados para la fabricación de materiales compuestos, combinando bajos costos, adecuada resistencia química y métodos de procesamiento versátiles.

La síntesis de las resinas poliéster insaturadas se basan en un pre-polímero, obtenido mediante polimerización por condensación entre un diol y un diácido o un anhidrido de poliéster insaturado. El producto obtenido es altamente viscoso y difícil de procesar mediante métodos de moldeo tradicionales (casting, calandrado). La reacción de esterificación entre los componentes produce un polímero lineal o ligeramente ramificado que contiene dobles enlaces C=C en la cadena. (Kandelbauer, et al 2013)

El pre-polímero se disuelve en monómero de estireno (25%-45%) para formar la resina poliéster de forma líquida. Las funciones del monómero de estireno son reducir la viscosidad para facilitar el procesamiento, actuar como diluyente reactivo y polimerizar con los sitios de instauración existentes en la cadena del poliéster. Se obtiene una red tridimensional. Para las unidades

insaturadas se utilizan ácido maleico o fumárico, mientras que para las saturadas ácidos tereftalicos e isoftálicos. Para lograr que en las cadenas se formen radicales libres y se enlacen con el estireno, se debe iniciar la reacción con peróxidos orgánicos [Metil etil cetona (MEKP) o peróxido de benzoilo (BPO)], y acelerar la reacción con sales de cobalto o aminas. (Papadopoulos, et al 2021: Spasojevic, et al 2019)

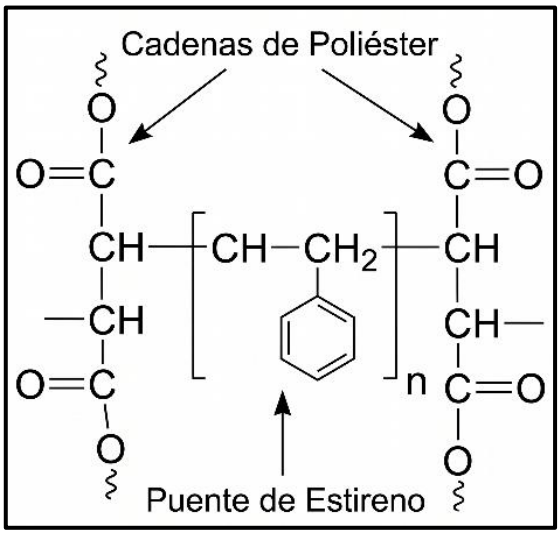



*Figura 2 Estructura química de resina poliéster entrecruzada*

Los constituyentes de la resina (diácidos o dioles), el grado de insaturación y el contenido de estireno tienen un efecto directo en la viscosidad de la resina, la reactividad, la temperatura de transición vítrea (Tg) y la rigidez de las cadenas.

Las resinas tienen una temperatura de transición vítrea baja (70-100 °C), pero al adicionar dioles como el neopentilglicol (NPG), se pueden alcanzar de hasta 200 °C. Por el contrario, el uso de glicoles con cadenas largas produce disminución de la temperatura de transición vítrea, además de producir mayor distribución de peso molecular, mayor flexibilidad y menor módulo elástico. (Chu et al., 2025)

*Tabla 1 Propiedades térmicas típicas de la resina poliéster*

| Propiedad | Valores | Referencias |
|---|---|---|
| Temperatura de transición vítrea, °C | 70-150 | (Dai, et al., 2013) (Massa et al., 2023) (Seleem et al., 2006) (Wang et al., 2016) |
| Temperatura de deflexión térmica, °C | 60-100 | |
| Calor especifico, J/g.K | 1.2-1.8 | |
| Temperatura de degradación inicial, °C | 230-300 | |
| Contracción en el curado, % | 5-12 | |

La exposición a la radiación UV y otras radiaciones ionizantes produce fotoxidación y radiólisis en las cadenas, se alcanzan estados de excitación y se forman radicales libres, los cuales reaccionan con el oxígeno y producen peróxidos. Esta exposición modifica la superficie, forma oligómeros y produce decoloración. (Pączkowski, et al., 2022)

La resistencia al impacto de las resinas poliéster presenta valores bajos, lo que limita su aplicación en estructuras. Se comporta como un material frágil, al llegar a la fractura, produciéndose grietas. Razón por la cual, se adicionan en bajos porcentajes elastómeros, poliésteres altamente ramificados, nanopartículas (sílice, alúmina), para mejorar la resistencia.

*Tabla 2 Propiedades mecánicas típicas de la resina poliéster ortoftalíca*

| Propiedad | Valores | Referencias |
|---|---|---|
| Resistencia a la flexión, MPa | 60-120 | (Biswas, et al., 2019) (Seleem, et al., 2014) (Davallo, et al., 2010) (Tieghi, et al., 1992) (Wu, et al., 2022) |
| Módulo de Young, MPa | 200-450 | |
| Elongación a la ruptura, % | 1.2-1.8 | |
| Resistencia a la flexión, MPa | 35-95 | |
| Relación de Poisson, N/A | 0.35-0.40 | |
| Dureza, Shore D | 80-90 | |

Uno de los mayores problemas en las resinas poliéster insaturadas es la volatilización del estireno con el paso del tiempo. Algunos fabricantes señalan que la resina debe utilizarse durante los primeros seis meses después de la fecha de producción. La pérdida de estireno depende de la hermeticidad del contenedor, la temperatura del ambiente y la exposición al sol. Menor contenido de estireno produce menor densidad de entrecruzamiento debido al menor número de enlaces entre las cadenas. Además, cambia el color (de rosado transparente a ámbar) y aumenta la viscosidad (Figura 3) (Sanchez, et al., 2000).



*Figura 3 Resina poliéster envejecida.*

### 1.2.1 Compuestos poliméricos con resina poliéster

La resina poliéster es utilizada en diversos materiales compuestos, por ejemplo: i) Resina poliéster y fibra de vidrio (como refuerzo), que se utiliza en la producción de cascos de botes, barcos, kayaks, paneles interiores automotrices, tanques de almacenamiento para reactivos químicos, tuberías y paneles para la construcción. ii) Resina poliéster (10%-30%), y agregados minerales, para la

elaboración de concretos poliméricos y pisos de mármol artificiales. (Manikumar et al., 2024)

Estos materiales a base de resina poliéster son muy versátiles en cuanto a procesos de fabricación y moldeo. Se pueden utilizar procesos como: el moldeo manual, por rociado o por capas, así como la infusión por vacío o el vaciado en centrifugación.

Actualmente, en los procesos de producción se han ido incluyendo el uso de fibras naturales, con el objetivo de obtener materiales más ligeros y amigables con el medio ambiente. (Gañán, et al., 2023)

## 1.3 Fibras de yute

Se conoce como yute a las fibras que se obtienen de la corteza del árbol *Corchorus capsularis*, el cual crece en países cálidos y húmedos, como Bangladesh, India y China. El proceso de obtención de las fibras se realiza después de la cosecha. Primeramente, los tallos se someten a un primer lavado para degradar las pectinas presentes en la superficie; luego, se realizan los pasos de pelado, cepillado, segundo lavado y secado. Las fibras de yute se clasifican según su longitud, color y resistencia. Las fibras pueden ser sometidas a un proceso secundario, como la pigmentación, el tejido o el mallado. (Hossain, et al., 2015: Islam, et al., 2012)



*Figura 4 Fibras de yute dispersas*

Las fibras de yute son fibras de tipo lignocelulósicas, con un contenido de 50-70% de celulosa, 10-30% de hemicelulosa, 10-30% de lignina y cantidades mínimas de pectina, ceras y cenizas. La celulosa contenida en las fibrillas acomodadas desempeña la función de esqueleto, mientras que la hemicelulosa y la lignina cubren y protegen estas estructuras. (Shahinur et al., 2022)

El yute es uno de los refuerzos fibrosos naturales utilizados en compuestos poliméricos, debido a sus propiedades físicas y químicas que se muestran en la tabla 3.

*Tabla 3 Propiedades de las fibras de yute*

| Propiedad | Valores | Referencias |
|---|---|---|
| Resistencia a la tensión, MPa | 200-800 | (Shakir et al., 2024) |
| Módulo de Young, MPa | 100-300 | |
| Densidad, g/cm$^3$ | 1.3-1.5 | |

La estructura del yute presenta grupos hidroxilo (OH), que son responsables de los enlaces de hidrógeno, los cuales contribuyen a la cristalinidad

de la celulosa y a la propiedad hidrofílica con la cual se puede mejorar la adhesión interfacial.

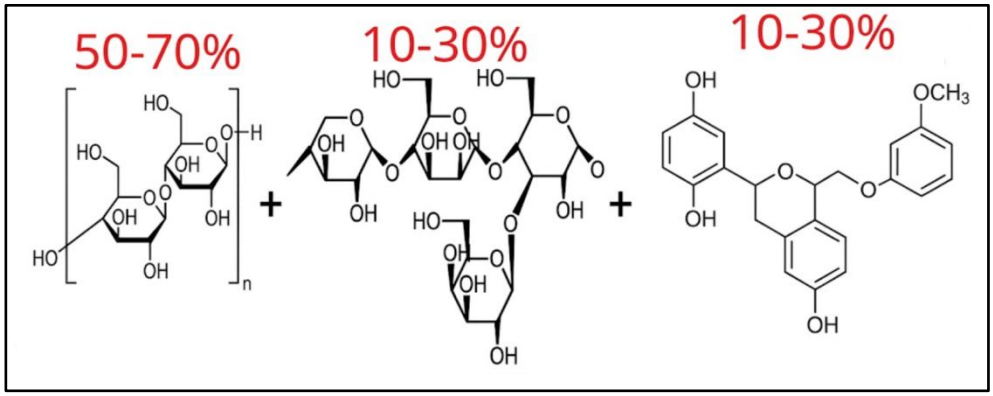



*Figura 5 Estructura química del yute (Celulosa, hemicelulosa, lignina)*

El yute se utiliza en diversos productos, que van desde cuerdas, ropa y adornos hasta utensilios de limpieza, muebles y paneles automotrices. Su aceptación va en aumento debido a sus propiedades, por ejemplo: i) su biodegradabilidad y reciclabilidad, le han permitido mayor aceptación que las fibras convencionales de vidrio y de carbono. ii) En aplicaciones donde no se requieren grandes esfuerzos mecánicos, los compuestos reforzados con yute son buenos candidatos y más sostenibles que los compuestos con fibras sintéticas.

### 1.3.1. Materiales compuestos de resina poliéster y yute: limitaciones y tratamientos.

La resina poliéster es ampliamente utilizada debido a su bajo costo, facilidad de manejo (curado a temperatura ambiente y manejabilidad) y su versatilidad para ser usada con altos porcentajes de refuerzos/cargas. No obstante, al emplearse fibras de yute como fase dispersa, la eficiencia del refuerzo se ve afectada por la naturaleza hidrofílica de las fibras, así como por la presencia de grupos hidroxilo en la superficie, factores que reducen la compatibilidad con matrices poliméricas termoestables. Adicionalmente, la estabilidad térmica del yute

presenta un obstáculo en procesos donde se involucren altas temperaturas para moldeo de piezas (procesos primarios de transformación en polímeros de ingeniería), ya que las pérdidas de masa de la fibra llegan a ser significativas entre los 280 y 320 °C (Farooq et al., 2024).

La mitigación de estos problemas y el mejoramiento de las propiedades de los compuestos, puede llevarse a cabo mediante distintos procedimientos, por ejemplo:

- Mediante el tratamiento con hidróxido de sodio (a diferentes concentraciones y tiempos), se puede llegar a eliminar la capa de hemicelulosa y lignina, para dejar a la celulosa en la superficie, lo cual permitirá mejor adhesión con la matriz.
- Mediante el uso de aditivos acoplantes, silanos y copolimerizaciones en bloque (graft), con el fin de que el yute sea más hidrofóbico y se mejore la interacción interfacial entre los componentes del compuesto.
- Mediante el uso de energía ionizante (radiación gamma) o por microondas, para la modificación de las propiedades físicas y químicas. (Kaysar et al., 2024: Shaquir et al., 2024: Pradeepa et al., 2023)

Fores et al., 2024, evaluaron los efectos mediante tratamientos químicos (NaOH al 2%, $H_2O_2$ al 30%) en compuestos de yute/poliéster. El tratamiento alcalino fue eficaz en la remoción de componentes lignocelulósicos y mejoró la adhesión a la matriz. Se tuvo aumento en la absorción de agua debido a la mayor exposición de los grupos hidroxilo (alcanzando un máximo de hasta el 27%). El tratamiento con peróxido de hidrógeno, resulto ser efectivo, reduciendo el comportamiento hidrofílico (con un máximo del 16.5%). En el aspecto mecánico, se incrementó la resistencia a la flexión en 250% (de 34 a 122 MPa) y módulo en 107.69% (de 1300 a 2700 MPa).

Mollah y colaboradores (2024), estudiaron los efectos de dosis de radiación gamma (2.5-10 kGy) en laminados de fibras de yute con resina poliéster fabricados por moldeo por compresión. Los resultados mostraron que dosis de 7.5 kGy logran mejoran el 14% de la resistencia a la tensión (91.3-104.2 MPa), 28% la resistencia a la flexión (176 a 225 MPa) y 13% la resistencia al impacto multiaxial (31 a 35 kJ/m2), en comparación con los laminados sin irradiados. Además, se obtuvo un incremento un 20% (90.7 a 112 MPa), en la rigidez de los laminados, el incremento se atribuye a un proceso de entrecruzamiento de los grupos hidroxilo de las fibras y los grupos funcionales de la matriz, formando estructuras que optimizan la adhesión interfacial.

## 1.4 Llantas

### 1.4.1. Impacto ambiental de los desechos de llantas

En la actualidad se producen de 2 a 3 billones de llantas cada año, utilizando mezclas de elastómeros naturales y sintéticos, cargas, refuerzos metálicos y poliméricos, pigmentos y aditivos químicos. Llantas que debido a su alta resistencia a la degradación térmica y mecánica, las convierte en basura de vida prolongada. Basura con una tendencia en tasa de crecimiento del 70% en las décadas venideras, a no ser que ocurra algún cambio en el consumo actual. (Dabic et al., 2021: Magagula et al., 2023: Valentini et al., 2022)

Las llantas desechadas se vierten en tiraderos de basura, en terrenos o bien son quemadas al aire libre liberándose humo denso, partículas, contaminantes orgánicos antioxidantes (hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP)), metálicos altamente tóxicos (zinc) y compuestos orgánicos. (Halsband et al., 2024)

No obstante, en investigaciones se reporta el uso de hule recuperado en diversas aplicaciones, por ejemplo, en la fabricación de concretos, rellenos geotécnicos, superficies deportivas y materiales compuestos. Con el objetivo de

mejorar la ductilidad, absorción de impactos y aislamiento acústico. (Mohajerani et al., 2020)

Mediante la aplicación de métodos más avanzados, como pirólisis y la recuperación termo-oxidativa se puede lograr una recuperación parcial de aceites, gases y caucho aptos que pueden ser integrados de nuevo en otros productos y compuestos. (Zhang et al., 2020)



*Figura 6 Tiradero de llantas clandestino*

El hule de estireno-butadieno (SBR) se ha convertido en el elastómero sintético más utilizado en la industria de las llantas, el cual se combina con el hule natural (NR) y el polibutadieno (BR). El SBR es un copolímero de estireno y 1,3-butadieno, ambos polímeros controlan la temperatura de transición vítrea (Tg) y el comportamiento viscoelástico. (Dhanorkar et al., 2021)

La combinación de los hules (SBR, NR y BR), refuerzos, acoplantes, plastificantes e iniciadores de entrecruzamiento (vulcanización), ha permitido obtener llantas con mayor resistencia a la compresión, mayor agarre al asfalto y baja tasa de desgaste por fricción y temperatura. Como refuerzo se ha utilizado el negro de humo (CB), para mejorar la resistencia a la abrasión, fatiga, tensión y el módulo elástico. Como acoplantes se utilizan partículas de sílice y agentes

acoplantes (silanos), para incrementar la fricción y evitar los derrapes. Los plastificantes (petróleo, resinas fenólicas y biobasadas) se utilizan para controlar las propiedades viscoelásticas, facilitando la fabricación y moldeo. Para la vulcanización se utilizan azufre, aceleradores orgánicos [Di-fenilguanidina (DPG)] y activadores [estearato de zinc y el óxido de zinc (ZnO)], con los cuales se logra controlar la densidad de entrecruzamiento y la estructura final de la red tridimensional. (Maciejewska et al., 2020: Nasruddin 2023: Pierigé et al., 2024)

### 1.4.2. Obtención de llantas

La fabricación de llantas se lleva a cabo en diferentes etapas. En la primera, se mezclan los hules (SBR, NR, BR), las cargas, los aditivos y los plastificantes, en condiciones controladas y a bajas temperaturas, con el fin de prevenir entrecruzamientos no deseados. Durante el proceso, el óxido y el estearato de zinc forman compuestos que reaccionan al contacto con el azufre, generando enlaces C-Sx-C entre las cadenas poliméricas. Los entrecruzamientos pueden ser polisulfuros, disulfuros o mono sulfuros. La distribución y la suma de los entrecruzamientos controlan las propiedades finales. (Hosseini et al., 2018: Kruželák et al., 2025)

El negro de humo disminuye el tiempo de vulcanización, actuando como catalizador en las primeras etapas del entrecruzamiento. La velocidad de vulcanización logra su máximo valor a una concentración critica de negro de humo. Para grandes cantidades de negro de humo, se puede formar una red percolada, con cadenas y aglomeraciones de hule que retardan el entrecruzamiento entre los radicales libres. (Mensah et al., 2018)

No obstante, el uso de peróxido de di-cumilo permite obtener una densidad de entrecruzamiento mayor, a través de los enlaces C-C, con propiedades diferentes a los hules producidos con azufre.

En la segunda etapa, la mezcla se moldea mediante extrusión (rodaduras y bandas laterales) y calandrado (capas y recubrimientos). En la tercera etapa, de

construcción, el revestimiento interior, las capas de la estructura, las capas de cinturones, los costados y las rodaduras se ensamblan en un tambor para formar una “llanta cruda”.

Finalmente, en la última etapa, esta se coloca en un molde y se vulcaniza a temperatura y presión controladas. Durante este proceso, el curado con azufre de todos los componentes proporciona la densidad de entrecruzamiento y la estructura de red deseadas. También, en esta etapa una cámara de inflado introduce aire para presionar el ensamble contra el molde, imprimiendo el dibujo de la rodadura y asegurando el curado en todas las piezas. (Araujo et al., 2021)

### 1.4.3. Materiales compuestos de resina poliéster y hule de llantas

El reciclaje de llantas se lleva a cabo mediante la molienda y la pulverización, obteniéndose lo que se conoce como hule de llanta molido (GTR: Ground Tire Rubber); el cual contiene hules, cargas, aditivos y colorantes. Este no puede ser procesado por métodos de fundición. (Fazli et al., 2020)

Se ha utilizado el GTR como relleno en matrices elastoméricas, termoplásticas y termoestables. Las partículas actúan como inclusiones elásticas. Sin embargo, debido a su naturaleza no polar y su contenido de contaminantes en la superficie, se genera cierta incompatibilidad y baja adhesión con la matriz a la que se adicione. No obstante, se han llevado a cabo procesos para solucionar estas deficiencias, por ejemplo:

- La optimización del tamaño de partícula mediante molienda a temperatura ambiente y criogénica. Tamaños entre 100 y 150 µm proporcionan una mayor área superficial y rugosidad, con la cual lograr una mejor dispersión y acoplamiento mecánico en la matriz utilizada.
- Tratamientos mecano-químicos combinados con molienda criogénica, para la modificación de la superficie (Klajn et al., 2021). Un ejemplo es el trabajo desarrollado por Araujo et al., (2021) en el cual el GTR se modificó con

ácido sulfúrico durante la molienda a bajas temperaturas en nitrógeno líquido. Su adicción a la matriz de SBR produjo un aumento del 115% en la resistencia a la tracción y 761% en la elongación a la ruptura. Sin embargo, el proceso de modificación es complejo y requiere de inversión.

- El uso de energía ionizante como la radiación gamma, la cual puede ser controlada a través de las condiciones de irradiación y las dosis aplicadas, además de ser un proceso amigable con el medio ambiente.
- La adición de gránulos de caucho reciclado sin ningún tratamiento previo a una matriz de resina poliéster (proporciones de 100:5 a 100:15), disminuyen la resistencia a la tensión (8.85%, 13.51% y 16.19%) conforme aumenta el contenido. Pese a que la resistencia a la fluencia disminuye (51.46 MPa a 41.82 MPa), la adición del caucho incrementa la elongación total del compuesto (1.95 a 2.35%) y en consecuencia la ductilidad. Los valores obtenidos se relacionaron con la baja adhesión matriz/refuerzo. (Yıldızhan et al., 2022)
- Antypas y colaboradores (2026), mostraron que la adición de polvo de llanta (hasta un 50% en volumen) puede transformar a la resina poliéster en un material aislante eficiente. Un contenido alto de polvo de llanta disminuye la densidad del compuesto hasta en un 22% (de 1.16 a 9.05 g/cm$^3$) y la conductividad térmica un 19% (hasta 0.207 W/m.K), valores que mejoran la capacidad de aislamiento. Es notable que todos compuestos presentaron el valor mínima requerido de 61.83 MPa de resistencia a la compresión, sin mostrar signos de ruptura o grietas.

## 1.5 Radiación gamma

Se le conoce como radiación gamma a la radiación emitida típicamente por núcleos como el cobalto 60, con energías de fotones que runden los 1.17 a 1.33 MeV. Al momento en que los rayos gamma atraviesan la materia, estos interactúan mediante el efecto fotoeléctrico, el efecto Compton y la producción de pares, generando electrones que inducen ionización y excitación de estados

electrónicos. En sólidos orgánicos como son los polímeros, estos eventos llevan a ionización y rompimiento de enlaces que rápidamente se convierten en radicales libres altamente reactivos y fragmentos moleculares. Estas especies constituyen la base de la química inducida por radiación en materiales poliméricos, fundamentando todos los fenómenos y modificaciones que se pueden llegar a realizar. La dosis absorbida, tasa de dosis empleada, temperatura y atmosfera de la irradiación gobiernan el rendimiento y fin de los radicales libres generados y por consecuencia la respuesta que presentara el material. (Çalişkan et al., 2018: Comstock et al., 2020)

### 1.5.1 Radiación gamma en polímeros

El uso de la radiación gamma ofrece ventajas importantes en comparación con métodos basados en sustancias químicas. Ventajas que incluyen:

- No usar iniciadores ni catalizadores.
- Llevar a cabo la iniciación de la polimerización, la modificación superficial e inclusive la esterilización en diversos materiales.
- La aplicación de la radiación puede llevarse a cabo en sólidos o en soluciones, e incluso en sistemas donde no se tiene contacto con solventes. Con lo cual se logra reducir o eliminar agentes externos contaminantes.
- No genera desperdicios secundarios, a diferencia de los procesos de modificación tradicionales (tratamientos con hidróxido de sodio, agentes acoplantes).
- Su versatilidad en procesos de reciclado de materiales en comparación con procesos llevados a cabo con temperatura o procesos mecánicos (triturado y molienda). (Ashfaq et al., 2020)

La radiación gamma se ha utilizado en diversas aplicaciones, por ejemplo:

- la esterilización de productos médicos y cosméticos, a temperatura ambiente, sin la necesidad del uso de agentes químicos, lo cual es una ventaja sobre procesos químicos o de autoclave.

- Descontaminación de alimentos y empaques.
- Tratamiento de semillas para la agricultura.
- En los sectores automotriz, aeronáutico y electrónico, se utiliza para mejorar propiedades (mecánicas, térmicas, dieléctricas), a través de los procesos de entrecruzamientos, compatibilización, formación de bloques en las cadenas (grafting). (Azevedo et al., 2025: Silva et al., 2014)

En los polímeros, la radiación gamma produce radicales libres por el rompimiento de las cadenas poliméricas principales, así como radicales secundarios, localizados en los enlaces de hidrógeno, por ejemplo, O-H. Los radicales libres pueden recombinarse para formar enlaces covalentes entre cadenas, con lo cual se incrementa el peso molecular y la densidad de entrecruzamiento en la red tridimensional. También se pueden generar reacciones de oxidación, que producen rompimiento de cadenas y disminución del peso molecular. La ocurrencia de estos procesos depende primordialmente de la estructura química y de la dosis de irradiación. (Liu et al., 2021; Naikwadi et al., 2022)

La radiación gamma se utiliza como un agente de curado para las resinas poliéster, sin la necesidad del uso de catalizadores químicos. Pereira y colaboradores (2026) utilizan la radiación para la preservación de obras de arte y artefactos de madera del patrimonio cultural. A una dosis de 50 kGy se obtiene el entrecruzamiento de la matriz, la eliminación de microorganismos e insectos que ponen en riesgo las obras de arte.

La radiación gamma modifica la superficie de las partículas de hule (Ground Tire Rubber: GTR), logrando mayor adhesión a la matriz, sin la necesidad de usar algún iniciador o compuesto químico. Además, produce oxidación en la superficie del GTR, y grupos polares (carbonilos, hidroxilos). A dosis bajas (30 kGy) se modifican los enlaces S-S y C-S pero no las cadenas principales, además de disminuir la densidad de entrecruzamiento y el aumento de la polaridad en la superficie (Fathy et al., 2023)

En mezclas de hule SBR y hule vulcanizado, se aplicaron diferentes dosis de radiación (25, 50, 100 y 150 kGy), las cuales generaron radicales libres e incrementaron la densidad de entrecruzamiento. Además de mejorar la compatibilidad en la mezcla. Con la radiación gamma se incrementó la dureza (hasta de 53 shore A) y se disminuyo en 72% la pérdida de masa por abrasión. (Elnaggar et al., (2019).

En el tratamiento y modificación de fibras naturales, la radiación gamma ha demostrado ser una herramienta útil para la modificación superficial. En materiales lignocelulósicos, se generan radicales libres (ruptura de enlaces glicosílicos), grupos carbonilo y carboxilo, así como procesos de oxidación. A dosis muy altas se produce la degradación y aumento de la fragilidad, los cuales pueden causar cambios en cristalinidad y en la estructura molecular. (Islam et al., 2025)

Materiales compuestos de resina poliéster y tres capas de fibras de yute fueron irradiados a dosis de 30 kGy (Motaleb et al., 2020), obteniéndose aumento del 98%, en la resistencia a la tensión (de 19.92 a 39.44 MPa), causado por el incremento en la densidad de entrecruzamiento de la resina. El compuesto fue cinco veces más rígido al pasar de un módulo de Young de 235.3 MPa a 1218.3 MPa. Para dosis de 50 kGy, predominó el fenómeno de fotodegradación, y la disminución de la resistencia a la tensión del 63%, con respecto al compuesto sin irradiar.

## 1.6 Viscoelasticidad en materiales poliméricos

### 1.6.1 Respuesta elástica y viscosa

En los materiales poliméricos, la viscoelasticidad es el comportamiento mecánico que combina las características de un sólido elástico ideal y de un fluido viscoso. Un sólido elástico se comporta según la ley de Hooke, que establece que la deformación que sufre un material es proporcional al esfuerzo aplicado, por lo que, si se deja de aplicar una carga, el material no sufre deformación permanente. Por otra parte, los fluidos viscosos se explican mediante las leyes de Newton,

según las cuales el esfuerzo es proporcional a la tasa de deformación e independiente de la deformación total del material. En este tipo de comportamiento, la deformación aumenta de forma continua y permanente.

Los materiales poliméricos presentan la peculiaridad de exhibir dos comportamientos: al someterse a una carga, almacenan energía (respuesta elástica), la cual es disipada en forma de calor mediante movimientos moleculares (respuesta viscosa). Este comportamiento se representa gráficamente mediante símbolos: un resorte representa la contribución elástica y un pistón, la contribución viscosa. (Silva et al., 2020; Shaw et al., 2018).

### 1.6.2 Mecanismos de relajación

A nivel molecular, el comportamiento viscoelástico se debe a las diferentes conformaciones de las cadenas poliméricas, sus entrecruzamientos, ramificaciones y composición. Por ejemplo, en polímeros amorfos, las cadenas sufren entrelazamientos, rotaciones de segmentos y estiramientos; cada uno de estos movimientos está asociado a un tiempo de relajación, por lo que la relajación final del material depende de la suma de varios mecanismos. Por otra parte, en polímeros termoestables o altamente ramificados, la formación o ruptura de puentes de entrecruzamiento a lo largo del tiempo produce comportamientos de relajación que varían en procesos de envejecimiento. (Ferry et al., 1961: Jeong et al., 2020)

La relajación de esfuerzos puede observarse aplicando una rampa de deformación y registrando la caída de esfuerzos durante un rango de tiempo determinado. En el caso de un sólido elástico ideal, el esfuerzo permanece constante; sin embargo, en un material viscoelástico, como los polímeros, se observa una caída de esfuerzo con el tiempo, descrita por un módulo de relajación E(t), que indica cómo un material pierde su capacidad para soportar una carga.

Adicionalmente, las pruebas de creep (fluencia) se utilizan como técnicas complementarias, en las que se aplica una carga constante y se registra la deformación resultante. En este caso, un sólido elástico ideal se deforma de manera instantánea, mientras que un polímero viscoelástico muestra un aumento gradual de la deformación (usualmente presentando un incremento rápido seguido de un incremento gradual, hasta alcanzar un valor constante), medido como la complianza de fluencia, J(t). (Neves et al., 2023: Spathis et al ., 2023)

## 1.7 Modelos descriptivos

### 1.7.1 Modelo de Maxwell y Kelvin-Voigt

Los modelos de viscoelasticidad lineal emplean combinaciones de elementos, como resortes y pistones. Por ejemplo, en el modelo de Maxwell se utiliza un resorte y un pistón conectados en serie para definir un elemento: la deformación total es igual a la suma de las deformaciones de los elementos individuales y el esfuerzo es igual en ambos componentes. Al someter un elemento de este tipo a un esfuerzo constante, la deformación crece sin límite, lo que hace que el modelo de Maxwell se comporte como un fluido viscoso y no pueda representar un sólido real.

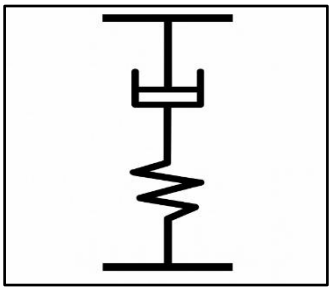


*Figura 7 Elemento de Maxwell*

El modelo de Kelvin-Voigt conecta un resorte y un pistón en paralelo. Haciendo que el esfuerzo total sea igual a la suma de los esfuerzos elásticos y viscosos. Al realizar un experimento de Creep con un esfuerzo constante, la

deformación avanza hasta aproximarse a un valor finito característico de un sólido viscoelástico y, después de retirar la carga, el elemento se recupera completamente. (Segura et al., 2025). No obstante, al aplicar una deformación constante, el modelo predice un esfuerzo constante, sin relajación alguna, lo que asemeja el comportamiento de un sólido elástico.

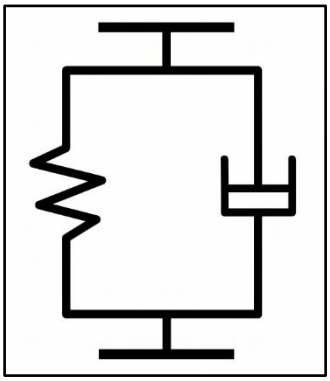


*Figura 8 Elemento de Kelvin Voigt*

### 1.7.2 Modelos generalizados de Maxwell y Kelvin

Los elementos de Maxwell y de Kelvin-Voigt, de forma unitaria, no son aptos para describir los fenómenos en materiales poliméricos, en los que la relajación no depende de un solo mecanismo. Para realizar un análisis coherente, se pueden utilizar los modelos denominados generalizados, que se formulan mediante el acomodo en paralelo y/o en serie de elementos de Maxwell y de Kelvin-Voigt (Hansen et al., 2024; Sierra et al., 2019; Xu et al., 2015), cada uno con sus módulos elásticos y tiempos de relajación característicos. Por ejemplo, el modelo de Maxwell generalizado consiste en un conjunto de elementos de Maxwell conectados en paralelo, considerando que la relajación no ocurre simultáneamente debido a la presencia de cadenas de distintos tamaños.

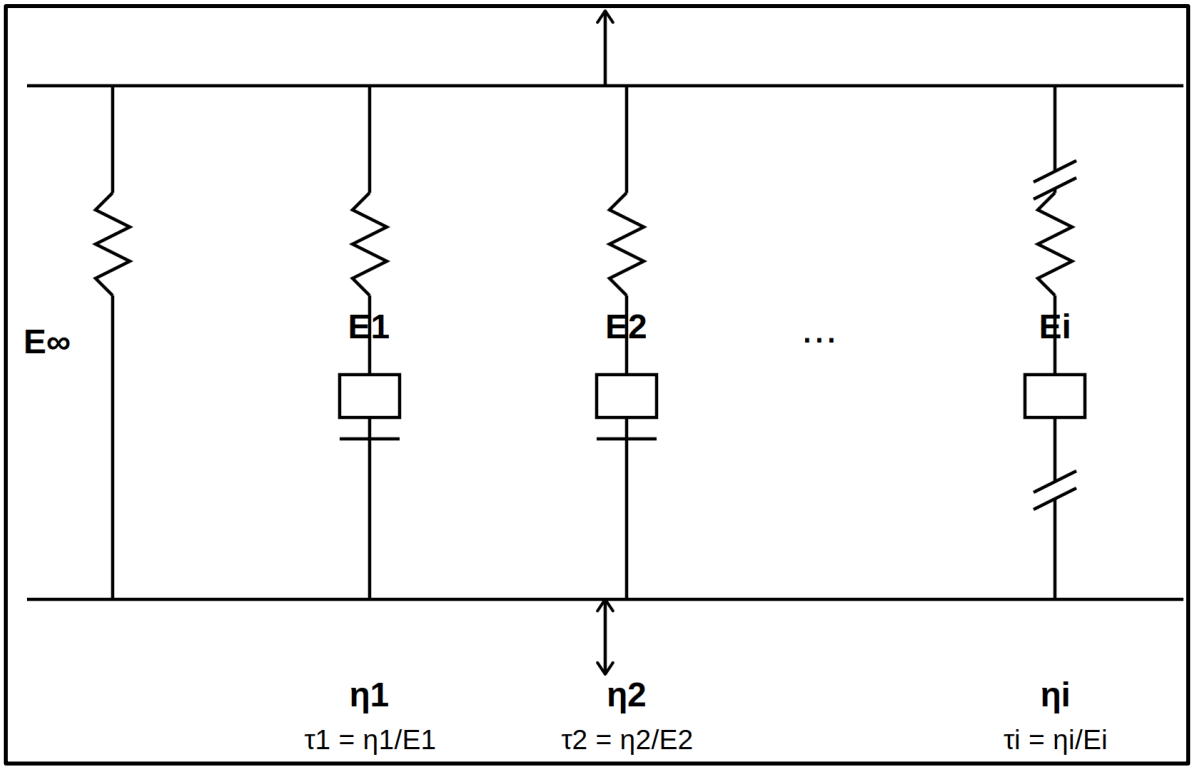



*Figura 9 Ejemplo de modelo Maxwell generalizado*

Para polímeros que presentan un comportamiento rígido después de un proceso de curado (como las resinas poliéster), el módulo de relajación E(t) se aproxima a un valor finito, denominado módulo de equilibrio E(t), haciendo que la ecuación de Prony sea (Kumar et al., 2025):

$$E(t) = Ee + \Sigma\, Ei\, e^{\frac{-t}{\tau i}}$$

En donde:

- Ee: Módulo elástico
- Ei: Constante elástica
- τi: Tiempo de relajación (η/Ei)
- t: tiempo transcurrido desde que se aplicó la deformación

### 1.7.3 Obtención de parámetros

Una de las mayores ventajas de utilizar las series de Prony para el análisis viscoelástico de los materiales, es la facilidad de obtener parámetros mediante pruebas dinámico-mecánicas. Mediante la aplicación de un esfuerzo cíclico a un espécimen de prueba, se pueden medir el módulo de almacenamiento (energía almacenada) y el módulo de pérdida (disipación de energía). (Schippers et al., 2021; Zeltmann et al., 2017).

Una vez obtenidos los datos, se determinan los coeficientes de la serie (Ei y T1), ajustando la curva de los datos experimentales en función de la frecuencia. La ecuación utilizada para el ajuste es:

$$E'(f) = Ee + \Sigma \frac{Eif^2\tau^2}{1 + f^2\tau^2}$$

Donde:

- f: frecuencia utilizada en la prueba de DMA
- Ee: Módulo del material después de la relajación (instantáneo)
- Ei: Módulo de relajación del material (viscoelástico)
- $\tau$: tiempos de relajación del material (viscoelástico)

Con este procedimiento es posible obtener los parámetros necesarios para definir el comportamiento del material e implementarlo en modelos de simulación.

## 1.8 Materiales de refuerzo y comportamiento viscoelástico

La adición de componentes externos a las matrices poliméricas no solo tiene efectos sobre su comportamiento mecánico o térmico, sino que también afecta en gran medida su naturaleza reológica, lo que se traduce en un cambio en su desempeño a corto y largo plazo. Por ejemplo, al añadir un material elastomérico a una matriz polimérica rígida (termoestable o altamente entrecruzada), este añade secciones altamente viscoelásticas que modifican la

forma en que la energía se disipa, así como la amortiguación de esfuerzos. Estas cadenas se caracterizan por su flexibilidad pese a existir entrecruzamientos, lo cual se traduce en movimientos de segmentos al aplicar cargas cíclicas.

Se ha demostrado que en mezclas elastómericas, variando el contenido de hule estireno-butadieno (SBR), se puede ajustar el módulo de almacenamiento y el amortiguamiento (tan δ) en función de la temperatura y la frecuencia (Kargarzadeh et al., 2015). En concretos poliméricos que utilicen una base de resina poliéster, la inclusión de partículas de llanta molida incrementa el módulo de pérdida y aumenta la dispersión de cargas aplicadas, al mismo tiempo de reduce la rigidez del material, dependiendo del porcentaje utilizado, ya que contenidos mayores al 30% pueden comprometer la integridad del producto final (Tavares et al., 2002)

La incorporación de fibras (naturales o sintéticas) también tiene un gran efecto en la modificación de las propiedades viscoelásticas de las matrices poliméricas, añadiendo mayor fricción interna entre las cadenas y las fibras. Por ejemplo, la adición de fibras lignocelulósicas funcionalizadas genera interfaces que actúan como canales de disipación adicionales en su comportamiento a largo plazo (Shlykov et al., 2022). En concretos poliméricos y materiales entrecruzados, las fibras ayudan a aumentar de módulo de flexión y a reducir la fricción interna, lo que provoca un comportamiento mayormente elástico (Tavares et al., 2002). En materiales con un comportamiento viscoelástico predominante, estos refuerzos tienden a actuar como amortiguamientos adicionales y a aumentar la capacidad de disipación bajo cargas cíclicas. (Prasad et al., 2020; Shlykov et al., 2022).

En un material compuesto se considera una red de distintos elementos viscoelásticos ordenados, cada uno con sus respectivos tiempos de relajación. Las propiedades finales del material dependen de la superposición de todos los elementos integrados, los cuales se pueden identificar y estudiar mediante las

aplicaciones de los modelos de Maxwell y Kelvin-Voigt ajustados a los experimentos de creep, DMA y relajación.

Mediante el control de los tipos de refuerzos, los porcentajes y las fracciones volumétricas de cada componente en el compuesto, se pueden diseñar materiales con combinaciones específicas de rigidez, resistencia a creep a largo plazo y amortiguamiento.

# CAPITULO 2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS

## 2.1 Diseño de experimentos

Se conoce como diseño de experimentos (DOE: Design of Experiments), a la metodología estadística utilizada con el fin de planear, ejecutar y analizar series de experimentos de manera confiable y eficiente. En el caso de la formulación de materiales compuestos, este tipo de metodología resulta especialmente útil por su capacidad de evaluar simultáneamente dos o más factores para cuantificar sus efectos individuales y conjuntos. (Weissman et al., 2015)

A diferencia de otras metodologías y pruebas empíricas, el DOE debe iniciar con un objetivo claro del porqué se piensa usarlo, ya sea para la selección de variables, la estimación de funciones de transferencia, la optimización o los estudios de interacciones. El diseño por utilizar se selecciona de modo que los datos experimentales se ajusten a un modelo específico que pueda estimarse y utilizarse para la predicción y optimización.

Los principios fundamentales en la preparación de un diseño simple o complejo involucran: i) la aleatoriedad, tratando de evitar caer en sesgos ocultos; ii) el bloqueo y la agrupación, tratando de descartar fuentes de variación conocida o ajena al objeto de estudio. (Konda et al ., 1999)

## 2.2 Tipos de diseño

En la actualidad existe un gran número de diseños experimentales, los cuales pueden satisfacer de forma óptima un sinfín de objetivos en la investigación de materiales, no obstante, muchos son variaciones y/o extensiones de diseños básicos.

### 2.2.1 Diseño de un factor

Este tipo de experimentos se realizan de forma completamente aleatoria para comparar distintos tratamientos bajo las mismas condiciones, los cuales se analizan mediante un análisis de varianza. Dependiendo del número de tratamientos o condiciones a comparar, este tipo de diseños puede ser sustituido por herramientas estadísticas más simples como pruebas “f”. Este tipo de diseño es común en pruebas comparativas de materiales, lotes de reactivos y tratamientos, y en el control de calidad de materias primas. (Jankovic et al., 2021)

### 2.2.2 Experimentos factoriales

Se utilizan diseños factoriales en objetivos que requieran el análisis simultáneo de dos o más factores para estimar efectos e interacciones. Mediante el uso de niveles en esta clasificación de diseños, es posible estudiar factores cuantitativos y cualitativos en un mismo experimento.

Cuando el número de factores se vuelve muy grande, en los diseños factoriales se pueden emplear variaciones fraccionales y similares (como Plackett-Burman o arreglos ortogonales), para reducir significativamente el número de pruebas, priorizando los efectos más importantes. Esta categoría es utilizada ampliamente en objetivos que requieren filtrar los resultados más importantes sin alargar el proceso. (Jankovic et al., 2021)

Debido a la introducción de varios factores y niveles, los diseños de experimentos factoriales son los más reportados en la literatura, ya que su rango

de aplicación es muy grande, desde la formulación de compuestos, el análisis de reacciones, la optimización de procesos industriales (reactores, procesos de transformación, reciclaje), la efectividad de aditivos, entre otros casos.

### 2.2.3 Optimización y Superficies de Respuesta (RSM)

Una vez que se tienen los resultados y el análisis realizado con el DOE, se lleva a cabo la optimización. Se utilizan herramientas post-diseño como la metodología de superficies de respuesta (RSM: Response Surface Methodology), que utiliza modelos polinomiales que describan la curvatura del comportamiento de una respuesta, con base en los factores seleccionados, como se muestra en la figura 10. Para generar superficies de respuesta se utiliza el diseño de compuestos central (CCD: Central Composite Design) o el Box-Behnken que requieren un mínimo de pruebas, con el fin de cumplir satisfactoriamente con los puntos del espacio experimental. (Khuri et al ., 2010)

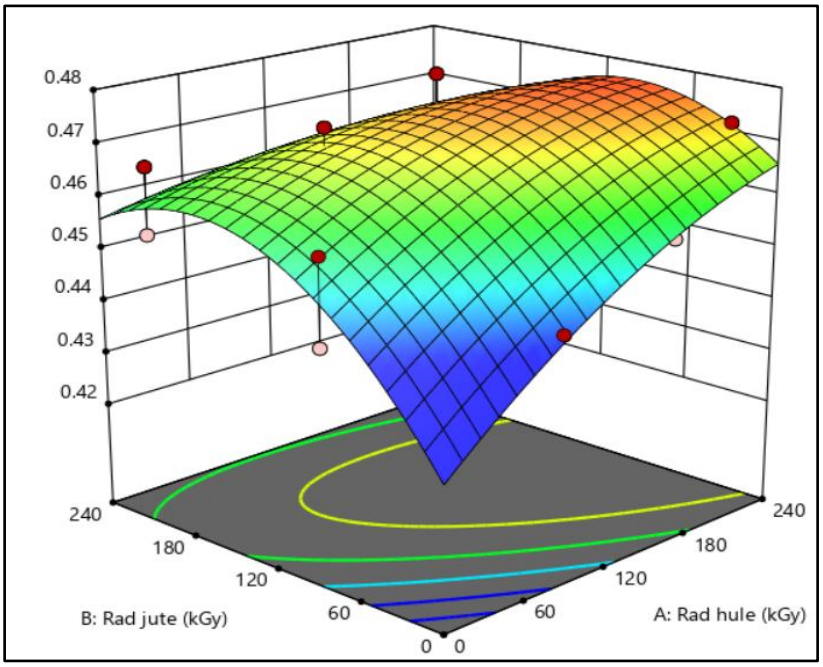



*Figura 10 Superficie de respuesta (tratamiento de radiación en refuerzos)*

### 2.2.4 Diseños de mezclas

Es un diseño de experimentos factorial que tiene como objetivo analizar la aportación individual de los componentes de la mezcla (o compuesto) a respuestas específicas. La principal diferencia que se tiene con los diseños factoriales tradicionales es trabajar con base en una interacción conocida y cuantificar sus efectos. Además, la ventaja del diseño de mezclas radica en la aleatoriedad de las series. Si se limita esta, se pueden afectar la generación de superficies o los resultados de optimización y predicción. (Buruk et al., 2016)

## 2.4 Pasos para realizar el diseño de experimentos

La ejecución de un diseño de experimentos en un proyecto sigue un orden de pasos, que consisten en:

- **Formulación del problema y respuestas a estudiar:** En el primer paso, se deben identificar las preguntas que se resolverán con el experimento, y las respuestas que se medirán.
- **Selección de diseño y del tamaño muestral**: Dependiendo de los objetivos establecidos en la formulación del experimento, así como del tamaño estimado de las series a realizar, se debe escoger un tipo de diseño y los niveles de cada factor. Es importante considerar en este punto si la metodología a utilizar es acorde con los objetivos y metas del proyecto, o bien si se puede utilizar alguna alternativa más simple.
- **Formación de agrupaciones/bloques y filtros**: Dependiendo del caso específico a estudiar, así como de sus condiciones, es necesario evaluar si es necesario implementar grupos o divisiones dentro de las series para

medir de manera efectiva la repetibilidad y la reproducibilidad de los resultados.

- **Análisis estadístico**: Una vez que se tienen los resultados de la parte experimental, se lleva a cabo el análisis de varianza o el análisis con modelos de regresión (lineal/polinomial). En los factores cuantitativos, los modelos polinomiales muestran tendencias y puntos de curvatura específicos, mientras que en los factores cualitativos muestran los efectos principales e interacciones.
- **Retroalimentación**: Posterior al análisis de datos con modelos polinomiales, es posible revisar el ajuste del comportamiento de las respuestas individuales y, si este no es el óptimo, realizar ajustes para lograr el mejor resultado posible. Ya sea con el apoyo de superficies de respuesta o con otros métodos se puede lograr un ajuste simultáneo de múltiples respuestas.
- **Interpretación, optimización y confirmación**: La conclusión de un diseño de experimentos muestra los efectos e interacciones que permiten identificar factores importantes y configuraciones óptimas. Mediante el uso de herramientas de optimización basadas en la deseabilidad o en superficies de respuesta, es posible trabajar en resultados que involucren dos o más respuestas.

# CAPITULO 3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

## 3.1 Selección de Herramientas

En cada una de las metodologías empleadas se utilizaron las siguientes herramientas:

- **Modelos de series de Prony**: Para la obtención de los parámetros de Prony, el ajuste de la ecuación a los datos obtenidos y la visualización del ajuste. Se utilizó el programa Originpro 2018 de la compañía Originlab. Previamente se analizaron los parámetros y ajustes en el programa de Excel de Microsoft.
- **Aplicación de los parámetros de Prony con base en la Ingeniería Asistida por Computadora (CAE):** Cuando el ajuste de la ecuación es apropiado. Para la aplicación final de los parámetros se utilizó el paquete CAE denominado ABAQUS de la compañía Dassault Systemes.
- **Diseño de experimentos /generación de superficies de respuesta:** Para el análisis estadístico se utilizó el programa Design Expert desarrollado por Stat-Ease.

## 3.2 Materiales

### 3.2.1 Resina Poliéster

En la elaboración de los materiales compuestos se utilizó como matriz una resina termoestable de poliéster ortoftálica de uso general, PP-70x60 de la

compañía Poliformas S.A. (Ciudad de México). El proveedor especifica que la resina debe utilizarse preferentemente en los primeros seis meses desde su fecha de fabricación (indicada en el envase), ya que pasado este tiempo comienza la volatilización del monómero de estireno, el cual fue añadido al 30% en la resina.

En la investigación se utilizó:

1. Resina almacenada, producida dos años atrás
2. Resina producida en los últimos seis meses.

Las propiedades de la resina reportadas por el proveedor se muestran en la tabla 4.

*Tabla 4 Propiedades de la resina poliéster PP-70x60*

| **Propiedad** | **Valor** |
|---|---|
| Contenido de estireno, % | 25-30 |
| Densidad @ 25°C, g/cm$^3$ | 1.1 |
| Tiempo de gel, min (con 1% de MEEKP) | 12 |
| Tiempo de curado, min (con 1% de MEEKP) | 8 |
| Temperatura de Deflexión Térmica (HDT), °C | 68 |
| Dureza Barcol, HBa | 35 |

Dado que la formulación de la resina incluye un porcentaje de promotor (Octoato de cobalto), solo fue necesario añadir el iniciador. Para iniciar el proceso de curado de la resina, se utilizó peróxido de metil etil cetona al 1% (MEKP), tanto para la i) resina almacenada, producida dos años atrás y ii) la resina producida en los últimos seis meses.




*Figura 11 Contenedor de resina poliéster.*

### 3.2.2 Partículas de llantas de desecho

Las partículas de llantas automotrices de desecho fueron producidas por la compañía ECOTRITURADOSMTY localizada en Guadalupe, Nuevo León. El proceso de obtención, descrito por el proveedor, consistió en la trituración mecánica a temperatura ambiente, seguido de tres etapas de filtrado magnético y de aspiración neumática. El producto final fue pasado a través de cribas de mallas 40 (0.40 mm) y 20 (0.841 mm). Las partículas de llanta se muestran en la figura 12. Las partículas de llanta estuvieron libres de acero y fibras de nylon.

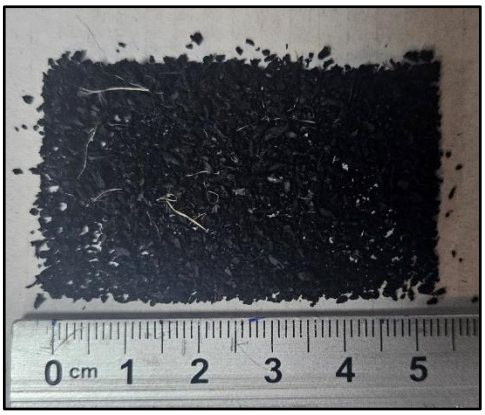



*Figura 12 Partículas de llanta de desecho.*

### 3.2.3 Fibras de yute

Las fibras de yute fueron obtenidas del proveedor Fantasías Miguel (Naucalpan, México), en dos presentaciones: i) Listón de yute natural de 5 cm x 5 m, en tapete entretejido y ii) cordón de yute natural de dos cabos de 100 m (Figura 13). Para las configuraciones de fibras en capas, se realizaron cortes del tamaño de las probetas (65 mm de largo por 10 mm de ancho).

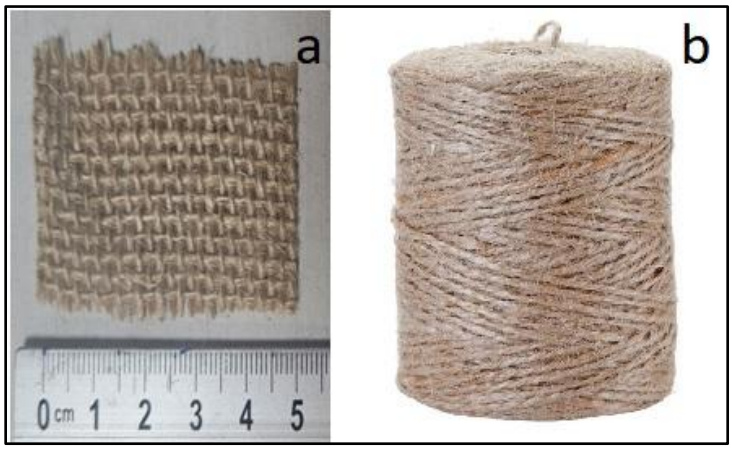



*Figura 13 Listón de yute entretejido (a), y cordón yute natural (b).*

## 3.3 Preparación de los materiales compuestos

Se detallan las etapas para la fabricación de los compuestos. Para ilustrar el procedimiento realizado se muestra la figura 14.

**Etapa I. Preparación:**

- Limpieza del molde y recubrimiento con 3 capas de cera desmoldante.
- Preparar la resina en el contenedor reutilizable de silicón (5 g por espécimen).
- Preparar las capas o cantidad de fibra de yute de acuerdo con el diseño o prueba.
- Preparar la cantidad de partículas de llanta de desecho de acuerdo con el diseño o prueba.

**Etapa II. Entrecruzamiento mediante el iniciador:**

- Preparar 1% de iniciador (Metil etil cetona, MEKP) de acuerdo con la cantidad de especímenes que se elaborarán.
- Añadir el iniciador al contenedor con la resina.
- Mezclar hasta obtener un cambio de color (de rosado a ámbar oscuro), evitando la formación de burbujas.

**Etapa III. Adición de las fibras de yute:**

- Sumergir las fibras de yute en la mezcla preparada de resina, durante un minuto.
- Añadir las fibras de yute en forma de láminas (configuración hand-lay-up) en el molde.

**Etapa IV. Adición de las partículas de llanta:**

- Añadir las partículas de llanta a la mezcla preparada de la resina.
- Añadir las partículas de llanta con resina y acomodarlas uniformemente dentro del molde

**Etapa V. Vaciado:**

- Vertir la resina sobre las fibras de yute y/o las partículas de llanta, previamente acomodados sobre el molde.

- Colocar el molde sobre una cama vibratoria durante 2 min, con la finalidad de eliminar las burbujas atrapadas.
- Sellar los especímenes con una tapa de vidrio a presión, para asegurar que las dimensiones sean consistentes, observando que no se generen burbujas

**Etapa VI. Almacenamiento:**

- Retirar las tapas de vidrio después de una hora.
- Levantar de un extremo los especímenes, evitando producir dobleces en los mismos, para garantizar que no se produzcan esfuerzos residuales.
- Almacenar los especímenes durante 7 días en un lugar limpio y sin exposición a la luz solar directa.

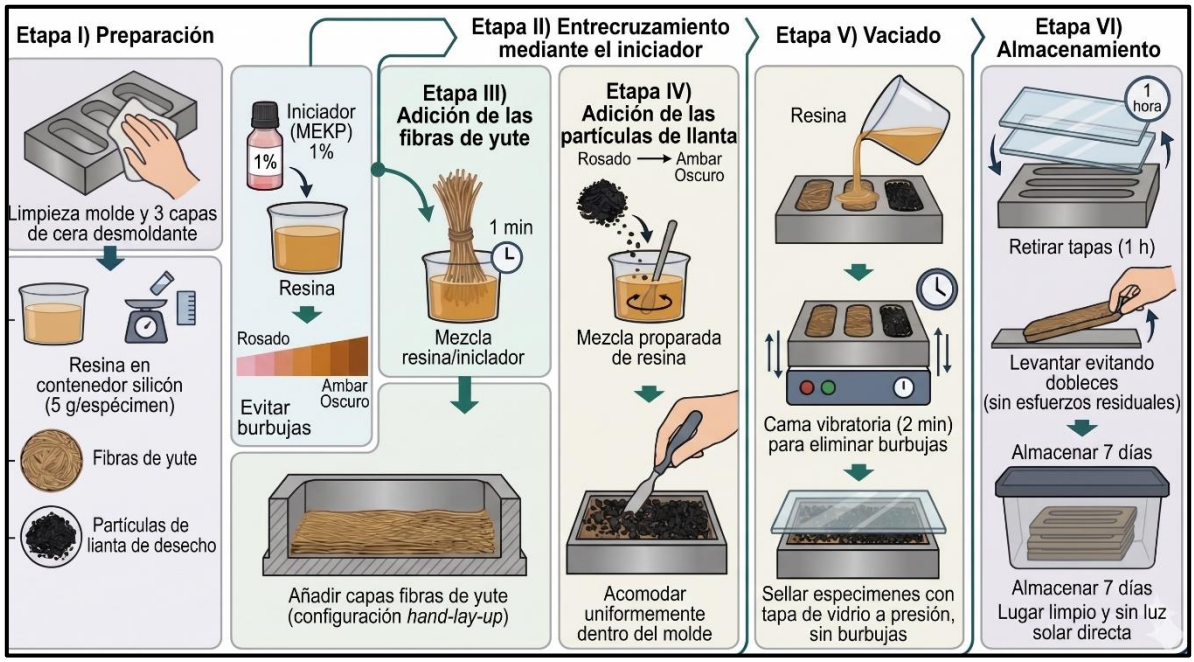



*Figura 14 Diagrama de los pasos para preparación de muestras*

## 3.4 Especímenes de prueba

Para la caracterización del impacto Izod se utilizaron especímenes de prueba, elaborados según la norma ASTM D256. Los moldes utilizados se

fabricaron mediante maquinado (fresado) en placas de acero (Figura 15). Las dimensiones de los especímenes de prueba se muestran en la figura 16.

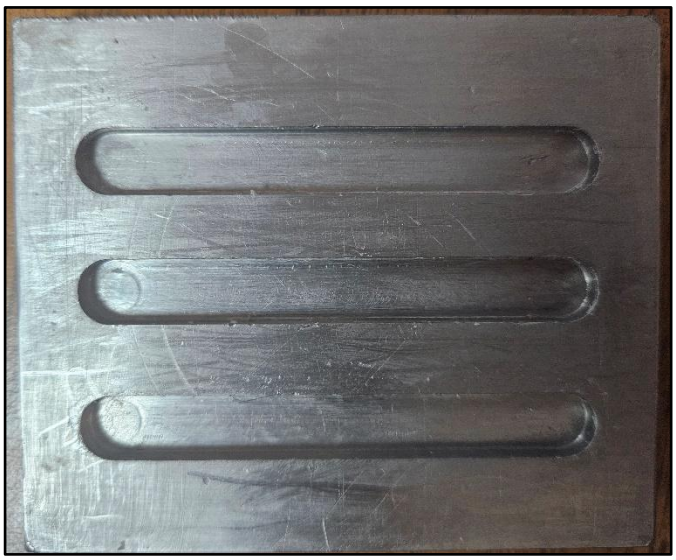


*Figura 15 Moldes de acero para la elaboración de especímenes.*

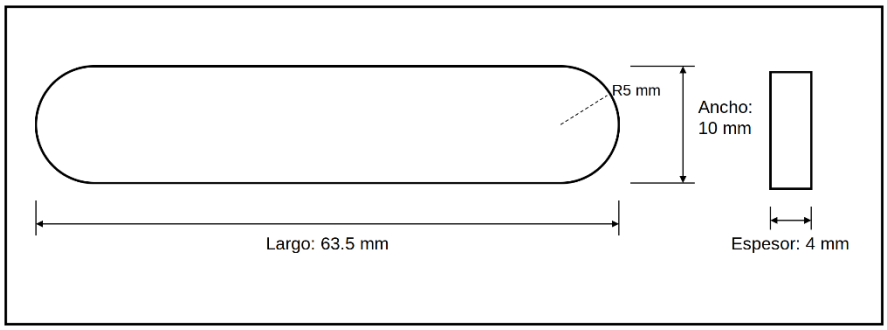



*Figura 16 Dimensiones de los especímenes de prueba*

## 3.5 Radiación gamma

Las muestras se sometieron a dos procedimientos de irradiación. En el caso de la resina poliéster pura, se aplicaron dosis en un intervalo de 0 a 500 kGy con incrementos de 100 kGy. Por otro lado, para las partículas de llanta y las fibras de yute se emplearon dosis de 50, 150, 300, 500 y 800 kGy. El proceso de irradiación se llevó a cabo en un irradiador industrial AECL modelo JS-6500 que opera con

lápices de cobalto-60 a una tasa de irradiación de 1.7 kGy/hr, localizado en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ).

## 3.6 Caracterización mecánica y reológica de los materiales compuestos

### 3.6.1 Pruebas de flexión

Se realizaron pruebas de flexión en tres puntos, para obtener i) Módulo de flexión, ii) Resistencia máxima de flexión y iii) Deformación máxima antes de ruptura. Las pruebas se realizaron en una máquina universal modelo Z030 de la compañía Zwick/Roell, siguiendo la norma ISO 178, cuyos parámetros de prueba se muestran en la tabla 5.

*Tabla 5 Parámetros de prueba de flexión en tres puntos*

| Parámetro | Valor |
|---|---|
| Ancho de muestra, mm | 10 |
| Espesor de muestra, mm | 4 |
| Separación entre soportes, mm | 64 |
| Radio de los soportes, mm | 5 |
| Radio del punto de flexión, mm | 5 |
| Pre-carga, N | 0.2 |
| Velocidad de pre-carga, mm/min | 1 |
| Velocidad de carga, mm/min | 2 |
| Módulo por deformación, % | 0.2 |

Para la realización de la prueba, se coloca el espécimen sobre dos soportes separados entre sí, cuidando que quede fijo y centrado en donde se aplica una precarga de 0.2 N, y posteriormente una carga a velocidad constante.




*Figura 17 Prueba de flexión en tres puntos*

### 3.6.2 Pruebas Dinámico-Mecánicas (DMA)

Las propiedades viscoelásticas y térmicas se realizaron en un equipo DMA modelo 800 de la marca TA Instruments, el cual cuenta con diferentes configuraciones de mordazas montadas en dos soportes fijos y un cantiléver móvil, el cual mide las oscilaciones de los especímenes (Figura 18 “A”) Se utilizaron dos tipos de mordazas: i) la de tres puntos y ii) la utilizada para pruebas de tensión en fibras y filamentos.

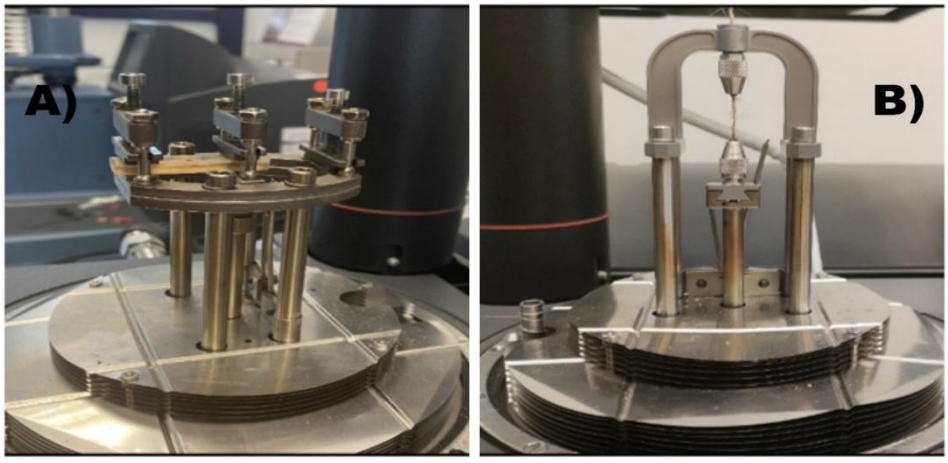



*Figura 18 Configuración de mordazas del DMA, “single cantiliever” (A) y “tensión de fibras” (B)*

La mordaza de tres puntos se utilizó en dos modos de prueba: i) rampa de temperatura y ii) barrido de frecuencia. Para la rampa de temperatura se programó un calentamiento de 5°C por min desde 30 °C hasta los 160°C sin ningún punto de isoterma y un método de amplitud con un valor de 30 µm. Mientras que la prueba de barrido de frecuencia, se llevó a cabo en el rango de frecuencia de 0.1 a 1 Hz en 19 pasos intermedios, en el modo conocido como Single Cantiliver, para medir deformación (0.1%).

El equipo de DMA, también se utilizó en la evaluación de las propiedades mecánicas puntuales en fibras, utilizando la mordaza mostrada en la figura 18 “B”. En este caso se utilizó una geometría cilíndrica en el modo de sujeción y una rampa de esfuerzo hasta alcanzar el límite o la ruptura.

### 3.6.3 Pruebas termomecánicas

Para la determinación del coeficiente de expansión lineal, se utilizó un equipo de TMA (Thermo Mechanical Analyzer), el cual es altamente sensible en la medición de cambios dimensionales como función de la temperatura. Además, de aplicar una fuerza constante mínima sobre el espécimen. Se utilizó el modelo Q400 de la marca TA Instruments, con parámetros de prueba señalados en la norma ASTM E831. Se midió en un modo de expansión, en un rango de temperatura de 30 °C a 80 °C, manteniendo las dimensiones del espécimen de 10x10x10 mm (Figura 19).

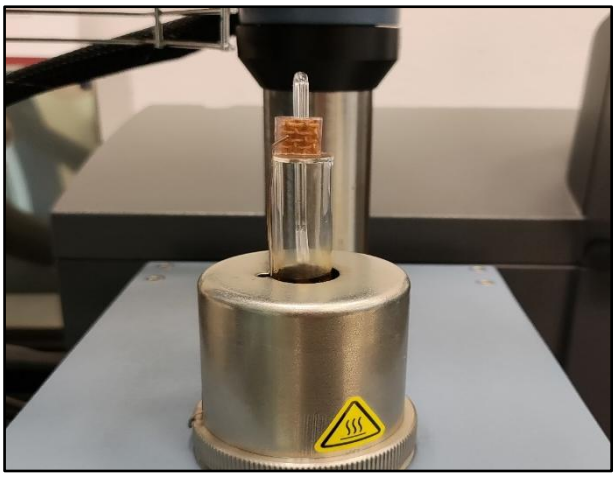


*Figura 19 Equipo de prueba "TMA"*

## 3.7 Caracterización Térmica

### 3.7.1 Análisis Termogravimétrico

La evaluación de la estabilidad térmica tanto de los materiales compuestos como de la matriz polimérica se llevó a cabo mediante análisis termogravimétrico (TGA), el cual permitió cuantificar las variaciones en masa en función de la temperatura. La cantidad de muestra analizada fue de 10 mg, la cual se colocó en una charola de platino. La prueba se llevó a cabo en una atmósfera de nitrógeno inerte en una cámara sellada, con una rampa de temperatura de 10 °C/min, en un rango de 25 °C a 650 °C, conforme al estándar E831.

### 3.7.2 Calorimetría Diferencial de Barrido

Se utilizó un equipo DSC modelo Q20 de la marca TA Instruments, siguiendo lo establecido en la norma ASTM D3418. La calorimetría diferencial de barrido (DSC) permitió identificar las transiciones térmicas del material, así como las entalpias. Se emplearon charolas de aluminio en las cuales se insertaron 10 mg de resina líquida, se añadió el iniciador metil etil cetona (MEEKP) y posteriormente se sellaron. Se programaron dos ciclos de prueba: uno de

calentamiento y otro de enfriamiento. El primer ciclo consistió en una rampa de calentamiento de 10 °C/min hasta 200 °C, mientras que el ciclo de enfriamiento se llevó con una rampa de 10 °C/min hasta llegar a los 5 °C. Al finalizar cada ciclo se utilizó una isoterma con tiempo de 5 min.

## 3.8 Densidad

Se midió la densidad mediante el procedimiento de inmersión en alcohol isopropílico ($\rho$=0.78 g/cm³), siguiendo la norma ISO-1183, utilizando 6 muestras para cada tipo de especímen (figura xx). Se evaluó la densidad de ambos tipos de resina: i) la almacenada, producida dos años atrás y ii) la producida en los últimos seis meses, con el objetivo de evaluar su efecto en los materiales compuestos elaborados.

## 3.9 Diseño de experimentos

Se realizó un diseño experimental para cuantificar los efectos de los dos factores: i) la cantidad añadida de fibras de yute (en capas) y ii) la dosis de exposición a la radiación gamma de las partículas de llanta de desecho.

Se aplicó la metodología de superficies de respuestas (RSM), mediante el Diseño Compuesto Central. Se optimizó el número de series experimentales para obtener un análisis estadístico robusto, modelación y visualización grafica.

Los factores independientes fueron definidos como variables numéricas continuas, y no como variables categóricas. Esto incrementa la capacidad predictiva y la flexibilidad del modelo, logrando la interpolación y evaluación de cualquier punto dentro del espacio experimental elaborado. En la tabla 6 se detallan los factores A y B, así como sus restricciones operativas.

*Tabla 6 Factores definidos en el DOE*

| Factor | Nombre | Mínimo | Máximo | Unidades |
|---|---|---|---|---|
| A | Radiación | 0 | 300 | kGy |
| B | Capas | 2 | 4 | Capas |

El objetivo del diseño de experimentos es cuantificar la contribución de los factores sobre el comportamiento mecánico de los materiales compuestos. Las respuestas del diseño se obtuvieron de los resultados de las pruebas de flexión en tres puntos. Las respuestas se muestran en la tabla 7.

*Tabla 7 Respuestas utilizadas*

| Respuesta | Nombre | Unidades |
|---|---|---|
| 1 | Módulo de flexión | MPa |
| 2 | Fuerza máxima de flexión | MPa |
| 3 | Deformación en el punto de ruptura | % |

Una vez definidos los factores y las respuestas, se obtuvo la matriz de diseño experimental mediante la aleatoriedad en el orden de las series, con el fin de minimizar el efecto de variables externas y mitigar errores. La matriz de diseño experimental se muestra en la tabla 8.

*Tabla 8 Diseño experimental final*

| Diseño (ID) | Dosis de radiación | Capas de fibra en el compuesto |
|---|---|---|
| 1 | 0 | 3 |
| 2 | 300 | 2 |
| 3 | 150 | 2 |
| 4 | 300 | 3 |
| 5 | 300 | 4 |
| 6 | 0 | 2 |
| 7 | 150 | 4 |
| 8 | 0 | 4 |

Una vez definido el espacio experimental, se obtuvo el valor de las respuestas para cada una de las series experimentales y se realizó el análisis estadístico, para cuantificar los efectos de: i) las capas de fibras de yute en las propiedades del material compuesto, y ii) la dosis radiación gamma en las partículas de llanta de desecho.

# CAPITULO 4 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

## 4.1 Resina Poliéster

La relevancia de la resina poliéster como matriz en materiales compuestos radica principalmente en su amplia disponibilidad en el mercado, la diversidad de formulaciones existentes y su bajo costo. No obstante, su desempeño está estrechamente ligado al tiempo de uso, ya que el monómero de estireno tiende a evaporarse progresivamente desde su fabricación, afectando sus propiedades.

El proceso de envejecimiento puede mitigarse mediante un almacenamiento adecuado, que incluya el sellado hermético del recipiente y el control de la temperatura. Por ello, en esta investigación se prestó especial atención a los tiempos de manipulación de la resina, con el fin de preservar un comportamiento reológico óptimo y, en consecuencia, mejorar tanto sus propiedades mecánicas como su estabilidad térmica.

### 4.1.1 Evaluación del envejecimiento de la resina poliéster

La mayoría de los fabricantes de resina poliéster garantizan el cumplimiento de sus propiedades cuando el material se utiliza dentro de los primeros seis meses posteriores a su fecha de fabricación. Transcurrido este periodo, la resina no necesariamente debe descartarse; sin embargo, su desempeño puede verse comprometido. En ausencia de ensayos de caracterización, es posible estimar su estado mediante observaciones cualitativas, como el cambio de color, la viscosidad perceptible al tacto, el aroma y la presencia de sólidos o sedimentos. En condiciones normales, las resinas poliéster son transparentes en estado líquido y suelen presentar una ligera tonalidad púrpura o rosada, atribuida al octoato de cobalto empleado como promotor de polimerización.

Con el paso del tiempo, la resina pierde transparencia y adquiere una tonalidad ámbar y turbia. Paralelamente, su viscosidad se incrementa debido a la

evaporación del estireno, lo que dificulta el adecuado llenado de los moldes. La presencia de grumos o fases semisólidas en el recipiente indica la formación de oligómeros y es señal de un envejecimiento avanzado del material. En estados más críticos, la resina puede solidificarse por completo, volviéndose imposible su vertido o procesamiento.

Se emplearon dos tipos de resina poliéster ortoftálica: una con dos años de almacenamiento (RE: resina envejecida) y otra proveniente de un lote recién fabricado (RN: resina nueva). La resina almacenada se mantuvo a una temperatura de 25 ± 2 °C, protegida de la radiación solar y de fuentes de calor. Tras este periodo, el material presenta un evidente oscurecimiento en su apariencia, como se observa en la figura 20.

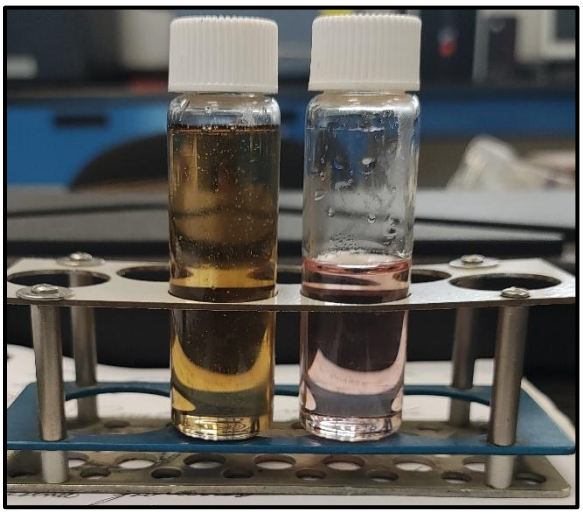


*Figura 20 Resina envejecida vs resina nueva*

La estabilidad térmica se evaluó mediante análisis termogravimétrico (TGA). En la figura 21 se presentan las curvas TGA/DTG correspondientes. Se identifica una primera etapa de degradación entre 40 °C y 200 °C, en la cual la resina nueva (RN) exhibe un pico más amplio y de mayor intensidad localizado a los 96.49°C, lo que sugiere una pérdida de masa más gradual y significativa, atribuida a la volatilización del monómero de estireno presente en el sistema. En contraste, la resina envejecida (RE) muestra un pico desplazado hacia los 116.16°C (una

diferencia de 20.39%), pero más estrecho y de menor intensidad, lo que indica una menor cantidad de monómero disponible.

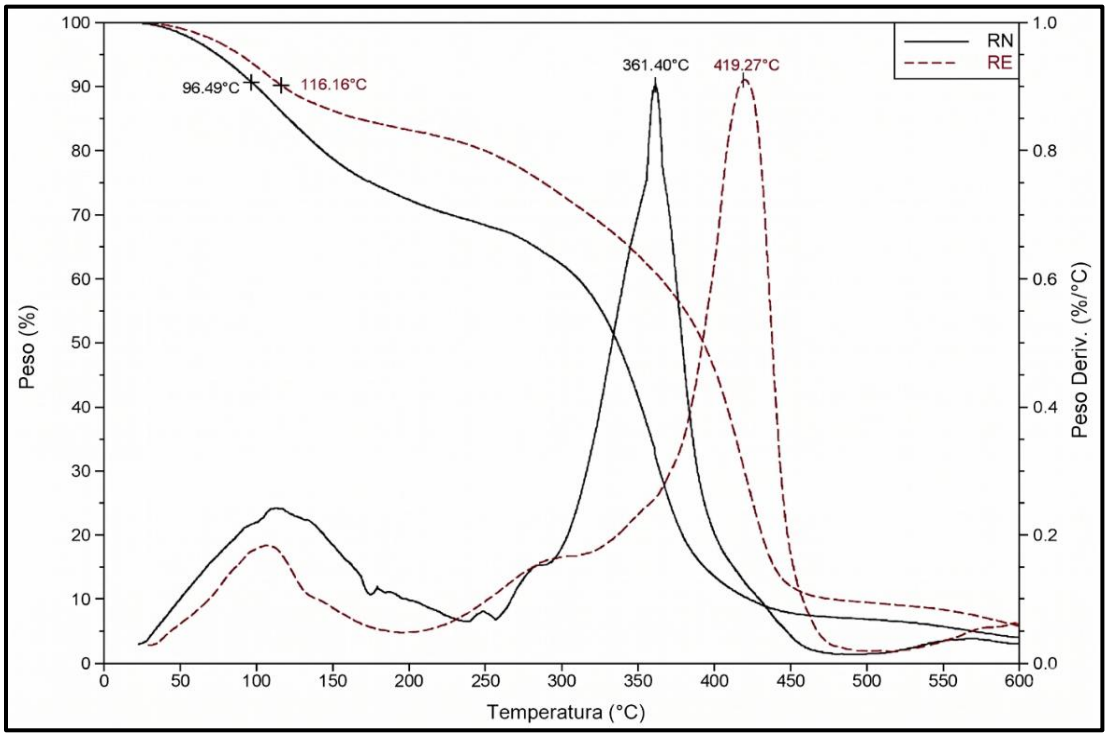



*Figura 21 TGA y DTG de resina poliéster envejecida vs resina nueva*

La segunda etapa de degradación se ubica en el intervalo de 300 a 450 °C. En este rango, la resina nueva (RN) inicia su descomposición alrededor de los 361 °C, mientras que la resina envejecida (RE) lo hace a aproximadamente 419 °C, es decir, con un desplazamiento de 57 °C hacia temperaturas más altas. Este corrimiento sugiere la formación de oligómeros y de regiones parcialmente entrecruzadas en la resina envejecida, lo que incrementa su estabilidad térmica. En consecuencia, se reduce la movilidad de las cadenas poliméricas y se requiere una mayor cantidad de energía para inducir su degradación térmica. Resultados similares fueron reportados por (Bansal et al. 1989), en donde se estudió el comportamiento térmico de la resina poliéster.

En la figura 22, se presenta la caracterización mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC). La resina nueva (RN) muestra un pico a 75.54 °C, asociado al proceso de entrecruzamiento que tiene lugar durante el ensayo. En contraste, la resina envejecida (RE) exhibe un pico a 85.51 °C, más amplio y de menor intensidad. El desplazamiento hacia temperaturas más altas y la disminución en la intensidad del pico de curado se atribuyen a la pérdida de monómero de estireno. Una menor concentración de este componente reduce la densidad de entrecruzamiento de las cadenas poliméricas y, en consecuencia, la entalpía del proceso. En términos cuantitativos, la resina nueva (RN) presenta una entalpía de 96.77 J/g, mientras que la resina envejecida (RE) alcanza 40.35 J/g, lo que representa una disminución del 58.2 %.

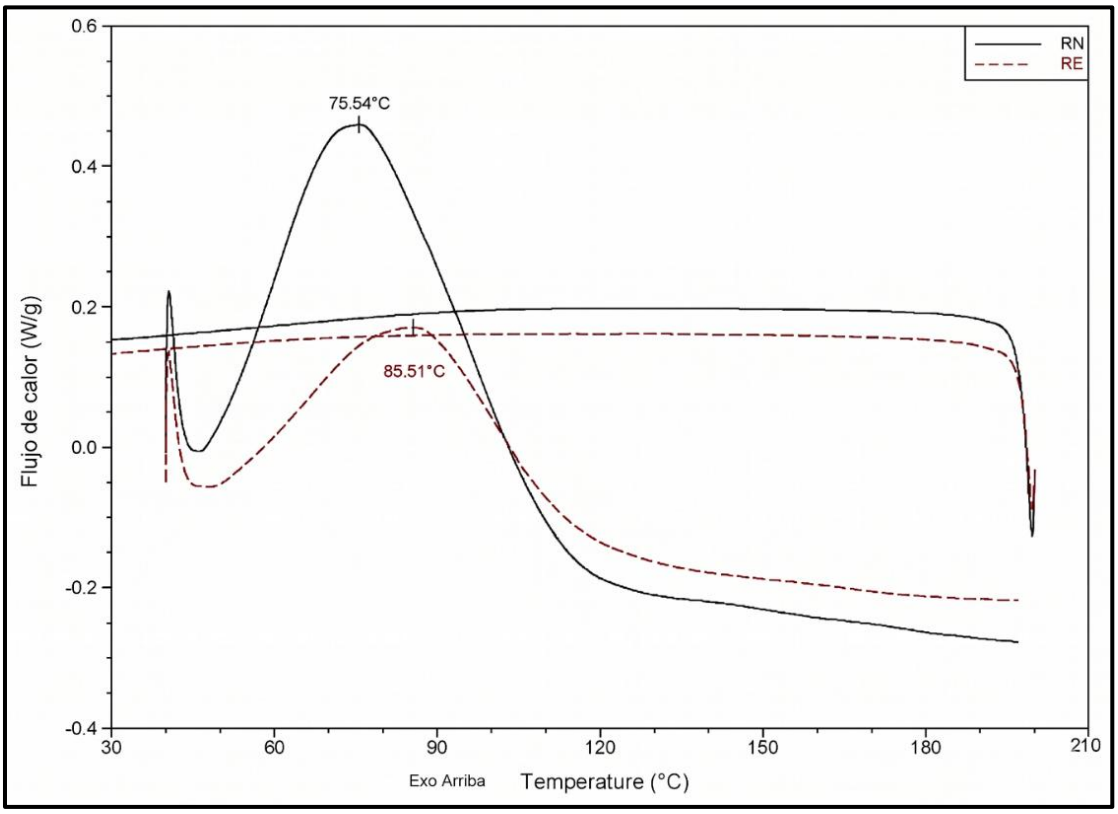



*Figura 22 DSC de resina envejecida vs resina nueva*

### 4.1.2. Comportamiento de la resina poliéster ante la radiación gamma

No existe un estándar sobre el tiempo en el cual la resina poliéster se entrecruza totalmente, ya que la duración de la reacción depende de diversos factores (temperatura, cantidad de promotor, de iniciador, entre otros). No obstante, en las instrucciones proporcionadas por el fabricante se indica que, tras un día de reposo, la resina se encuentra en su estado óptimo para su aplicación.

Para cuantificar las propiedades se realizaron pruebas dinámico mecánicas (DMA), a resina nueva (RN): (i) con un día de curado, (ii) con cinco días y (iii) con un día de curado y expuesto a una dosis de 100 kGy (figura 23).

La resina después de un día de curado muestra una curva sin forma, en la cual es difícil encontrar un pico máximo del valor de la tan δ. Para la resina con cinco días de curado, la curva es más definida, con una temperatura de transición vítrea a los 90.35 °C. Finalmente, la resina con un día de curado e irradiada a 100 kGy, presenta una curva más definida para la tan δ, con una temperatura de transición vítrea en 104.95°C, la cual es 14.4°C mayor que la resina con cinco días de curado. Es decir, la exposición a la radiación gamma acelera y completa el proceso de entrecruzamiento.

El comportamiento del módulo de almacenamiento confirma que la muestra después de un día de curado no alcanza a curar por completo, lo cual se refleja en la curva, en donde se observa un salto después de la región de plateau (meseta después de la transición vítrea). En cuanto a la densidad de entrecruzamiento (recorrido de la curva del módulo de entrecruzamiento), se observa el incremento conforme pasan los días después del curado y más aun cuando se aplica una dosis de 100 kGy.

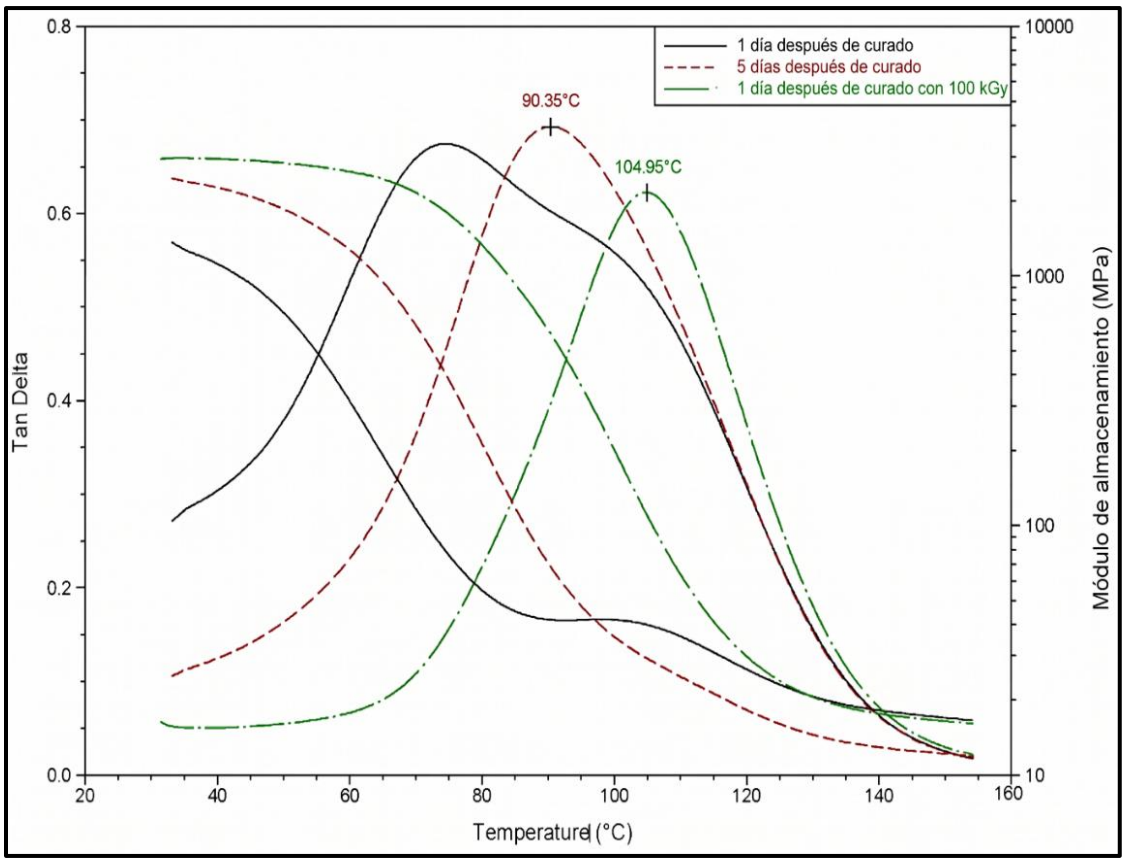



*Figura 23 DMA de comportamiento de curado de la resina poliéster conforme al tiempo de curado.*

La resina nueva (RN) con un día de curado, fue irradiada a dosis de 100 kGy a 500 kGy, los resultados del módulo de almacenamiento se muestran en la figura 24. Se observa que módulo de almacenamiento se incrementa ligeramente al incrementarse la dosis de radiación, alcanzando su máximo valor a los 400 kGy. A dosis de 500 kGy, se reduce la rigidez.

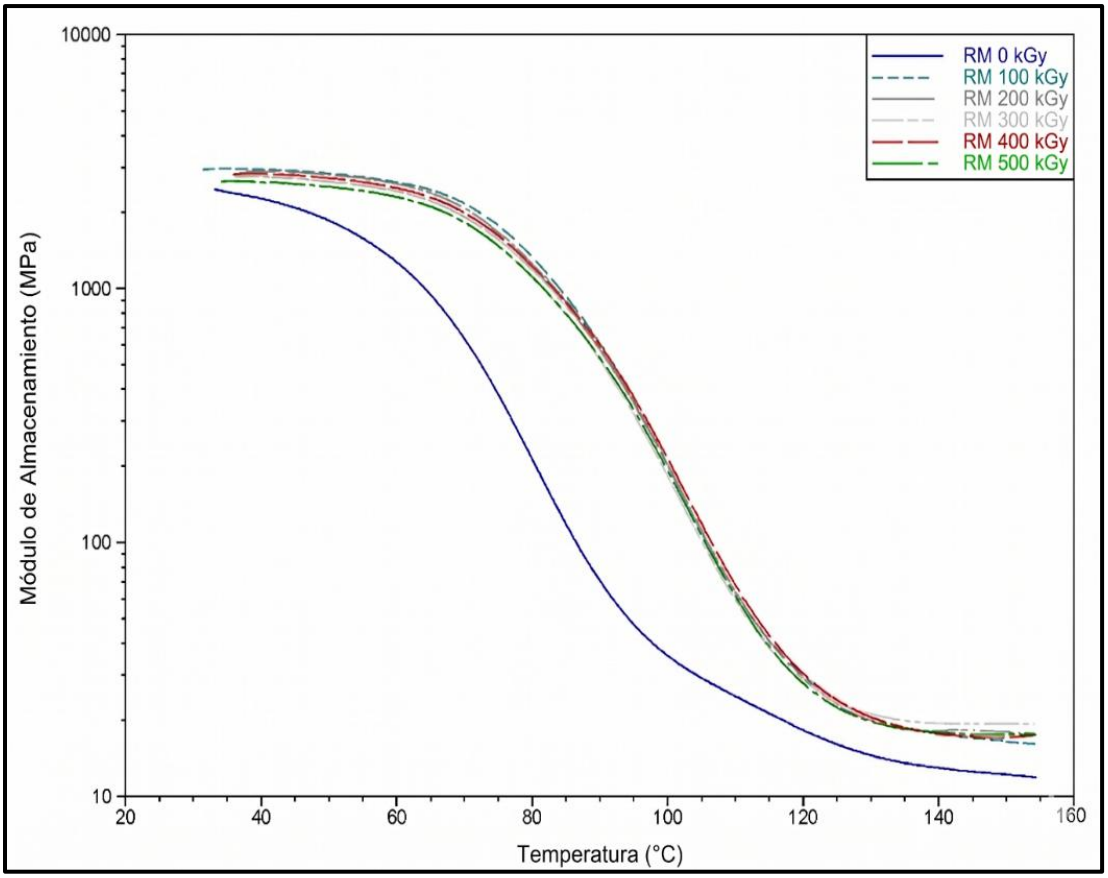



*Figura 24 Módulo de almacenamiento de la resina nueva irradiada*

La resina nueva (RN) sin irradiar muestra un valor de tan δ de 0.69 en el punto de la temperatura de transición vítrea (90.35 °C). En el caso de la resina irradiada, para la expuesta a 100 kGy, se muestra un valor 0.61 de la tan δ, el cual es menor que el de la resina sin irradiar. Mientras que la temperatura de transición vítrea esta desplazada 14.6 °C, con respecto al de la resina sin irradiar (Figura 25). Se incrementa la densidad de entrecruzamiento. Para resina irradiada a dosis entre 200 kGy y 500 kGy, la temperatura de transición vítrea permanece relativamente estable, con valores ligeramente menores del módulo de almacenamiento. Este comportamiento indica que las resinas utilizadas dentro de los tiempos establecidos por el fabricante solo requieren dosis de 100 kGy para mantener sus propiedades.

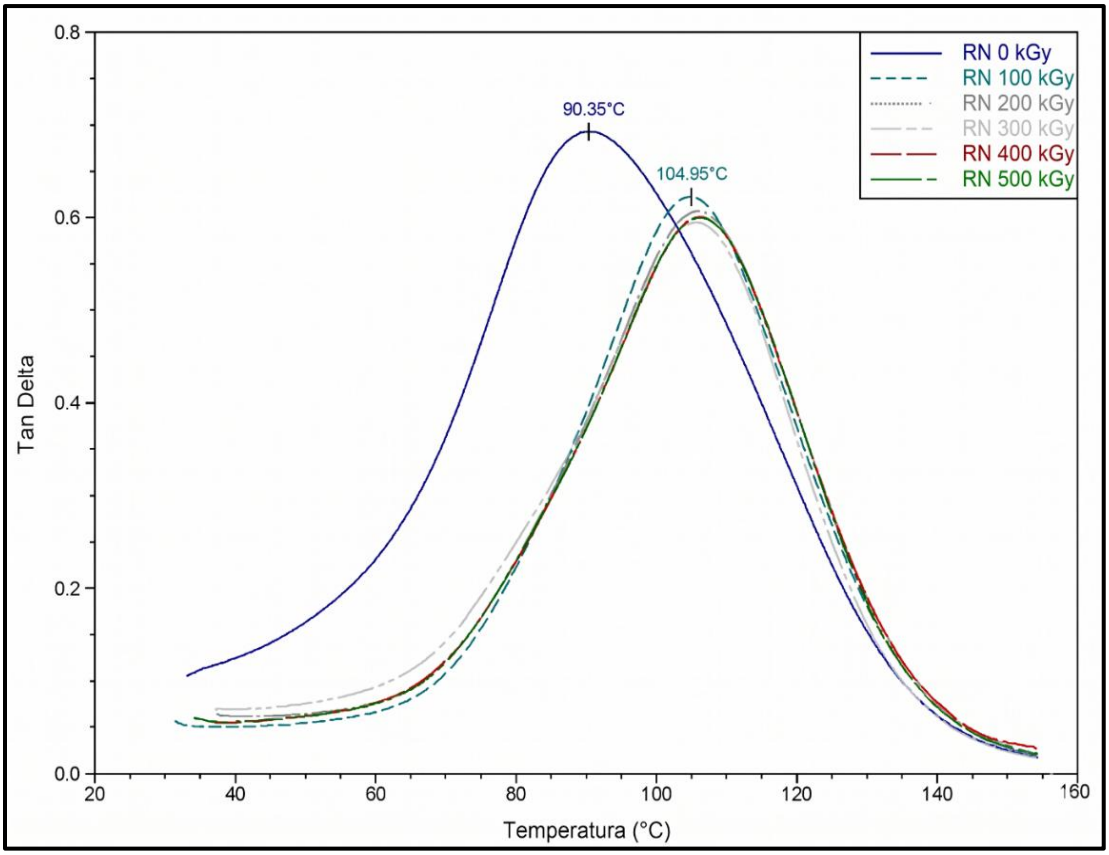



*Figura 25 tan δ de resina nueva irradiada*

## 4.2 Fibras de yute y partículas de llanta de desecho

### 4.2.1. Fibras de yute

Dentro de la familia de las fibras lignocelulósicas, el yute es uno de los materiales con mayor abundancia, producción y comercialización alrededor del mundo. Además de ser de fácil adquisición. En las investigaciones existentes sobre fibras de yute, se han considerado su tamaño, configuración y los tratamientos para su modificación. En este trabajo sobre la optimización de materiales compuestos, se estudiaron los efectos de la configuración de las fibras de yute en la matriz de resina poliéster.

Se elaboraron cinco diferentes compuestos de resina poliéster y fibras de yute, mostrados en la figura 26. Cuatro de ellos con fibras entretejidas y otro con

fibras añadidas al azar de 10 mm. Estas últimas equivalen a tener tres capas de fibras entretejidas.

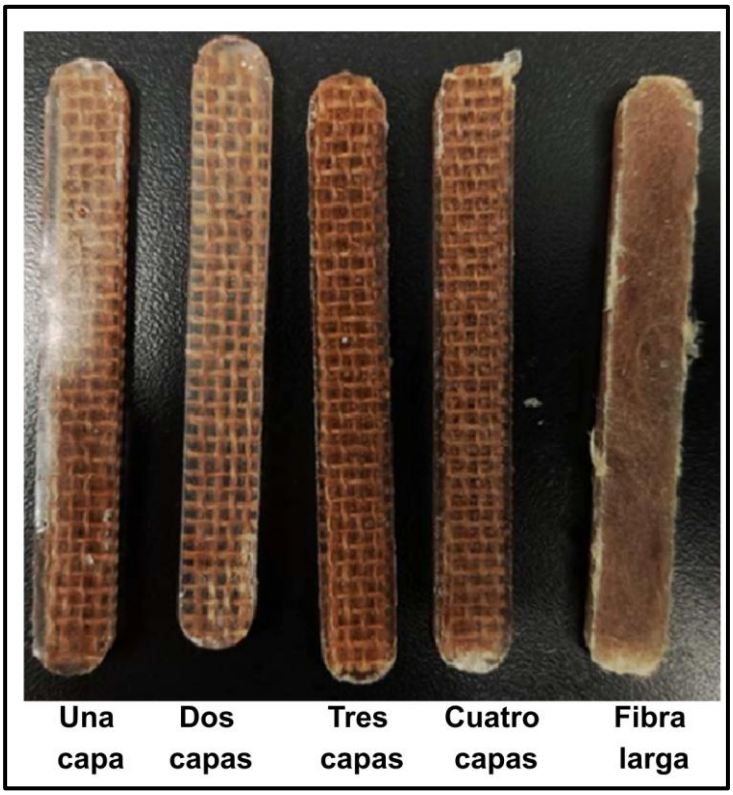



*Figura 26 Probetas fabricadas para prueba de flexión en tres puntos*

El comportamiento a la resistencia a la flexión evaluada por la técnica de tres puntos se muestra en la figura 27. El comportamiento de los compuestos depende de la configuración de fibras de yute agregadas. La adición de capas de fibra incrementa la rigidez del compuesto, disminuye el esfuerzo máximo y la deformación a la ruptura, con un perfil de fractura de materiales frágiles. Por otra parte, la adición de fibras largas modifica el mecanismo de falla y disminuye los valores del módulo. La curva muestra una deformación pseudo-plástica después del esfuerzo máximo. Este comportamiento se puede atribuir a la resistencia de las fibras ante la ruptura completa, la cual evita la ruptura instantánea.

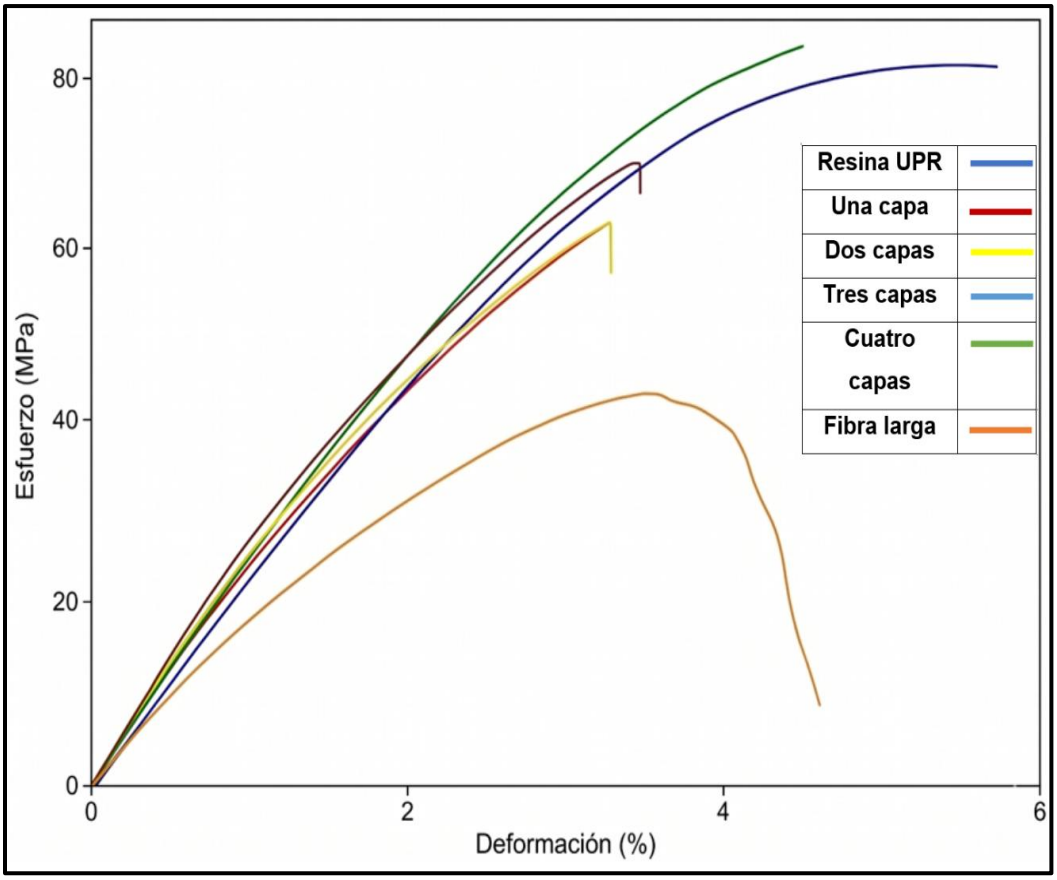



*Figura 27 Grafica de esfuerzo vs deformación de las probetas con fibras de yute*

Con base en los datos de la figura 27, se calcularon los parámetros de módulo de flexión, esfuerzo máximo de flexión y porcentaje de deformación. Los resultados se muestran en la tabla 9.

*Tabla 9 Resultados de la prueba de flexión en tres puntos*

| Espécimen | Módulo de flexión (MPa) | Esfuerzo máximo (MPa) | Deformación (%) |
|---|---|---|---|
| Resina UPR | 2,490 | 84.1 | 5.7 |
| Una capa | 2,500 | 62.6 | 3.2 |
| Dos capas | 2,510 | 62.5 | 3.2 |

| | | | |
|---|---|---|---|
| Tres capas | 2,670 | 63.0 | 3.3 |
| Cuatro capas | 2,920 | 70.3 | 3.4 |
| Fibra larga | 1,770 | 43.2 | 4.6 |

En la tabla 10 se muestran las variaciones porcentuales de cada uno de los parámetros respecto al valor de la resina nueva (RN). De acuerdo con los valores del módulo de flexión, se observa un incremento máximo en la rigidez del 17.2% para el compuesto con cuatro capas entretejidas a la matriz. Sin embargo, para el compuesto con fibras al azar, el módulo disminuyó 28.9%.

*Tabla 10 variaciones porcentuales de los resultados con respecto a la resina poliéster*

| **Compuesto con fibras** | **Módulo de flexión (%)** | **Esfuerzo máximo (%)** | **Deformación (%)** |
|---|---|---|---|
| Una capa | 0.4 | - 25.5 | - 43.8 |
| Dos capas | 0.8 | - 25.6 | - 43.8 |
| Tres capas | 7.2 | - 25.0 | - 42.1 |
| Cuatro capas | 17.2 | - 16.4 | - 40.3 |
| Al azar | - 28.9 | - 48.6 | -19.3 |

En el caso de la resina poliéster se presenta una deformación elástica lineal seguida de la falla. La liberación espontánea de energía acumulada provoca la ruptura en varias piezas. (Figura 28).

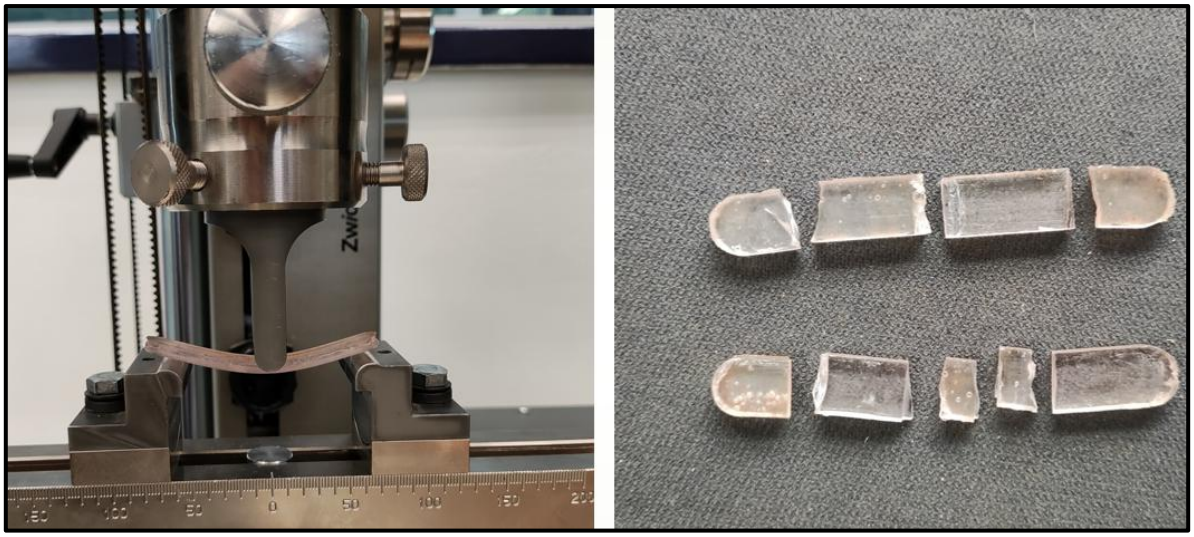


*Figura 28 Mecanismo de ruptura de la resina poliéster*

En el caso de los especímenes de resina con fibras al azar, no se llega a una ruptura total, ya que las fibras se aglomeran y resisten la carga, como se observa en la amplificación de la zona de fractura del espécimen (figura 29).




*Figura 29 Mecanismo de ruptura de muestra con fibras largas*

Para los compuestos de resina con capas de fibra, se tuvieron diferentes comportamientos en la zona de fractura. Con 1 y 2 capas, se observó la ruptura principal al centro del espécimen y la presencia de líneas de ruptura simétricas en ambos lados del espécimen, mostradas en la figura 30, confirmando que las fibras transfieren de forma efectiva la carga entre ellas, sin que se llegue a romper en pedazos la resina poliéster.

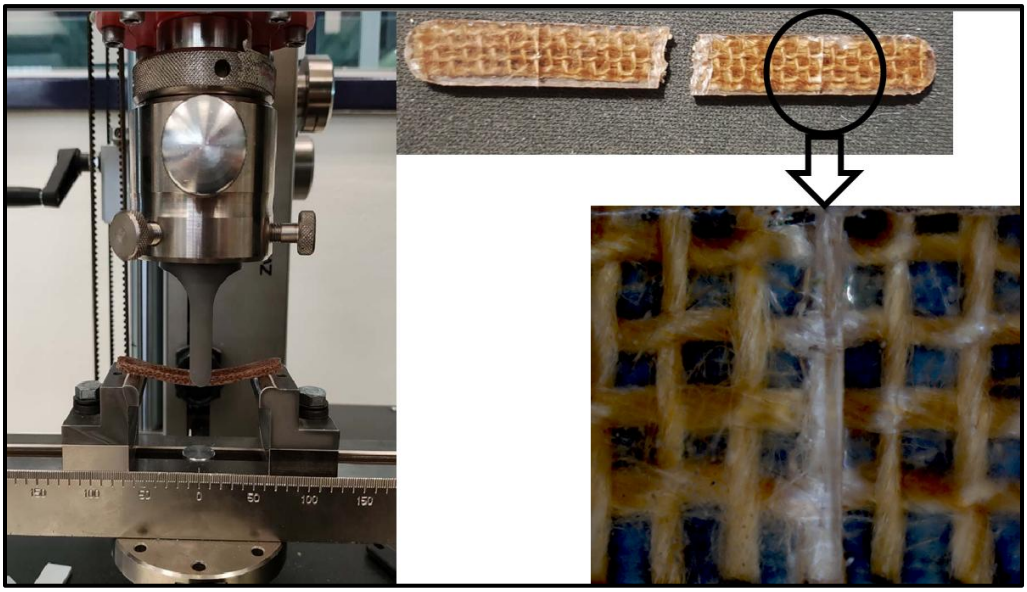


*Figura 30 Mecanismo de ruptura de muestras con 1 y 2 capas*

En los compuestos con 3 y 4 capas de fibras entretejidas, la ruptura es menor debido a la presencia de las capas, lo cual puede observarse con la zona blanquizca en el punto de ruptura, adjudicada al fenómeno denominado “emblanquecimiento por esfuerzo”. La zona emblanquecida es causada por la formación de micro-vacíos, que tienen un índice de refracción distinto al de la matriz y, cuando la luz incide en estos se dispersa, produciendo un color más blanco, fenómeno que ha sido descrito por diversos autores (Brzęk et, al 2020).

Se observa un cambio de tono gradual a partir de la zona de falla máxima (denotado en la figura 31, por el número 1), que va disminuyendo conforme se

aleja de esta zona, como se muestra en los puntos 2 y 3 .Este comportamiento confirma que las fibras de yute entretejidas permiten mayor dispersión de las cargas en el compuesto.

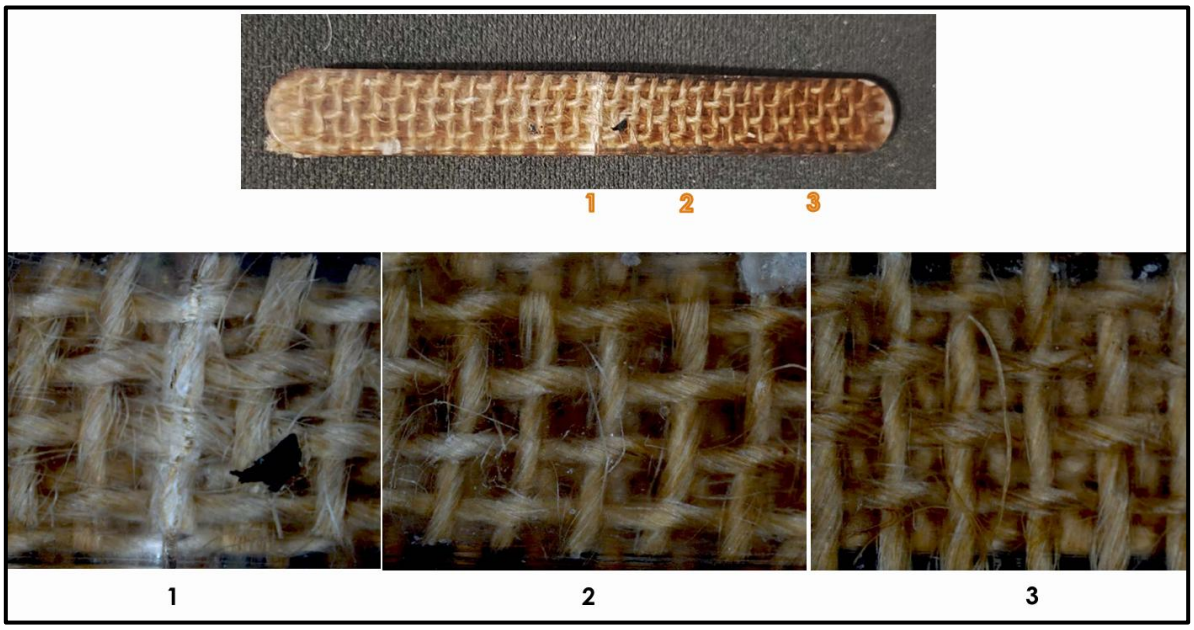



*Figura 31 Mecanismo de ruptura de las muestras con 3 y 4 capas.*

Las pruebas de análisis termo-mecánicos (TMA) se realizaron a tres materiales: resina poliéster, compuesto con tres capas de resina entretejida y compuesto con fibras al azar. Se utilizó el equivalente en peso tanto para las fibras como para las fibras entretejidas. Los cambios dimensionales con respecto a la temperatura se muestran en la figura 32. Para el caso de la resina poliéster, la variación entre la expansión y la contracción conforme al aumento de la temperatura, indica un valor de alfa (α) relativamente alto (136.6 μm/m $^{o}$C), esto por tratarse de un polímero termoestable, donde las cadenas poliméricas tienen gran libertad de movimiento a temperaturas altas.

En el caso de los compuestos con fibras al azar, el valor de alfa (α) es menor (107.0 μm/m $^{o}$C), esto en parte a la orientación de las fibrillas de celulosa.

La adición de las fibras al azar contribuye a una mayor estabilidad térmica y dimensional del compuesto.

Finalmente, para los compuestos de resina con tres capas de fibras, se observa una zona de contracción, con un valor de alfa (α) de 41.48 µm/(m °C), el cual disminuye en la zona de transición vítrea a 24.01 µm/m °C. El uso de fibras entretejidas (en forma de cuadricula) brinda mayor soporte al compuesto y disminuyen la expansión conforme se incrementa la temperatura. Efectos similares fueron observados por Khina et al., 2025.

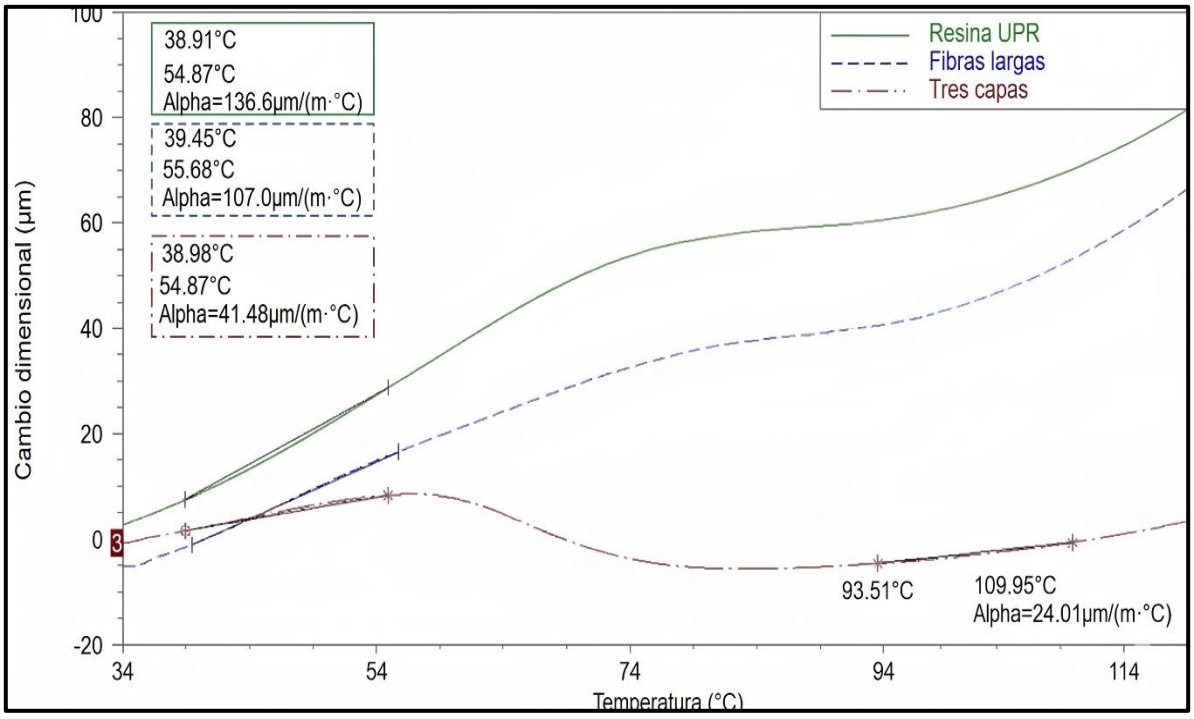



*Figura 32 TMA de muestras con fibras de yute.*

### 4.2.2. Efectos de la radiación gamma en las fibras de yute

Con el fin de definir las dosis a utilizar en el diseño experimental, se realizaron pruebas de tensión en fibras irradiadas a distintas dosis, de 50, 150, 300, 500 y 800 kGy. Los resultados de esfuerzo y deformación se muestran en la

figura 33, se observa que conforme aumenta la dosis el esfuerzo disminuye gradualmente, no así la deformación que varía para cada dosis de radiación. En general, las fibras pasan de un comportamiento rígido a uno donde se presenta falla por fragilización, lo cual es causado por la modificación de la lignina y la celulosa en las fibras.

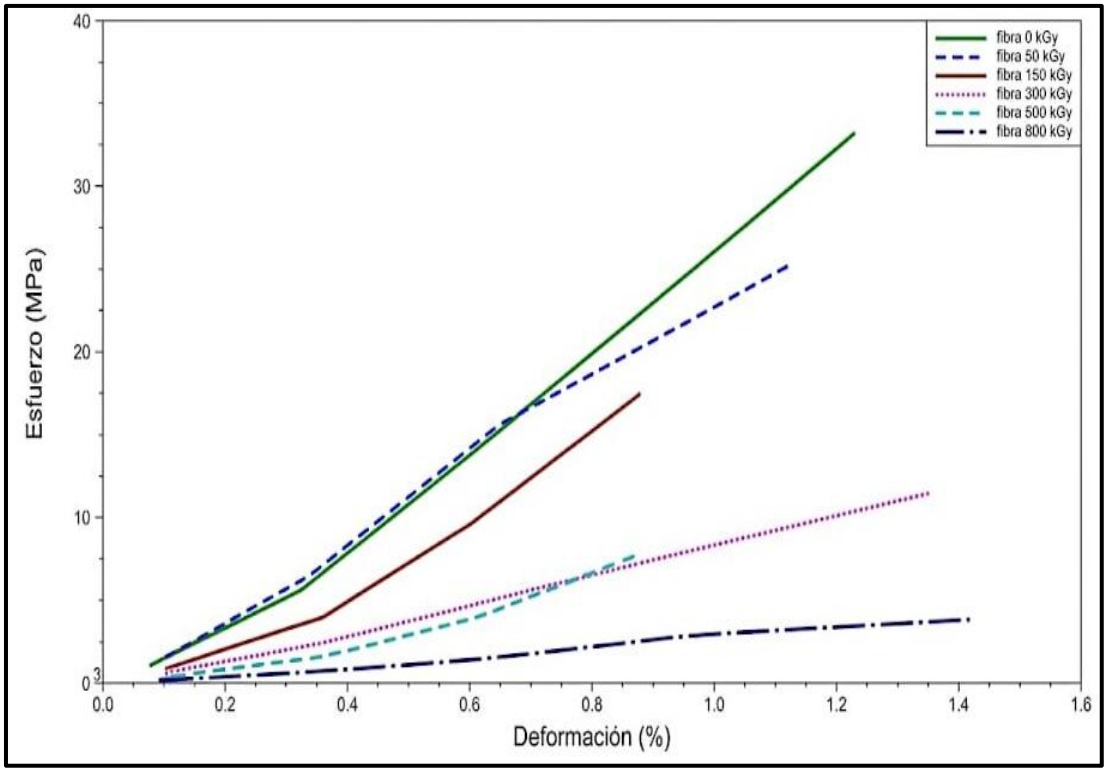



*Figura 33 Curvas esfuerzo vs deformación de fibras individuales irradiadas*

De las curvas mostradas anteriormente, se obtuvieron los valores del módulo en tensión, el esfuerzo máximo de tensión y el porcentaje de deformación, para las fibras irradiadas, los cuales se muestran en la tabla 11.

*Tabla 11 Resultados de la prueba de tensión en fibras individuales.*

| Fibra irradiada (kGy) | Módulo en tensión (MPa) | Esfuerzo máximo (MPa) | Deformación (%) |
|---|---|---|---|
| 0 | 2,975 | 33.01 | 1.22 |
| 50 | 2,956 | 25.23 | 1.12 |
| 150 | 2,417 | 17.41 | 0.87 |
| 300 | 935 | 9.23 | 0.54 |
| 500 | 879 | 7.56 | 0.86 |
| 800 | 337 | 3.87 | 1.41 |

Respecto a los módulos en tensión, los valores disminuyen conforme aumenta la dosis de radiación. Para las fibras sin irradiación, se tiene un módulo de 2,975 MPa, el cual disminuye gradualmente conforme aumenta la dosis, teniendo una reducción del 18.7% para una dosis de 150 kGy. Pero a dosis mayores a esta, la disminución es notable, llegando a ser 88.6% menor a una dosis de 800 kGy.

Los valores del esfuerzo máximo también presentan una disminución gradual conforma aumenta la dosis de radiación. Para las fibras sin irradiación el máximo esfuerzo fue de 33.01 MPa, el cual disminuyó un 23.5% para una dosis de 100 kGy. Sin embargo, a mayores dosis, se llegó a una disminución de hasta 88.27%, a una dosis de 800 kGy.

En el caso de los valores de deformación se observa mayor variación. El porcentaje de deformación para la fibra sin irradiación fue de 1.22%, el cual disminuyó gradualmente hasta una dosis de 300 kGy, llegando a un ser 63.7% menor. Sin embargo, a dosis de 500 kGy y 800 kGy los valores aumentaron, llegando a ser 15.5% mayores al de las fibras sin irradiación. Incremento que no debe ser interpretado como una mejora en la tenacidad de la fibra, ya que, a dosis de radiación muy altas, se producen fenómenos diversos, que incluyen

modificaciones estructurales, disgregación, desorden, mayor deslizamiento de las fibras antes de la falla total.

Con base en el análisis de resultados, se considera que el uso de dosis altas para para mejorar la compatibilidad entre las fibras y la resina poliéster no es la mejor opción, por los cual se decidió utilizar dosis bajas de 50, 150 y 300 kGy, y considerarlas como las *entradas* en el diseño experimental.

### 4.2.3. Partículas de llanta

Para la selección del tamaño de partícula de llanta de desecho, se procedió a elaborar compuestos de 85% de resina y 15% de partículas de llanta. Se utilizaron dos tamaños de partícula: 0.841 mm (malla 20) y 0.4 mm (malla 40).

Las pruebas dinámico-mecánicas (DMA) muestran una curva definida para la tan δ figura 34, con una temperatura de transición vítrea a los 80.51 °C para los compuestos con partículas de 0.841 μm, temperatura que es menor para compuestos con partículas de menor tamaño 0.4 mm, de 77.88 °C. Este desplazamiento indica que las partículas de mayor tamaño actúan como obstáculos mecánicos que restringen la movilidad de la resina poliéster.

Con respecto a la tan δ, se observa la dependencia entre la capacidad de disipación de energía y el tamaño de partícula añadido; ya que para los compuestos con partículas de 0.4 μm el ancho del pico es ligeramente mayor que el de los compuestos con partículas de mayor tamaño (0.841 mm), lo que indica que existe mayor fricción interna en la interfase de la resina y las partículas de llanta.

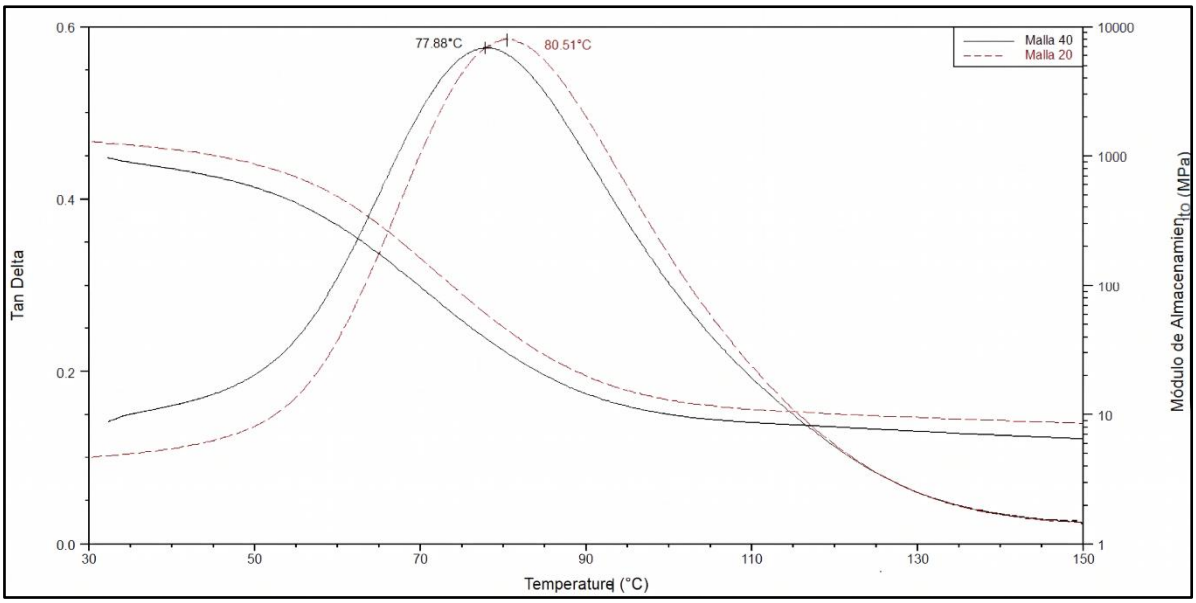



*Figura 34 Barrido de temperatura sobre compuestos con distintos tamaños de llanta.*

En cuanto a la rigidez, en las curvas del módulo de almacenamiento se observa un desplazamiento entre las regiones vítrea y gomosa. La transferencia de esfuerzos es más uniforme cuando se utilizan partículas de 0.4 μm, ya que se tiene mayor área superficial. Sin embargo, los valores del módulo de almacenamiento son ligeramente mayores (aproximadamente 10%) para compuestos con partículas de 0.841 μm, lo cual podría atribuirse a un efecto de empaquetamiento, ya que estas partículas dispersan parte de la carga aplicada una vez que la matriz ha superado su temperatura de transición vítrea (Tg).

En los compuestos con partículas de 0.841 μm se observaron varios detalles, se observaron aglomeraciones de partículas, desprendimientos superficiales, ya que estas partículas pueden actuar como concentradores de esfuerzos mecánicos, que pueden propiciar posibles puntos de fractura. Bajo estas circunstancias y por facilidad en el proceso de mezclado, se decidió utilizar el tamaño de partícula de llanta de 0.4 μm.

### 4.2.4. Efectos de la radiación gamma en las partículas de llanta

La estabilidad térmica de las partículas de llanta de 0.4 μm irradiadas a 50, 150, 300, 500 y 800 kGy, se evaluó mediante análisis termogravimétrico (TGA).

En la figura 35 se observa que las partículas de llanta tienen una pérdida de más del 10% ($T_{10}$) en los 341.16°C, mientras que para las partículas irradiadas a 500 kGy, la temperatura es menor (331.26°C). Esta diferencia de 9.9°C está relacionada los efectos producidos por la radiación gamma, en particular el rompimiento de cadenas y la producción de oligómeros.

Se observa la mayor pérdida de masa entre 350°C y 460°C, la cual corresponde a la pirólisis del hule natural (NR) y el hule de estireno-butanieno (SBR) de las partículas de llanta (Piszczyk et al., 2015). A los 530°C, existe una diferencia mínima en la pérdida de masa, ya que las partículas sin irradiar tienen una pérdida de 61.9%, mientras que las irradiadas a 500 kGy, 66.9%. Es decir, a elevadas temperaturas, las muestras irradiadas presentan mayor degradación (5.0%) respecto a las partículas sin irradiar. Es notable observar, que la masa de las partículas irradiadas a 800 kGy son mayores que las irradiadas a 500 kGy. Esto sugiere la existencia de ambos fenómenos, la degradación y el entrecruzamiento, que permiten la estabilidad de las cadenas poliméricas.

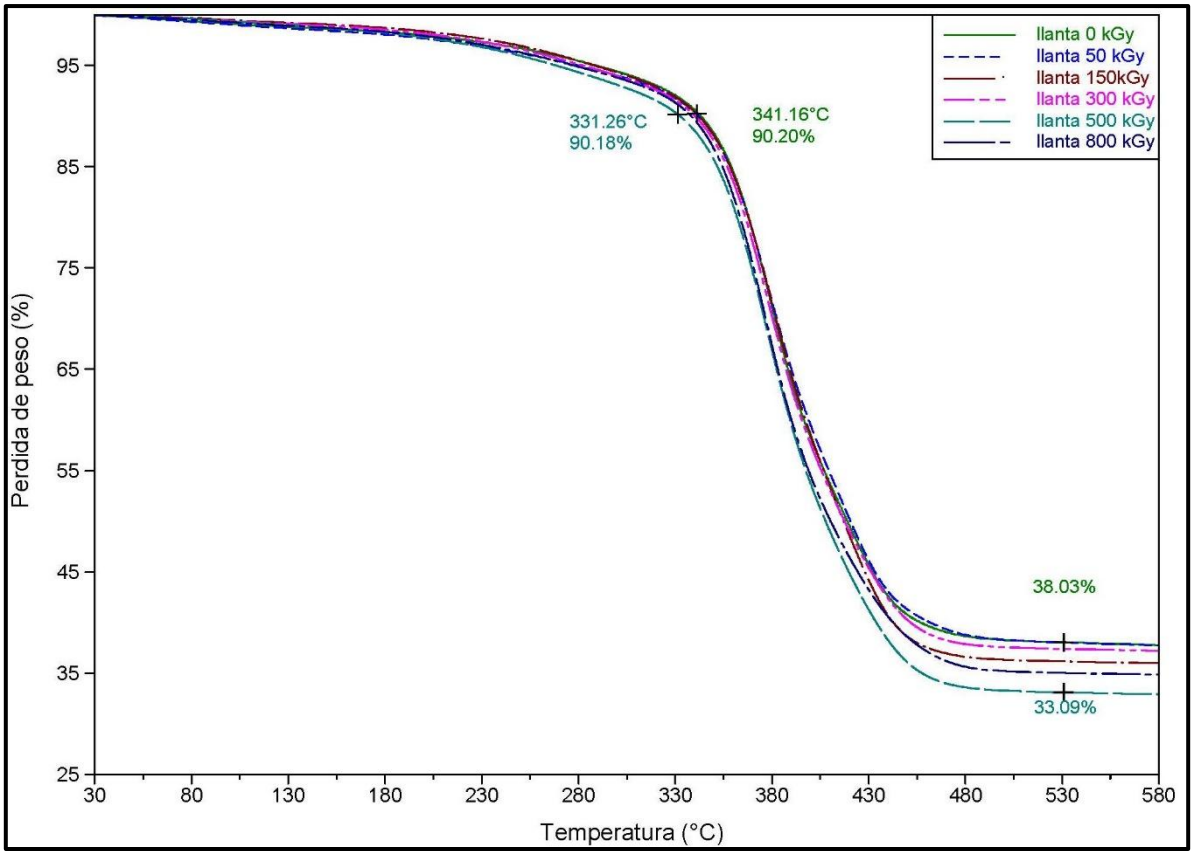



*Figura 35 Resultados de TGA para llanta irradiada a distintas dosis.*

Los resultados de la calorimetría diferencial de barrido muestran como el flujo de calor disminuye de forma lineal en el rango de 20°C a 170°C (figura 35). A mayor temperatura las pendientes de cada curva cambian.

Las partículas irradiadas a 500 kGy presentan la curva con menor pendiente hasta la región de 170°C, lo cual concuerda con los resultados obtenidos en TGA, en donde la radiación provocó mayor rompimiento de cadenas. Los oligómeros generados por la radiación pueden actuar como plastificantes, lo que estabiliza térmicamente a las partículas. A la dosis de 800 kGy, la curva presenta un comportamiento singular, adjudicado al entrecruzamiento de cadenas y la modificación de la densidad.

A temperaturas mayores de 220°C, el flujo de calor disminuye notablemente debido a la volatilización de aditivos. Finalmente, al superar los 370°C, las curvas presentan una disminución notable en el flujo de calor.

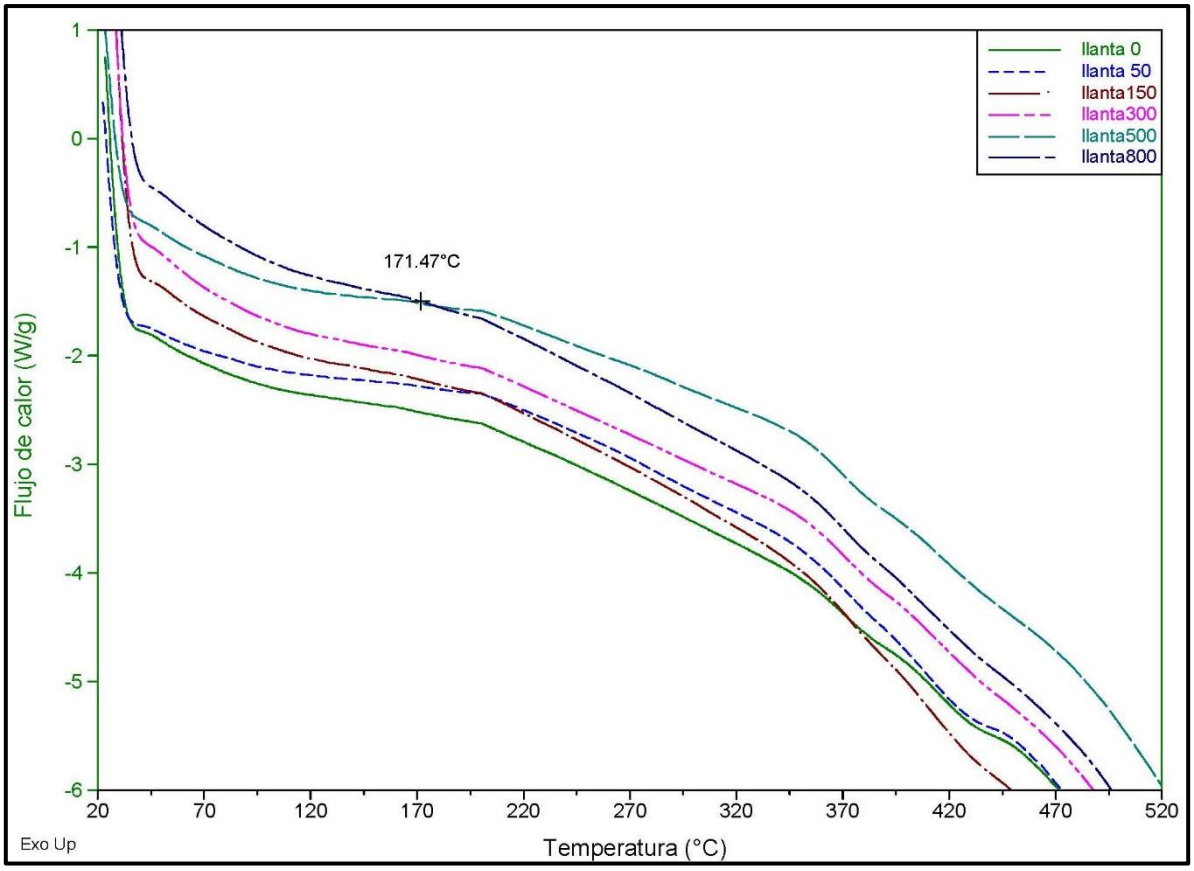



*Figura 36 Resultados de DSC en partículas de llanta irradiadas*

Conforme a los resultados obtenidos en TGA y DSC, se puede observar que la radiación gamma causa efectos de rompimiento de cadenas y entrecruzamiento de forma simultánea en las partículas de llanta. A una dosis de 500 kGy se presenta el mayor rompimiento de cadenas, mientras que a los 800 kGy, predomina el entrecruzamiento. Fenómenos similares han sido reportados por (Fathy et al., 2021 y Mhaske et al., 2022).

### 4.2.5. Efecto de la radiación en compuestos de resina y partículas de llanta

Se elaboraron especímenes de prueba con resina poliéster y 10% de partículas de llanta previamente irradiadas. Respecto al módulo de almacenamiento, en la región vítrea (35°C-55°C), los mayores valores corresponden a las muestras con partículas de llanta sin irradiar. De hecho, todos los compuestos presentan valores mayores a 1,000 MPa. En la región elastómerica (105°C-160°C), se observan diversos comportamientos, por ejemplo las series con partículas de irradiadas a 800 kGy, presentan mayor módulo que las de partículas de llanta sin irradiar, es decir el material es más rígido una vez que se supera la transición vítrea (Tg).

Las curvas de la tan δ muestran una intensidad similar en el máximo del pico de amortiguamiento, pero variaciones en los valores de la transición vítrea. Los compuestos con partículas de llanta sin irradiar presentan una Tg de 82.61°C, la cual disminuye para los que contienen partículas irradiadas. Disminuyendo a 74.75°C para los 300 kGy. Estos resultados fortalecen los resultados de DSC y TGA, ya que la radiación produce inicialmente rompimiento de cadenas en las partículas del elastómero, generando oligómeros que facilitan el movimiento, lo que hace disminuir el valor de la transición vítrea. No obstante, al aumentar la dosis hasta los 800 kGy, la Tg se localiza a una temperatura ligeramente mayor, 77.52°C, es decir se favorecen los procesos de entrecruzamiento.

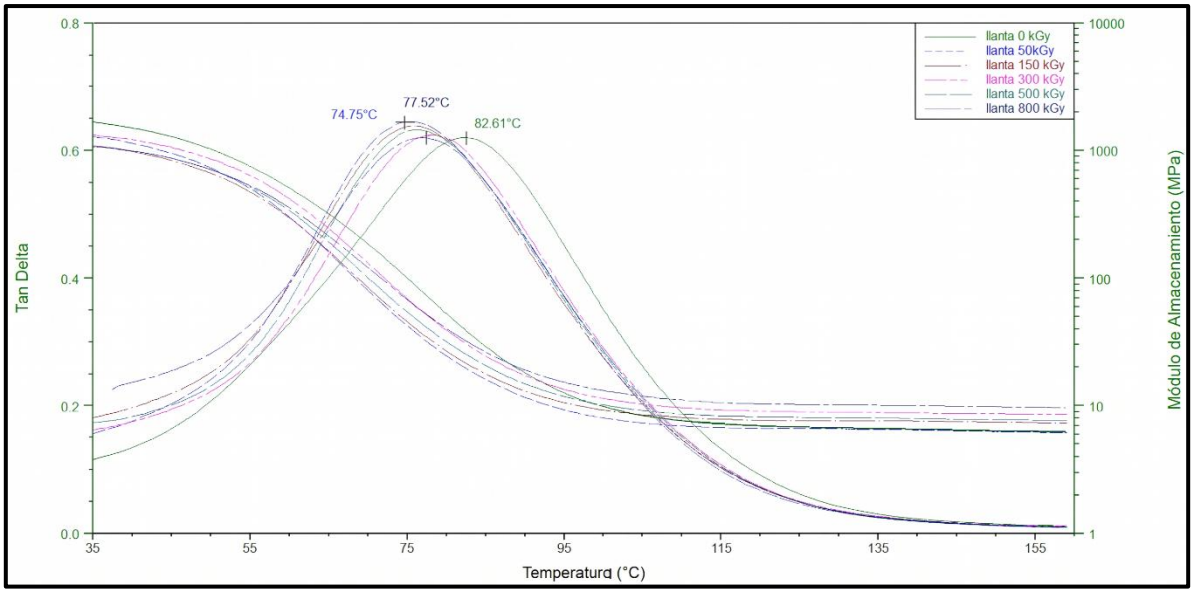



*Figura 37 Resultados DMA de llanta irradiada incorporada a resina poliéster*

## 4.3. Diseño de experimentos

El diseño de experimentos consistió en un diseño factorial que contempla, como:

- **Factores independientes:** el número de capas de fibra de yute y la dosis de radiación aplicada a las fibras.
- **Respuestas independientes**: las propiedades mecánicas (módulo de flexión, fuerza máxima de flexión y deformación).

Se elaboraron las series de muestras requeridas. Se caracterizaron 9 muestras de cada serie (Figura 38), con el fin de obtener resultados estadísticamente válidos y cumplir el teorema del límite central, el cual señala que, al tomar muestras aleatorias, la distribución del promedio seguirá una distribución normal. Por lo cual se tomó un promedio para asegurar un valor estadísticamente valido.




*Figura 38 Muestras realizadas para el diseño experimental*

En la tabla 12 se muestra el orden de las series en secuencia aleatoria (randomized run) generada por el software estadístico para el diseño de experimentos. En diseños estadísticos no se deben ordenar las series por niveles o factores, ya que la aleatorización asegura que factores externos no afecten los resultados. Por lo cual, el proceso de elaboración de muestras se realizo siguiendo este orden para cumplir con la aleatorización y para evitar cualquier tipo de sesgo.

*Tabla 12 Diseño experimental generado aleatorio (completo)*

| Serie | Factor A: Radiación (kGy) | Factor B: Número de Capas | Respuesta 1: Módulo de Flexión (MPa) | Respuesta 2: Fuerza máxima de flexión (MPa) | Respuesta 3: Deformación en flexión (%) |
|---|---|---|---|---|---|
| **1** | 0 | 3 | 3,725 | 79.45 | 1.53 |
| **2** | 300 | 2 | 3,791 | 70.93 | 1.01 |

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| **3** | 150 | 2 | 3,838 | 70.33 | 0.98 |
| **4** | 300 | 3 | 3,875 | 58.58 | 0.79 |
| **5** | 300 | 4 | 4,118 | 60.66 | 0.69 |
| **6** | 0 | 2 | 3,703 | 72.66 | 1.4 |
| **7** | 150 | 4 | 3,895 | 69.96 | 0.93 |
| **8** | 0 | 4 | 3,914 | 86.40 | 1.58 |

Con los valores de las respuestas independientes de cada serie (módulo de flexión, fuerza máxima de flexión y deformación), se seleccionaron modelos polinomiales para cada respuesta.

### 4.3.1. Módulo de flexión (R1)

El rango del módulo de flexión va desde 3,703 MPa hasta 4,118 MPa. El comportamiento polinomial se selecciona con base en el coeficiente de determinación ($R^2$), el cual es un referente de la efectividad de un modelo matemático con variación de datos. Se decidió optar por el comportamiento polinomial con el valor máximo de $R^2$ ajustado, y el uso de modelos con valores probabilísticos menores, para asegurar que los resultados no se deban al azar.

Se observa que el módulo se ajusta a un modelo lineal (tabla 13), ya que la diferencia entre los coeficientes ajustados y los de predicción es cercano a 0.2. El ajuste del coeficiente no alcanza un valor alto (de acuerdo con los estándares tradicionales), debido al tipo de refuerzo estructural utilizado, es decir capas de fibras acomodadas.

*Tabla 13 Resumen estadístico para la selección de modelos de ajuste (R1)*

| Orden | p-value | $R^2$ ajustada | $R^2$ de predicción |
|---|---|---|---|
| Lineal | 0.0255 | 0.6773 | 0.4135 |
| 2FI | 0.4962 | 0.6461 | -0.0039 |

| | | | |
|---|---|---|---|
| Cuadrático | 0.6228 | 0.5592 | -1.2670 |

En la tabla de resumen estadístico se muestran los posibles ajustes polinomiales (lineal, interacción de dos factores y cuadrático) en la columna izquierda, mientras que en las otras columnas se muestran los valores probabilísticos de cada modelo (p-value) y coeficientes de determinación ($R^2$) ajustados y de predicción.

Mediante el análisis de varianza (ANOVA) mostrado en la figura 39, se compararon las medias de las series de forma simultánea y se evaluó la significancia estadística. Para el módulo de flexión (respuesta independiente), el valor probabilístico (p-value) del modelo es estadísticamente significativo (0.0255), resultando en una confianza del 97.5%. Lo cual quiere decir que los efectos observados en el módulo de flexión no son causados por una coincidencia.

| Source | Sum of Squares | df | Mean Square | F-value | p-value |
|---|---|---|---|---|---|
| **Model** | 91564.83 | 2 | 45782.42 | 8.35 | 0.0255 |
| A-Radiación | 32560.67 | 1 | 32560.67 | 5.94 | 0.0589 |
| B-Capas | 59004.17 | 1 | 59004.17 | 10.76 | 0.0220 |
| **Residual** | 27429.04 | 5 | 5485.81 | | |
| **Cor Total** | 1.190E+05 | 7 | | | |

*Figura 39 Tabla ANOVA de R1*

En la figura 39 de análisis de varianza se presentan los componentes clave para la validación de los modelos seleccionados. La suma de cuadrados (sum of squares) es útil para cuantificar la variabilidad de los datos; los grados de libertad (df) representan el número de observaciones independientes; el valor F y el valor probabilístico (p value) determinan la significancia estadística del modelo general y de cada factor analizado; Finalmente, el “cor total” resume la variabilidad acumulada.

Para confirmar el comportamiento de los datos, en la figura 40 se muestra la gráfica de residuales. Se confirma que, a lo largo de la línea de tendencia central, las series experimentales presentan errores que siguen una distribución normal. La alineación de datos y la ausencia de valores atípicos garantizan que el modelo lineal seleccionado, captura con precisión el comportamiento del compuesto.

Es importante mencionar que cada punto en la gráfica de la figura 40, representa el residuo correspondiente a una serie específica del diseño experimental. El color de cada punto indica alguna clasificación por variables. Se sigue una escala automatizada por el software con base en la magnitud de la respuesta. Por lo tanto, esta grafica se utiliza como prueba de diagnóstico para verificar de manera global el supuesto de normalidad, la distribución y alineación de las series sobre la diagonal y por tanto validar el modelo.

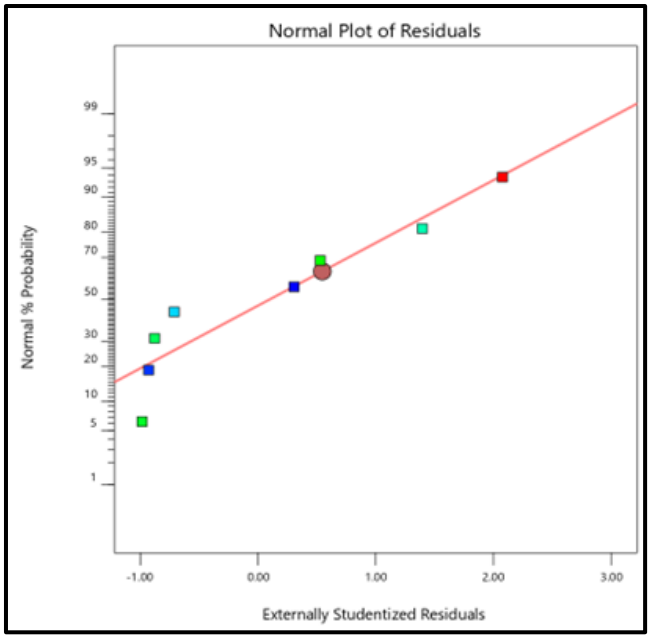



*Figura 40 Grafica normal de residuales (R1)*

Los datos de ajuste estadístico (Figura 41), muestran un valor del coeficiente de variación (C.V.) de 1.92%, lo cual demuestra alta reproducibilidad y

control de las condiciones de ensayo. Cabe mencionar que la literatura se señala que un C.V. de 10% es un valor de aceptación típico. Dado que se utilizaron capas de fibras de yute, el coeficiente de determinación ajustado fue de 0.6773, el cual se considera satisfactorio. Por último, la precisión de 7.62 confirma que el modelo es válido para la optimización de las propiedades del compuesto.

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| **Std. Dev.** | 74.07 | | **$R^2$** | 0.7695 |
| **Mean** | 3857.38 | | **Adjusted $R^2$** | 0.6773 |
| **C.V. %** | 1.92 | | **Predicted $R^2$** | 0.4135 |
| | | | **Adeq Precision** | 7.6212 |

*Figura 41 Tabla de ajuste estadístico R1*

La figura 42 muestra la superficie de respuesta (RSM) del módulo de flexión. En un eje se grafica la dosis de radiación (kGy) y en el otro el número de capas. La respuesta independiente (módulo de flexión), muestra que la pendiente de la superficie se incrementa al añadir capas de fibras y al aumentar la dosis de radiación. Es decir, se incrementa la rigidez con las capas de fibra.

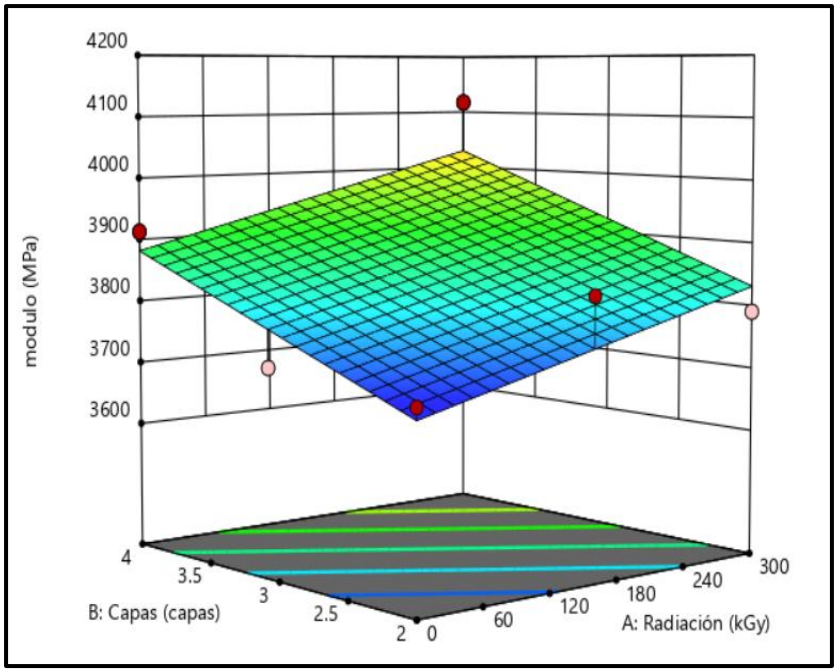



*Figura 42 Superficie de respuesta R1*

### 4.3.2 Fuerza máxima de flexión (R2)

Para la fuerza máxima de flexión (respuesta independiente) los valores van de 58.58 a 86.4 MPa. El tener rangos más amplios en una respuesta independiente resulta especialmente útil, ya que se cuenta con un área de disponibilidad mayor y, por consiguiente, con más opciones para optimizar y predecir la respuesta.

La respuesta independiente de fuerza máxima de flexión no se ajusta a un modelo lineal, sino a uno de interacción de dos factores (2FI), el cual puede contemplar la presencia de comportamientos sinérgicos o antagónicos en la combinación de los componentes. Este modelo es intermedio entre un modelo lineal y uno cuadrático.

La diferencia entre los coeficientes ajustados y los de predicción es mayor a 0.2 (0.2826), como se observa en la tabla 14. Existe un mayor grado de ajuste, comparado con la respuesta del módulo de flexión. Como se observa, se podría ajustar a un modelo cuadrático ya que se tiene parámetros similares (0.8819 vs

0.8875). Sin embargo, se recomienda seleccionar el que cuente con un menor valor probabilistico.

*Tabla 14 Resumen estadístico para selección del modelo de ajuste R2*

| Orden | p-value | $R^2$ ajustada | $R^2$ de predicción |
|---|---|---|---|
| Lineal | 0.0573 | 0.5540 | -0.0290 |
| 2FI | 0.0182 | 0.8819 | 0.5993 |
| Cuadrático | 0.4763 | 0.8875 | 0.4214 |

Mediante el análisis de varianza (figura 43), es posible ver que el modelo de interacción de dos factores (2FI) es significativo debido al valor alto de F (18.43) y uno mínimo (0.83%), de probabilidad. Otro parámetro importante es el de la radiación, ya que muestra un valor alto de F (40.23), el cual valida la interacción entre ambos componentes. Se tiene un valor muy pequeño probabilístico (AB) de 0.0182 en la interacción de los componentes AB. Adicionalmente, esta interacción muestra el efecto sinérgico entre la radiación y el número de capas y su significancia en la respuesta

| Source | Sum of Squares | df | Mean Square | F-value | p-value |
|---|---|---|---|---|---|
| **Model** | 535.18 | 3 | 178.39 | 18.43 | 0.0083 |
| A-Radiación | 389.46 | 1 | 389.46 | 40.23 | 0.0032 |
| B-Capas | 1.60 | 1 | 1.60 | 0.1654 | 0.7050 |
| AB | 144.12 | 1 | 144.12 | 14.89 | 0.0182 |
| **Residual** | 38.73 | 4 | 9.68 | | |
| **Cor Total** | 573.91 | 7 | | | |

*Figura 43 Tabla ANOVA de R2*

La gráfica de residuales (figura 44), confirma que el modelo tiene una distribución normal de datos, así como varianza constante. Los puntos se encuentran cerca de la línea, lo cual indica que los valores p y F son estadísticamente confiables y describen el comportamiento del material compuesto con certeza.

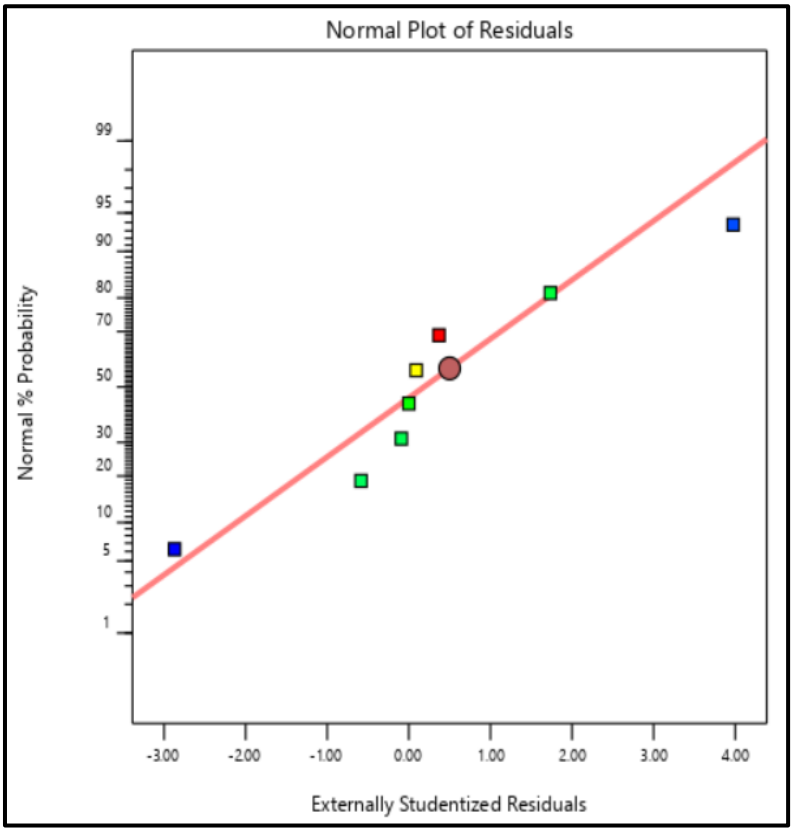



*Figura 44 Grafica normal de residuales (R2)*

Los datos de ajuste estadístico de la fuerza máxima de flexión (figura 45), confirma la robustez de interacción de dos factores (2FI), con un coeficiente de determinación ajustado de 0.8819 y una precisión de 12.78, que es muy superior al límite crítico habitual de 4. Finalmente, el coeficiente de variación (C.V.) de 4.3% reafirma la reproducibilidad de los resultados.

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| **Std. Dev.** | 3.11 | | **$R^2$** | 0.9325 |
| **Mean** | 71.12 | | **Adjusted $R^2$** | 0.8819 |
| **C.V. %** | 4.37 | | **Predicted $R^2$** | 0.5993 |
| | | | **Adeq Precision** | 12.7799 |

*Figura 45 Tabla de ajuste estadístico R2*

En la figura 46 correspondiente a la superficie de respuesta (RSM) de la fuerza máxima de flexión, en un eje se grafica la dosis de radiación (kGy) y en el otro el número de capas. Se observan cambios ligeros en la curvatura. El valor máximo de la respuesta se obtiene con el mayor número de capas de fibras colocadas en la resina poliéster, pero va disminuyendo con respecto a la dosis de radiación. Un fenómeno interesante se presenta cuando se tiene la máxima dosis de radiación y el máximo número de capas, ya que la respuesta es la mínima. Esto puede es atribuido a las modificaciones en las fibras causadas por la radiación gamma y a la cantidad máxima de fibras en la resina poliéster.

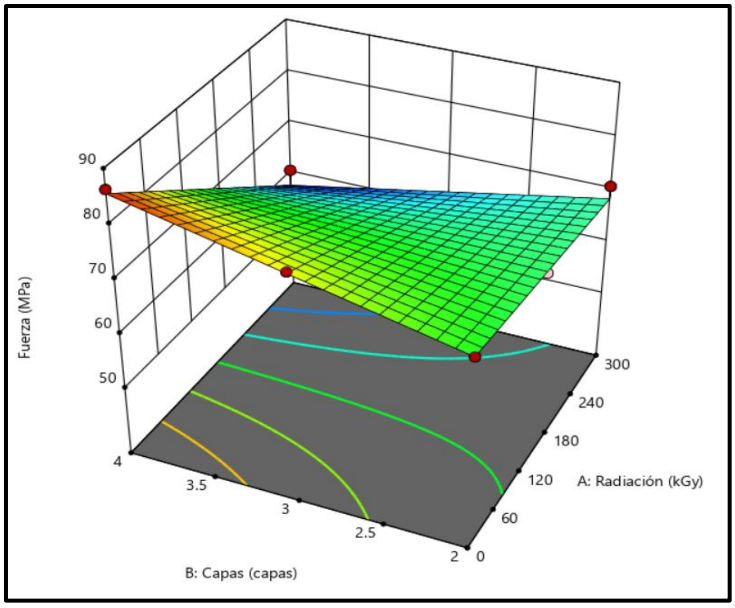



*Figura 46 Superficie de respuesta R2*

### 4.3.3. Deformación

Se tuvo un rango amplio de los valores de deformación, estos van desde 0.69 a 1.58%. De acuerdo con los valores obtenidos, el ajuste óptimo fue conforme a un modelo polinomial cuadrático, lo cual puede observarse en la tabla donde el coeficiente de determinación tiene un valor alto (0.9238) y una diferencia mínima de 0.062 entre los coeficientes de ajuste.

*Tabla 15 Resumen estadístico para selección del modelo de ajuste R3*

| Orden | p-value | $R^2$ ajustada | $R^2$ de predicción |
|---|---|---|---|
| Lineal | 0.0107 | 0.7722 | 0.5439 |
| 2FI | 0.1334 | 0.8488 | 0.6632 |
| Cuadrático | 0.0490 | 0.9852 | 0.9238 |

En la figura 47 correspondiente al análisis ANOVA se observa un valor probabilístico (p-value) muy bajo (0.010), un valor estadístico F más alto de lo normal, lo que indica que los valores obtenidos mediante este ajuste son estadísticamente significativos. Dado que el componente de las capas parece no tener importancia ni efectos en esta respuesta (debido a su alto valor p), se mantiene para el análisis, ya que se obtienen parámetros aceptables.

Además de los valores del modelo, de los componentes individuales y de las interacciones (AB), se confirma la curvatura de la respuesta, la cual es aportada por la dosis de radiación con un valor probabilístico ($A^2$) de 0.0270, mostrando que para la deformación, la radiación tiene un efecto dominante en los cambios de la respuesta.

| Source | Sum of Squares | df | Mean Square | F-value | p-value |
|---|---|---|---|---|---|
| **Model** | 0.8159 | 5 | 0.1632 | 94.14 | 0.0105 |
| A-Radiación | 0.6801 | 1 | 0.6801 | 392.35 | 0.0025 |
| B-Capas | 0.0060 | 1 | 0.0060 | 3.47 | 0.2035 |
| AB | 0.0625 | 1 | 0.0625 | 36.06 | 0.0266 |
| $A^2$ | 0.0616 | 1 | 0.0616 | 35.56 | 0.0270 |
| $B^2$ | 0.0001 | 1 | 0.0001 | 0.0769 | 0.8075 |
| **Residual** | 0.0035 | 2 | 0.0017 | | |
| **Cor Total** | 0.8194 | 7 | | | |

*Figura 47 Tabla ANOVA de R3*

Al igual que en las respuestas anteriores, la gráfica de residuales (Figura 48) muestra una distribución sin desviaciones fuera de lo normal. Esto permite

establecer que el modelo es muy adecuado en términos de los componentes y las respuestas que genera.

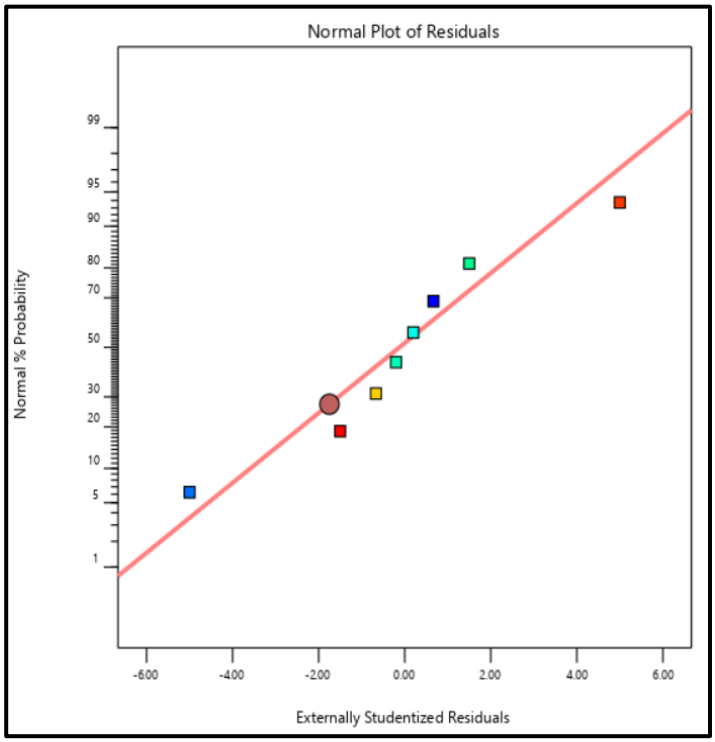



*Figura 48 Grafica normal de residuales (R3)*

La figura 49 muestra el ajuste estadístico de la respuesta deformación, se observa que la diferencia entre R de ajuste y R de predicción es de 0.0614, valor mucho menor a 0.2. Esta mínima diferencia demuestra la solidez de la predicción de la respuesta dentro de la parte experimental. Por otra parte, el coeficiente de variación (C.V.) de 3.74% confirma una baja dispersión de datos y hace que el modelo sea confiable para la optimización de las propiedades.

De las tres respuestas evaluadas (deformación, resistencia a la flexión y fuerza máxima), la deformación es la que presenta el mejor ajuste del modelo para su predicción. Esto resulta relevante porque evidencia la estabilidad dimensional que la fibra de yute aporta a las muestras, lo cual hace que los cambios generados por la radiación gamma sean más notorios y fáciles de predecir en esta respuesta.

Esta situación contrasta con lo observado en la resistencia a la flexión y la fuerza máxima, donde se contraponen dos efectos: el número de capas, que tiende a incrementar la resistencia, y la radiación, que tiende a disminuirla, generando una interacción que complica el ajuste del modelo para estas dos respuestas.

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | **Std. Dev.** | 0.0416 | | **$R^2$** | 0.9958 |
| | **Mean** | 1.11 | | **Adjusted $R^2$** | 0.9852 |
| | **C.V. %** | 3.74 | | **Predicted $R^2$** | 0.9238 |
| | | | | **Adeq Precision** | 25.6087 |

*Figura 49 Tabla de ajuste estadístico R3*

En la superficie de la respuesta deformación se observa un comportamiento parabólico, el cual es típico de un modelo cuadrático (figura 50).

Se observa que, al aumentar la dosis de radiación gamma, la deformación en el compuesto disminuye hasta llegar a un punto mínimo (aproximadamente a 250 kGy) y, a dosis mayores aumenta ligeramente. Este comportamiento concuerda con los resultados obtenidos para la radiación de fibras, en donde al aumentar la dosis las fibras se modifican estructuralmente generando mayor compatibilidad con la matriz, no obstante, a dosis mayores las modificaciones son más notables, limitando su capacidad de reforzamiento.

En el caso del número de capas de fibras, se observa que, si se agregan más capas, la deformación decrece gradualmente. Los resultados de la respuesta deformación son congruentes con las pruebas de tensión realizadas, ya que la adición de capas de fibras aumenta la rigidez del compuesto.

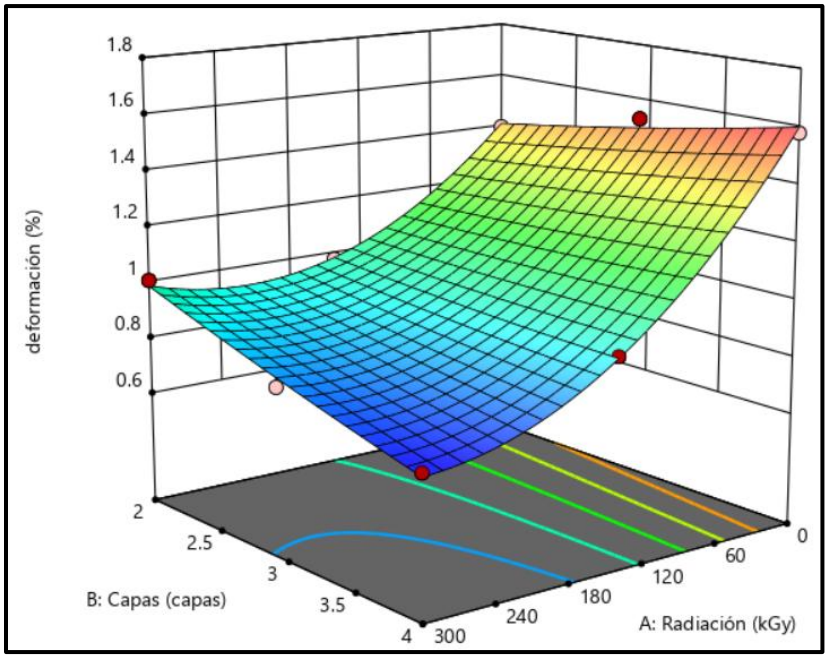



*Figura 50 Superficie de respuesta R3*

### 4.3.4. Correlación lineal

En la herramienta llamada Tabla de Correlación Lineal, se presentan las interacciones entre componentes y respuestas. El significado de color y número indica que:

- Un valor de 0 (en color gris) indica que no existe relación alguna entre el componente y la respuesta.
- Un valor de -1 indica una relación negativa o afectación en la respuesta.
- Un valor de +1 indica una aportación favorable o aumento de la respuesta.
- Los valores van desde -1 (color azul) hasta +1 (color rojo).

En el caso de la radiación utilizada, se reducen tanto la fuerza máxima de flexión como la deformación (en color azul), pero se incrementa moderadamente la rigidez del compuesto (en color rosado). Respecto a las capas de fibras, se observa mínima relación con la fuerza máxima y la deformación, pero si se presenta un ligero aumento del módulo de flexión. (Figura 51)

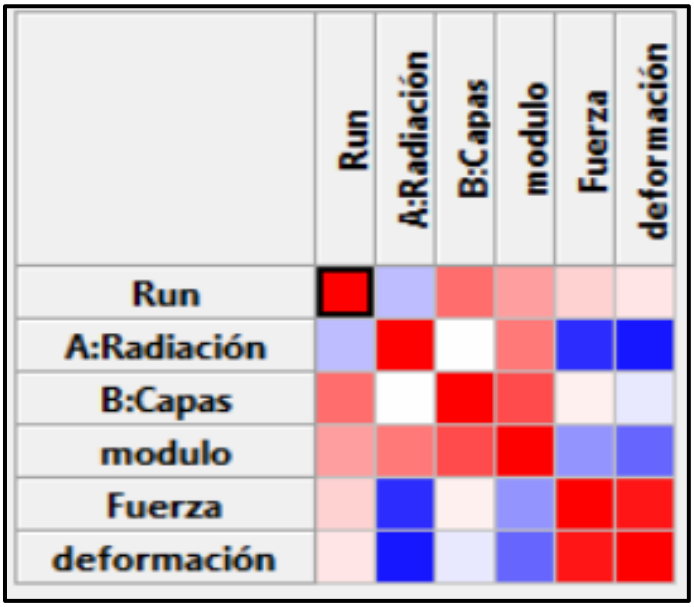



*Figura 51 Diagrama de correlación lineal*

De acuerdo con los resultados de las superficies de respuestas (RSM), como en la Tabla de la Correlación Lineal, no se observan comportamientos anormales que indiquen incompatibilidad y modificación excesiva de las fibras de yute, ni errores en la elaboración de los compuestos.

### 4.3.5. Optimización gráfica

En los diseños experimentales, la etapa de optimización consiste en utilizar la información de los modelos para buscar la combinación de factores que cumplen con las condiciones establecidas sobre una o varias respuestas de forma simultánea.

En la optimización gráfica se define un rango deseado dentro del área experimental (niveles de factores y límites de respuestas). Dependiendo de estos criterios, se muestra una región que muestra todas las posibles combinaciones que cumplan con los parámetros establecidos, por lo que en lugar de obtener

soluciones puntuales, se logra visualizar un área viable con distintas opciones a seleccionar.

De acuerdo con los resultados de fuerza máxima de flexión, módulo de flexión y deformación, se presenta un ejemplo, en donde se desea encontrar todas las combinaciones que cumplan con una fuerza de flexión no menor a 70 MPa, un valor de módulo mayor a 3,900 MPa, y una deformación menor al 1%. La solución gráfica se muestra en la figura 52, en la cual el área amarilla representa la combinación de factores (capas de fibras y dosis de radiación) que cumplen los parámetros deseados. El área amarilla indica que se deben tener entre 3.5 y 4 capas de fibras, y dosis de radiación entre 110 y 190 kGy.

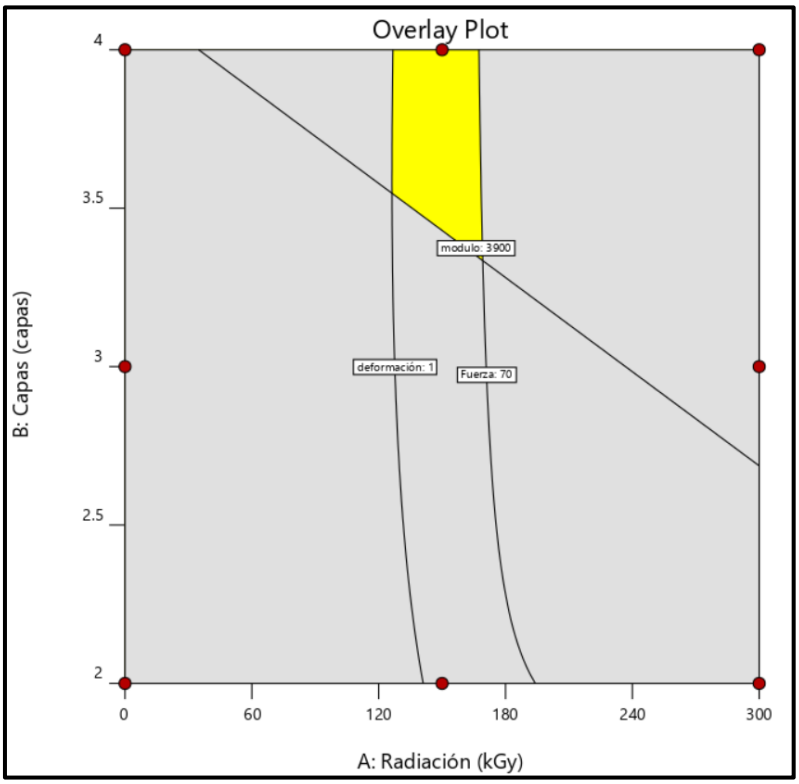



*Figura 52 Solución de optimización grafica*

En el proceso de optimización es posible ampliar el área de soluciones, modificar los límites establecidos o incluso eliminarlos. Por ejemplo, las respuestas

para un módulo hasta los 3,800 MPa hacen que el área amarilla se expanda, como se muestra en la figura 53.

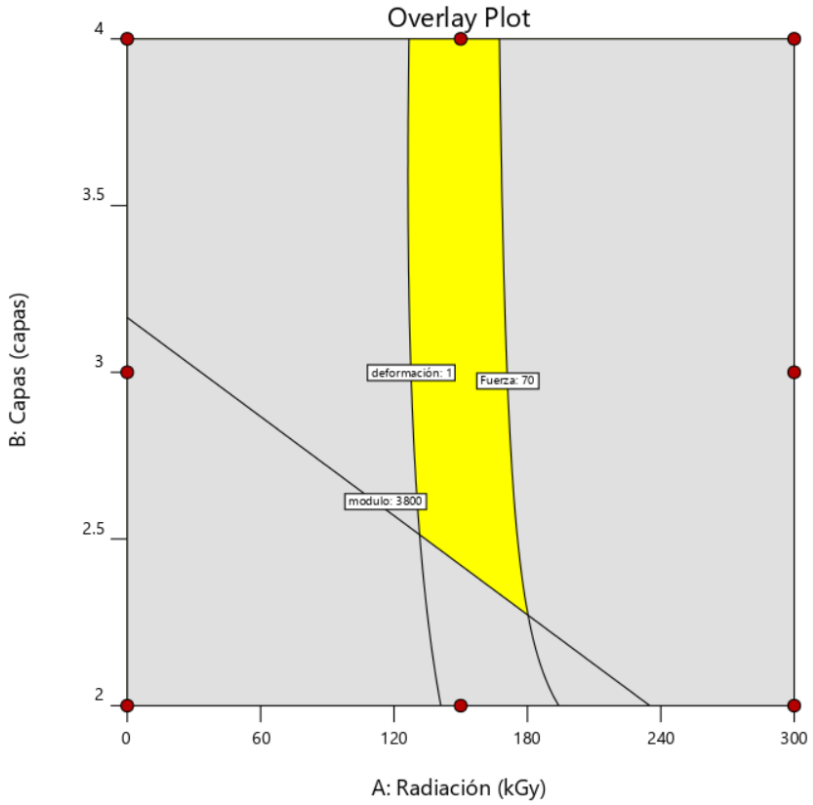



*Figura 53 Solución grafica ampliada*

### 4.3.6. Optimización numérica

A diferencia del proceso de optimización gráfica, en donde el objetivo es encontrar una zona de soluciones posibles dentro del espacio experimental, la optimización numérica busca combinaciones exactas de factores que cumplan un valor de respuesta definido previamente.

En la optimización numérica se puede trabajar con varias combinaciones de parámetros de forma simultánea, por lo cual se deben tener bien definidas:

- Las metas de optimización
- El peso
- La importancia

- La deseabilidad de las soluciones.

Las metas de la optimización son las que se programan para encontrar la solución específica deseada. Estas incluyen: el rango, los valores máximos/mínimos y el valor exacto de alguna respuesta.

El peso es un parámetro que prioriza la búsqueda de soluciones sobre la respuesta; se utiliza en casos en los que la prioridad sea encontrar un valor exacto a costa de un menor número de soluciones posibles.

La importancia es el parámetro que prioriza la búsqueda de un valor objetivo. Los valores posibles de importancia pueden ir de 1 a 5 y deben usarse en no más de dos respuestas, si se realiza una búsqueda de varios objetivos simultáneos.

Finalmente, la deseabilidad es el parámetro que evalúa que tanto las soluciones encontradas se acercan a los objetivos planteados. Los valores posibles de deseabilidad pueden encontrarse entre 0 y 1, en donde 0 indica que la solución encontrada se encuentra fuera de rango, por lo cual se tiene que descartar como opción, mientras que 1 indica que todos los objetivos se encuentran en el rango de búsqueda establecido. Es importante tener en cuenta que la deseabilidad final de múltiples metas de optimización depende del valor individual de cada respuesta involucrada.

Para ilustrar este proceso de forma más clara, se muestra como ejemplo, un caso de optimización numérica que contemple las siguientes condiciones:

- La fuerza máxima de flexión.
- El valor máximo del módulo de flexión.
- La deformación mínima
- No tener más de 3 capas de fibras
- No exceder los 200 kGy de radiación.

Para la introducción de datos se debe contemplar cada uno de los requisitos y adaptarlos con las metas de optimización existentes, por ejemplo, para obtener la fuerza máxima de flexión y el módulo, se selecciona la respuesta de esta propiedad y se introduce como meta “maximizar”; caso contrario ocurre en el valor de la deformación en donde se busca el valor mínimo posible y por lo tanto se utiliza la meta de “minimizar”.

En el caso de los condicionales para los límites de respuesta (capas de fibra y radiación) se deben definir limites inferiores especificados (LIE) y limites superiores especificados (LSE) los cuales cumplan con los requisitos solicitados. Los parámetros introducidos se muestran en la tabla 16.

*Tabla 16 parámetros introducidos para la optimización numérica.*

| Parámetro | Meta | LIE | LSE | Peso | Importancia |
|---|---|---|---|---|---|
| A: Radiación | Rango | 0 | 200 | N/A | N/A |
| B: Capas | Rango | 2 | 3 | N/A | N/A |
| R1: Módulo de flexión | Maximizar | 3,703 | 4,118 | 1 | 3 |
| R2: Fuerza de flexión | Maximizar | 58.58 | 86.4 | 1 | 3 |
| R3: Deformación | Minimizar | 0.69 | 1.58 | 1 | 3 |

En la figura 54 se muestra una de las siete soluciones obtenidas durante el proceso de optimización. En cada figura se representa con:

- Círculos rojos: el valor exacto de los factores a utilizar.
- Círculos azules: el resultado de las respuestas.
- Los límites adicionales definidos previamente.

La solución de este caso muestra, que utilizar 3 capas de fibras y una dosis de radiación de 189 kGy, se obtendrá un módulo de 3,876 MPa, una fuerza de 69 MPa y una deformación de 0.87%. De acuerdo con los límites establecidos, la combinación de factores es la más cercana a cumplir simultáneamente los tres

valores objetivo-programados (fuerza máxima, módulo máximo y mínima en deformación). Cabe mencionar, que entre más metas de respuestas se busquen al mismo tiempo, el número de soluciones y la deseabilidad se verán reducidos.

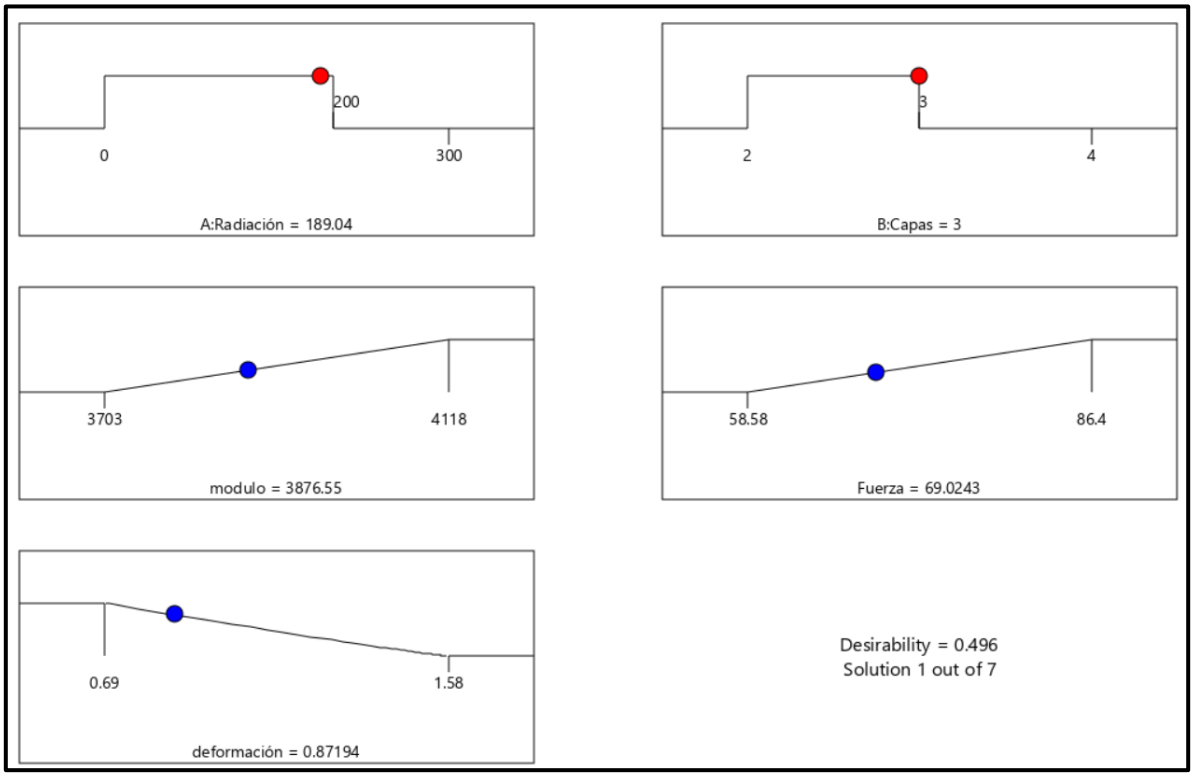



*Figura 54 Solución numérica del caso*

## 4.4. Series de Prony

Se elaboraron dos series de materiales compuestos con resina poliéster como matriz y refuerzos de llanta y fibras de yute. Para las series de fibras, se utilizaron fibras en forma de capas (1 a 4), mientras que en las de partículas de llanta se utilizaron distintos porcentajes (2, 4, 6, 8, 10 y 15%) (figura 55). Los compuestos se evaluaron mediante Análisis Mecánico Dinámico (DMA) en el modo de barrido de frecuencia, a 30 °C. Modo que cuantifica la deformación en términos de la frecuencia. Se realizaron barridos de frecuencia en 19 pasos en un rango de 0.1 a 100 Hz, en la respuesta del módulo de almacenamiento (E').

Posteriormente se aplicó la metodología de análisis de Elementos finitos combinada con modelos de series de Prony. Esto permitió conocer el efecto de las partículas de llanta y el tiempo en la respuesta viscoelástica del compuesto.

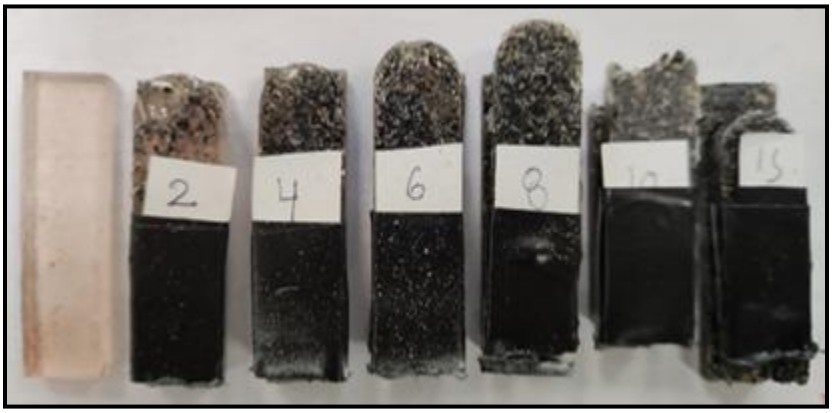



*Figura 55 Muestras fabricadas para el barrido de frecuencia (contenidos de llanta)*

### 4.4.1. Viscoelasticidad de la resina con capas de fibras de yute

En la figura 56 se muestran los resultados del módulo de almacenamiento (E') conforme al barrido de frecuencia, de la resina con capas de fibra de yute. Se observa que la rigidez del compuesto aumenta conforme aumenta el número de capas, con respecto a la resina pura (UPR: unsaturated polyester resin). La rigidez es más notoria para compuestos con 3 y 4 capas de fibra, con valores del módulo de almacenamiento mayores a 3,400 MPa. La rigidez del compuesto con 4 capas es 25% mayor que la de la resina pura (UPR).

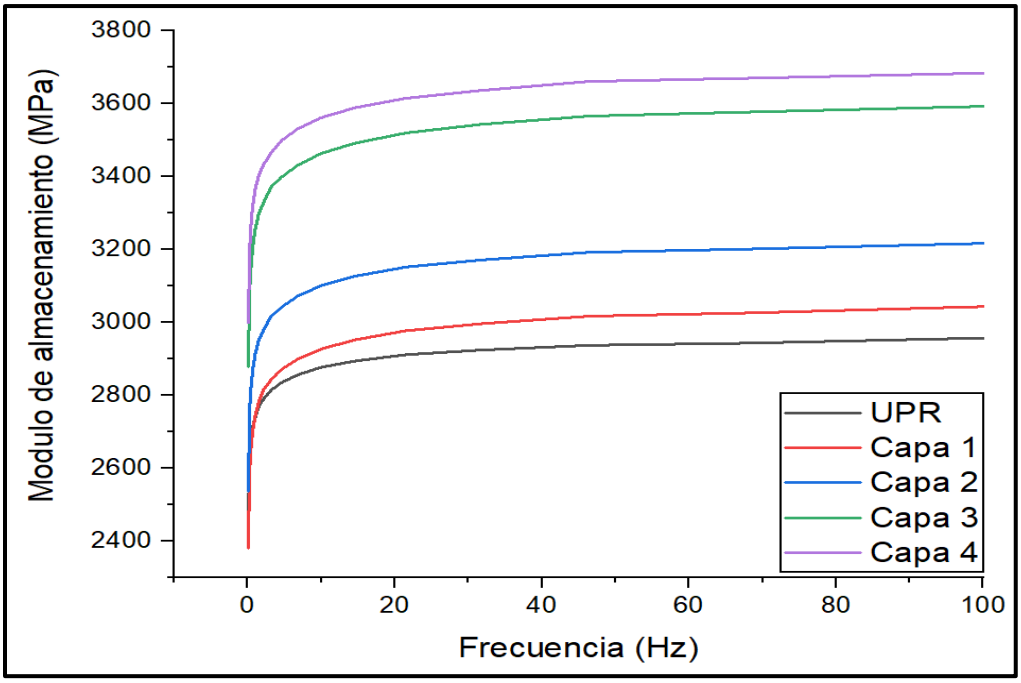



*Figura 56 Comparación de barrido de frecuencia muestras con distintas capas de yute*

El comportamiento viscoelástico en función del tiempo se muestra en la figura 57, donde se observan las curvas del módulo de relajación [E(t)], que describen el comportamiento de la resistencia (esfuerzo) a lo largo del tiempo al someterlo a una deformación constante.

La adición de 2, 3 y 4 capas de fibras de yute, desplaza las curvas hacia valores mayores del módulo E(t), esto significa que la rigidez aumenta con las fibras, ya que la movilidad de cadenas poliméricas disminuye a lo largo del tiempo. Sin embargo, para compuestos con una sola capa, los valores de E(t) son menores que los de resina pura (UPR). Es decir, con el porcentaje de 1% de capas de fibra no se logra una transferencia de esfuerzos eficiente.

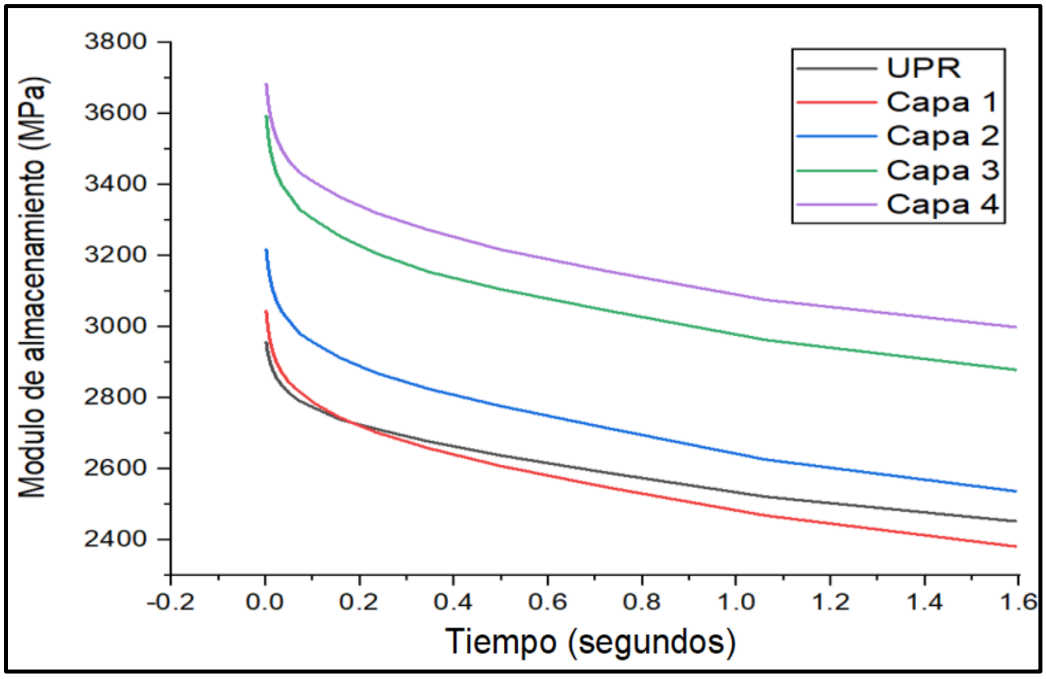



*Figura 57 Comportamiento de módulo con respecto al tiempo (capas de fibras)*

### 4.4.2. Viscoelasticidad de resina con partículas de partículas de llanta

En la figura 58 se muestran los resultados del módulo de almacenamiento (E') conforme al barrido de frecuencia de la resina con partículas de llanta. La adición de las partículas elastómericas disminuye gradualmente la rigidez del compuesto. Para el 2% de partículas de llanta se reduce en 8.3% el módulo, el cual va disminuyendo gradualmente hasta llegar a ser hasta 50% para compuestos con 15% de partículas de llanta.

En el compuesto las partículas de llanta se deforman más que la resina. Cada partícula de llanta actúa como una red de discontinuidades elásticas, haciendo que la rigidez del compuesto disminuya.

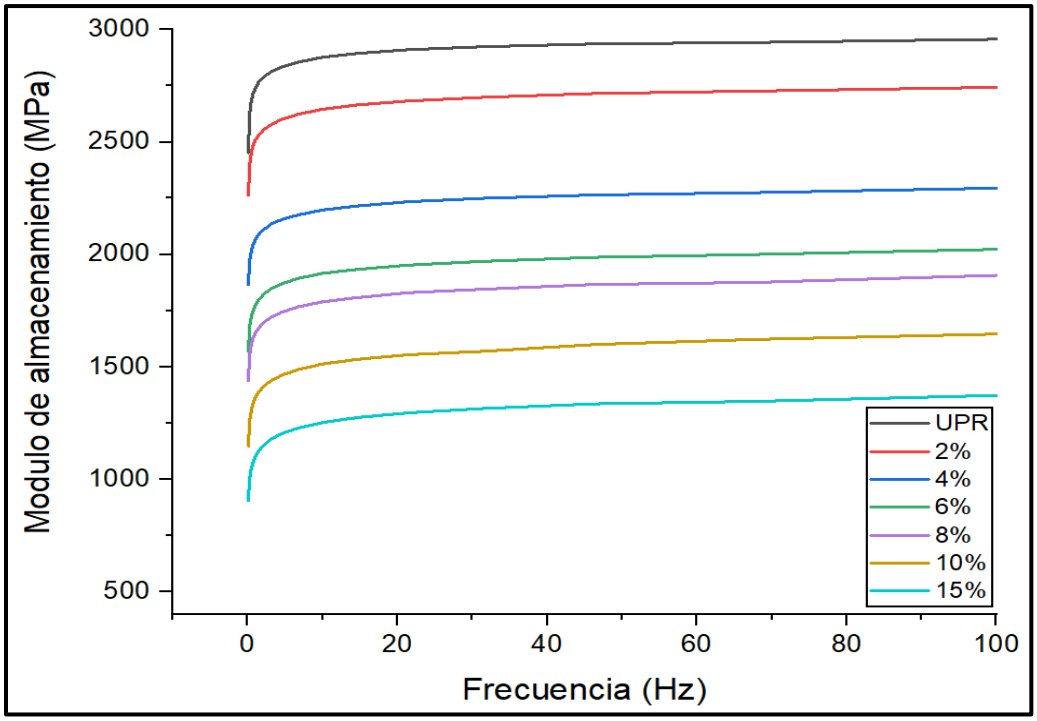



*Figura 58 Comparación de barrido de frecuencia muestras con porcentajes de yute.*

El comportamiento viscoelástico en función del tiempo se muestra en la figura 59, donde se observan las curvas del módulo de relajación [E(t)]. La adición de las partículas de llanta disminuye los valores del módulo. La resina pura (UPR) inicia la relajación en 2,950 MPa y disminuye gradualmente hasta 2,450 MPa. El caso extremo se presenta con el compuesto con 15% de partículas de llanta, el cual presenta un módulo inicial de 1,350 MPa y disminuye hasta 900 MPa.

Todos los compuestos siguen el mismo patrón, confirmando que las partículas de llanta no alteran los mecanismos de relajación de la resina poliéster. Las partículas de partículas de llanta funcionan como puntos de contacto elástico, actuando como amortiguadores dentro de la matriz rígida de resina poliéster. Además, las partículas de llanta dispersan parte de los esfuerzos aplicados, haciendo que el compuesto presente mejor respuesta a impactos.

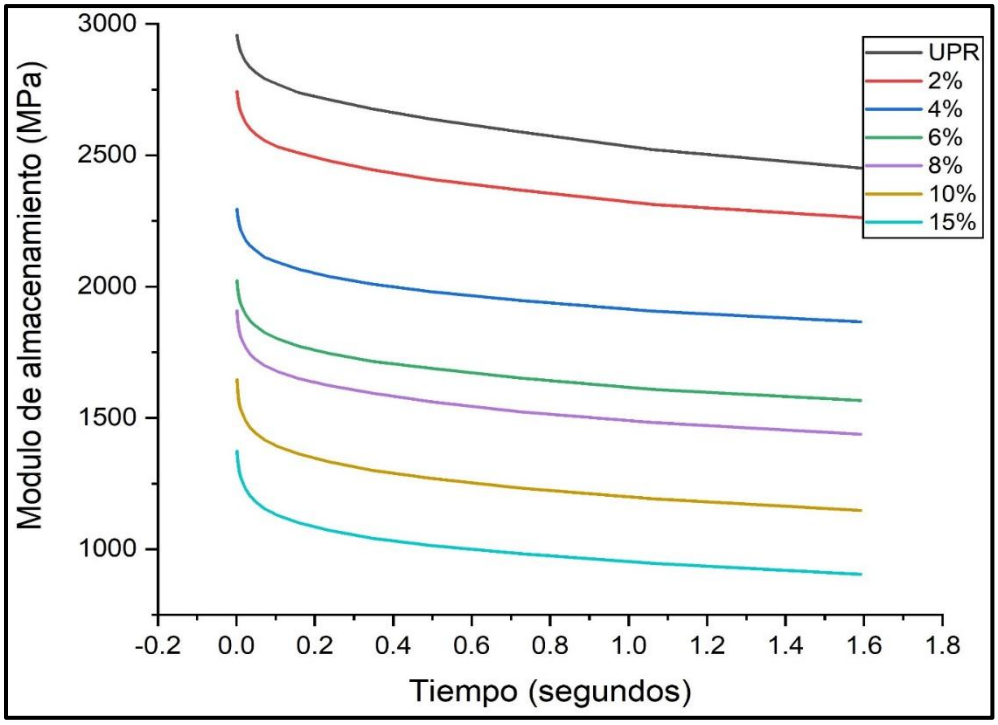



*Figura 59 Comportamiento de módulo con respecto al tiempo (contenido de llanta)*

### 4.4.3. Obtención de parámetros de Prony

Los datos del comportamiento viscoelástico observado en las pruebas de barrido de frecuencia se analizaron con el programa “Origin”, utilizando las herramientas de regresión no lineal (non-linear curve fit). Se realizó un ajuste de datos a un modelo generalizado de Maxwell, expresado como una serie de Prony de dos términos. Los parámetros del ajuste se muestran en las tablas 17 y 18, donde los coeficientes obtenidos con el ajuste son los siguientes:

- Módulo de equilíbrio (E´e)
- Módulo relativo (E´1)
- Módulo relativo (E´2)
- Tiempo de relajación (t1)
- Tiempo de relajación (t2)
- Coeficiente de determinación $R^2$

*Tabla 17 Coeficientes ajustados de las series de yute en capas.*

| | Capas de fibra | | | |
|---|---|---|---|---|
| | **1** | **2** | **3** | **4** |
| **E´e** | 2345.93 | 2490.19 | 2856.62 | 2970.36 |
| **E´1** | 234.54 | 244.44 | 264.48 | 251.91 |
| **E´2** | 436.25 | 455.73 | 444.94 | 437.99 |
| **t1** | 0.15 | 0.15 | 0.14 | 0.14 |
| **t2** | 3.80 | 4.05 | 3.41 | 3.50 |
| **$R^2$** | 0.99 | 0.99 | 0.99 | 0.99 |

*Tabla 18 Coeficientes ajustados de las series de contenido de llanta*

| | **Resina Poliéster** | **Partículas de llanta (%)** | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | **2** | **4** | **6** | **8** | **10** | **15** |
| **E´e** | 2408.02 | 2247.11 | 1864.89 | 1565.66 | 1436.17 | 1156.39 | 913.88 |
| **E´1** | 173.89 | 179.07 | 167.40 | 180.98 | 184.41 | 198.61 | 194.40 |
| **E´2** | 354.06 | 294.31 | 239.96 | 249.30 | 256.58 | 263.77 | 238.23 |
| **t1** | 0.17 | 0.13 | 0.12 | 0.12 | 0.11 | 0.09 | 0.10 |
| **t2** | 4.28 | 3.34 | 2.79 | 2.81 | 2.83 | 2.40 | 2.37 |
| **$R^2$** | 0.99 | 0.99 | 0.99 | 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.98 |

### 4.4.4. Aplicación de los parámetros de Prony en la simulación de materiales.

Se utilizó la metodología de Elementos Finitos y el software “Abaqus”. La idea es reproducir de forma virtual un ensayo de relajación de esfuerzos. Se evaluó la evolución de los esfuerzos en función del tiempo, bajo una deformación constante. Esto permitió analizar las modificaciones de la estructura interna (en 3-D), del compuesto con los refuerzos adicionados.

La simulación fue reproduciendo los parámetros de un ensayo estandarizado y definiendo las propiedades del compuesto. Se tomaron en cuenta:

- **Geometría y mallado:** Se diseñó un espécimen de prueba rectangular (3x10x50 mm), con base en las propiedades obtenidas en el ajuste de parámetros.
- **Modelo y propiedades del material**: En la simulación se utilizó el módulo de relajación instantáneo, denominado E0, obtenido de los datos experimentales de cada formulación evaluada. Posteriormente se trabajó sobre el comportamiento viscoelástico mediante los coeficientes normalizados de la serie de Prony y los tiempos de relajación previamente calculados.
- **Condiciones de carga:** Para la emulación del ensayo de relajación de esfuerzos, se utilizó un modelo de análisis viscoelástico y un periodo de evaluación de 20 segundos. Las condiciones de frontera consistieron en un empotramiento en uno de los extremos transversales de la geometría, es decir la fijación en una esquina de la geometría utilizada. En la cara opuesta al empotre, se indujo un desplazamiento longitudinal de 1 mm. Con estas condiciones, el software calculó el esfuerzo necesario para mantener la deformación impuesta.

Una vez definidos los parámetros clave, así como las condiciones del entorno de prueba, se procedió a simular con los modelos en cada uno de los compuestos. Con el fin de evitar errores falsos en el reporte de resultados, todas las condiciones de las muestras fueron idénticas. Asimismo, se estandarizó el algoritmo para asegurar los 20 segundos de relajación, manteniendo las mismas tolerancias de error en cada prueba.

Para asegurar la comparación entre todos los resultados, se realizó un control riguroso de los registros. Se procedió a desactivar el ajuste automático del programa y se eligió una escala fija para los esfuerzos equivalentes, utilizando un rango de 0 a 80 MPa.

### 4.4.5. Resultados de la simulación en Elemento Finito

La respuesta mecánica obtenida mediante simulaciones de Elementos Finitos permitió validar la hipótesis relacionada al incremento de la rigidez y la adición de fibras de yute. Al analizar las series de las muestras elaboradas bajo las mismas condiciones, se observó que el gradiente de esfuerzos es proporcional al número de capas (figura 60).

En la resina poliéster insaturada (UPR) y en la muestra con una capa de fibra, el campo de esfuerzos se sitúa en tonalidades amarillas y naranjas, teniendo tensiones internas moderadas (entre 40 y 60 MPa). Al añadir dos capas de yute, se genera una región de concentración de esfuerzos en la sección central (región de color rojo).

Las tonalidades en color rojo se intensifican en las muestras con tres y cuatro capas. De acuerdo con la ley de Hooke, si se mantiene una deformación constante, el esfuerzo inducido es directamente proporcional al módulo elástico. El cambio a color rojo confirma la eficiencia de las fibras de yute como refuerzo estructural, ya que soporta la mayor parte de la carga mecánica aplicada. Además de restringir el movimiento de las cadenas de la matriz.

Los valores bajos de relajación obtenidos confirman que el refuerzo de fibras de yute reduce la capacidad de la matriz para disipar energía por flujo viscoso, ya que las fibras incrementan el comportamiento elástico en el compuesto. Este tipo de compuestos podrían aplicarse en donde se requieran estabilidad dimensional y alta resistencia a la deformación.

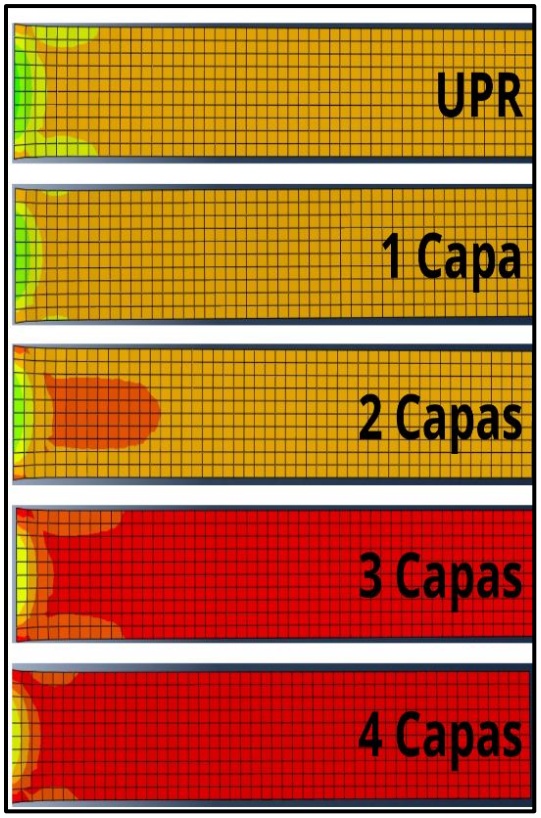



*Figura 60 Simulación de elemento finito (capas de yute)*

En el caso de la adición de las partículas de llanta, el análisis visual de las simulaciones muestra una reducción de esfuerzos conforme aumenta la cantidad de partículas de llanta en la matriz del compuesto (figura 61).

La resina poliéster insaturada (UPR) presenta una tonalidad naranja, la cual cambia a una tonalidad amarilla (para 2% de partículas de llanta) y a verde (para 4-10% de partículas). Finalmente, para la muestra con 15% de partículas de llanta, la tonalidad presenta una pequeña región en color azul.

Las partículas de llanta actúan como puntos de baja rigidez en la matriz de resina poliéster. En compuestos con mayor cantidad de partículas de llanta se requiere menor fuerza interna para alcanzar la deformación. Las partículas de llanta disminuyen la rigidez total del compuesto e incrementan la flexibilidad del sistema, actuando como una especie de agente plastificante.

Debido a la composición y morfología de las partículas de llanta, las cadenas de poliéster cercanas a estas partículas tienen mayor libertad de movimiento, lo que da como resultado una suma de coeficientes E mayor. Esto permite que el compuesto tenga una mayor capacidad de dispersión de cargas, además de relajar la tensión interna de forma más eficiente.

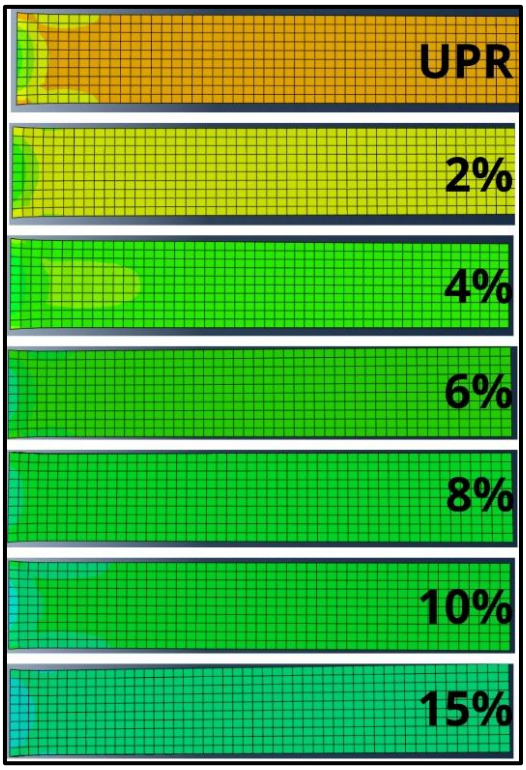



*Figura 61 Simulación de elemento finito (Muestras con contenido de llanta)*

En resumen, mediante la simulación de Elementos Finitos, se puede establecer que las fibras de yute incrementan la resistencia y la elasticidad del compuesto, mientras que las partículas de llanta actúan como refuerzos en tenacidad, favoreciendo la relajación de esfuerzos.

# CAPITULO 5 CONCLUSIONES

Los objetivos de este trabajo consistieron en la elaboración y el análisis de los resultados obtenidos en los materiales compuestos, así como en el estudio individual de cada uno de los materiales involucrados. Mediante el aislamiento y la evaluación del comportamiento de cada variable (resina poliéster, fibras de yute, partículas de llanta y dosis de radiación gamma) fue posible comprender los mecanismos físicos y químicos que gobiernan el sistema en su conjunto, estableciendo una explicación clara de las interacciones entre los materiales. Este enfoque permite diseñar materiales compuestos de manera más predecible y orientada al cumplimiento de requerimientos y aplicaciones específicas.

Se presentan las conclusiones de cada uno de los tres componentes evaluados:

- Resina poliéster
- Fibras de yute
- Partículas de llanta

**Resina poliéster:**

Los resultados de la caracterización térmica permitieron cuantificar los cambios ocurridos en la resina poliéster almacenada durante periodos prolongados. En particular, se observó un proceso de degradación a los 57 °C, acompañado de modificaciones en el grado de entrecruzamiento y de una disminución del 58.2 % en la entalpía.

Los resultados obtenidos mediante análisis mecánico dinámico (DMA) mostraron que la aplicación de radiación gamma favorece el curado completo de la resina. La muestra con 5 días de curado presentó un proceso de curado incompleto; sin embargo, la exposición a una dosis de 100 kGy permitió completar dicho proceso. Por otra parte, la irradiación de resinas recién fabricadas produjo un incremento significativo en la densidad de entrecruzamiento, evidenciado por un aumento de 14 °C en la temperatura de transición vítrea y por la estabilización del módulo de almacenamiento. Asimismo, se determinó que una cantidad

adecuada de estireno libre permite mantener un nivel óptimo de entrecruzamiento, evitando cambios significativos incluso después de la aplicación de dosis de 100 kGy.

**Fibras de yute:**

La incorporación de fibras de yute en configuración por capas presentó propiedades superiores en comparación con la distribución aleatoria de fibras. El acomodo en capas favoreció una mejor dispersión de esfuerzos, incrementó la rigidez hasta en un 17 % y mejoró la estabilidad dimensional del material, lo cual se evidenció mediante una disminución del 69 % en el coeficiente de expansión térmica. Sin embargo, la deformación máxima se redujo hasta en un 40.3 %.

Por otra parte, la radiación gamma modificó las propiedades mecánicas de las fibras, particularmente su comportamiento a tensión. El incremento de la dosis provocó alteraciones en la hemicelulosa y la lignina presentes en las fibras; no obstante, estos cambios permanecieron relativamente constantes hasta alcanzar una dosis de 300 kGy.

Mediante el diseño de experimentos se corroboró que la aplicación de dosis de hasta 300 kGy sobre las fibras de yute mejora su compatibilidad con la resina poliéster, ya que se observó un incremento en la rigidez y una disminución en la deformación máxima del compuesto.

Finalmente, a partir del uso de los parámetros de Prony y de simulaciones por elemento finito, se confirmaron las propiedades viscoelásticas del material compuesto. Los resultados demostraron que las fibras de yute reducen la capacidad de la resina (que actúa como matriz) para disipar energía mediante flujo viscoso, debido a que las capas de yute favorecen un comportamiento más elástico del compuesto.

**Partículas de llanta**

De acuerdo con los resultados obtenidos mediante DMA, se corroboró que el tamaño de las partículas de llanta adicionadas influye en el comportamiento de

las cadenas poliméricas de la resina poliéster. Esto se evidenció por el desplazamiento de 5 °C en la temperatura de transición vítrea, atribuido al enredamiento de las cadenas poliméricas con las fibras de yute.

En cuanto a las dosis de radiación gamma aplicadas a las partículas de llanta, se observó que a dosis elevadas existe una competencia entre los fenómenos de rompimiento y entrecruzamiento de cadenas. A una dosis de 500 kGy predominó el rompimiento de cadenas, mientras que a 800 kGy el fenómeno dominante fue el entrecruzamiento. Estos resultados mostraron concordancia con los valores obtenidos mediante DMA, donde la temperatura de transición vítrea (Tg) disminuyó hasta en un 9.5 % conforme aumentó la dosis de radiación. No obstante, a una dosis de 800 kGy la disminución de la Tg fue menor, alcanzando únicamente un 6.1 %.

Las simulaciones por Elemento Finito permitieron observar un comportamiento opuesto al registrado en los compuestos reforzados con fibras de yute. En este caso, al incrementar la cantidad de partículas de llanta en la resina poliéster, se produjo una disminución en el módulo de almacenamiento, con reducciones que variaron del 8.3 % al 50 % conforme aumentó el contenido de partículas de 2 % a 15 %.

Los resultados obtenidos de las gráficas del módulo en función del tiempo y de las simulaciones permitieron concluir que las partículas de llanta actúan como puntos de contacto elástico capaces de amortiguar los efectos de las cargas aplicadas sobre el compuesto. Como consecuencia, el proceso de relajación interna se vuelve más eficiente a medida que aumenta la cantidad de partículas de llanta incorporadas al material.

## Referencias


Azevedo, A., Da Silveira, P., Lopes, T., Da Costa, O., Monteiro, S., Veiga-Junior, V., Silveira, P., Cardoso, D., & Da Silva Figueiredo, A. (2025). Ionizing Radiation and Its Effects on Thermoplastic Polymers: An Overview. *Polymers, 17*(8), 1110. https://doi.org/10.3390/polym17081110.

Antypas, I. R., & Savostina, T. P. (2026). Creating Insulation Materials from Unsaturated Polyester and Recycled Tire Rubber. *Advanced Engineering Research (Rostov-on-Don),* 26(1), 2199. https://doi.org/10.23947/2687-1653-2026-26-1-2199

Araujo-Morera, J., Verdugo-Manzanares, R., González, S., Verdejo, R., López-Manchado, M., & Santana, H. (2021). On the Use of Mechano-Chemically Modified Ground Tire Rubber (GTR) as Recycled and Sustainable Filler in Styrene-Butadiene Rubber (SBR) Composites. *Journal of Composites Science*, 5(3), 68. https://doi.org/10.3390/jcs5030068

Ashfaq, A., Clochard, M., Coqueret, X., Dispenza, C., Driscoll, M., Ulański, P., & Al-Sheikhly, M. (2020). Polymerization Reactions and Modifications of Polymers by Ionizing Radiation. *Polymers, 12* (12), 2877. https://doi.org/10.3390/polym12122877

Bansal, R. K., Mittal, J., & Singh, P. (1989). Thermal stability and degradation studies of polyester resins. *Journal of applied polymer science*, *37*(7), 1901-1908. https://doi.org/10.1002/app.1989.070370713

Biswas, B., Bandyopadhyay, N. R., & Sinha, A. (2019). Mechanical and dynamic mechanical properties of unsaturated polyester resin-based composites. In *Unsaturated polyester resins* (pp. 407-434). https://doi.org/10.1016/B978-0-12-816129-6.00016-8

Brenes-Acosta, A., & Stradi-Granados, B. A. (2014). Comparative study of the mechanical properties of polyester resin with and without reinforcement with fiber-glass and furcraea cabuya fibers. *Fibers and Polymers*, *15*(10), 2186-2192. https://doi.org/10.1007/s12221-014-2186-4

Brzęk, P., & Sterzyński, T. (2020). Stress whitening as an observation method of residual stress in mabs polymer material through the example of holding pressure in an injection molding process. *Polymers*, *12*(12), 2871. https://doi.org/10.3390/polym12122871

Buruk Sahin, Y., Aktar Demirtaş, E., & Burnak, N. (2016). Mixture design: A review of recent applications in the food industry Mixture design: A review of recent applications in the food industry Mixture design: A review of recent applications in the food industry. Pamukkale University Journal of Engineering Sciences, 22 (4), 297-304. https://doi.org/10.5505/pajes.2015.98598

Çalişkan, B., & Çalişkan, A. (2018). Interaction with Matter of Ionizing Radiation and Radiation Damages (Radicals). https://doi.org/10.5772/intechopen.74691.

Chu, F., Hu, Y., Hu, W., Song, L., & Hu, Y. (2025). Advancements in Monomers and Reinforcements of Unsaturated Polyester Composites: Traditional, Bio-Based, and Flame-Retardant Types. *Composites Part B: Engineering*. 294, 112171. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2025.112171.

Comstock, J., Weatherman, K., & Kowalsky, R. (2020). Chapter 5: Interactions of Radiation with Matter. https://doi.org/10.21019/9781582122830.ch5

Dabić-Miletić, S., Simić, V., & Karagoz, S. (2021). End-of-life tire management: a critical review. *Environmental Science and Pollution Research International, 28*, 68053 - 68070. https://doi.org/10.1007/s11356-021-16263-6
Davallo, M., Pasdar, H., & Mohseni, M. (2010). Mechanical properties of unsaturated polyester resin. *International Journal of ChemTech Research*, *2*(4), 2113-2117.
Dai, K., Song, L., Jiang, S., Yu, B., Yang, W., Yuen, R. K., & Hu, Y. (2013). Unsaturated polyester resins modified with phosphorus-containing groups: Effects on thermal properties and flammability. *Polymer Degradation and Stability*, *98*(10), 2033-2040. https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2013.07.008
Dhanorkar, R., Mohanty, S., & Gupta, V. (2021). Synthesis of Functionalized Styrene Butadiene Rubber and Its Applications in SBR–Silica Composites for High Performance Tire Applications. *Industrial & Engineering Chemistry Research, 60*, 4517-4535. https://doi.org/10.1021/acs.iecr.1c00013.
Dubey, K., & Bhardwaj, Y. (2021). High-Performance Polymer-Matrix Composites: Novel Routes of Synthesis and Interface-Structure-Property Correlations. *Handbook on Synthesis Strategies for Advanced Materials*. https://doi.org/10.1007/978-981-16-1892-5_1

Elnaggar, M. Y., Fathy, E. S., Amdeha, E., & Hassan, M. M. (2019). Impact of gamma irradiation on virgin styrene butadiene rubber blended with ultrasonically devulcanized waste rubber. Polymer Engineering & Science, 59(4), 807-813. https://doi.org/10.1002/pen.25014

Farooq, A., Islam, S., Al-Amin, M., Patoary, M., Hossain, M., Khawar, M., Wang, Z., & Tian, M. (2024). From farm to function: Exploring new possibilities with jute nanocellulose applications.. *Carbohydrate polymers, 342*, 122423 . https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2024.122423
Fathy, E. S., El-Nemr, K. F., Youssef, H. A., & El-Shafie, M. (2021). Effect of gamma irradiation and oxidized bitumen on the performance of the modified crumb rubber for various applications. *Radiochimica Acta*, *109*(1), 47-54. https://doi.org/10.1515/ract-2020-0080
Fathy, E., Hassan, M., & Elnaggar, M. (2023). Short nylon tire cord and gamma irradiation impact on SBR/ultrasonic and mechanochemical devulcanized rubber blends. *Radiochimica Acta, 111*, 317 - 332. https://doi.org/10.1515/ract-2022-0077.
Fazli, A., & Rodrigue, D. (2020). Recycling Waste Tires into Ground Tire Rubber (GTR)/Rubber Compounds: A Review. *Journal of Composites Science*. https://doi.org/10.3390/jcs4030103.
Ferry, J. (1961). Viscoelastic properties of polymers. *Journal of the American Chemical Society, 83*, 4110-4111 https://doi.org/10.1149/1.2428174.
Flores, A. L. L., Kairytė, A., Šeputytė-Jucikė, J., Makowska, S., Lavoratti, A., de Avila Delucis, R., & Amico, S. C. (2024). Effect of chemical treatments on the mechanical properties of jute/polyester composites. *Materials*, *17*(10), 2320. https://doi.org/10.3390/ma17102320

Gañán, P., Barajas, J., Zuluaga, R., Castro, C., Marín, D., Tercjak, A., & Builes, D. (2023). The Evolution and Future Trends of Unsaturated Polyester Biocomposites: A Bibliometric Analysis. *Polymers, 15*. https://doi.org/10.3390/polym15132970.

Halsband, C., Sørensen, L., Khan, F., Herzke, D., & Wagner, S. (2024). Editorial: Environmental impacts and risks of car tire and styrene-butadiene rubber: microplastic pollution and contaminant transport. *Frontiers in Environmental Science*. 11:1355263. https://doi.org/10.3389/fenvs.2023.1355263.
Hansen, J. (2024). Modified and generalized single-element Maxwell viscoelastic model. *Physical Review E, 110 (2)*, L023101. https://doi.org/10.1103/physreve.110.l023101
Hsissou, R., Seghiri, R., Benzekri, Z., Hilali, M., Rafik, M., & Elharfi, A. (2021). Polymer composite materials: A comprehensive review. *Composite Structures*. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2021.113640
Hossain, M.M., & Abdulla, F. (2015). Jute Production in Bangladesh: A Time Series Analysis. *Journal of Mathematics and Statistics, 11*, 93-98. https://doi.org/10.3844/JMSSP.2015.93.98
Hosseini, S., & Razzaghi-Kashani, M. (2018). Catalytic and networking effects of carbon black on the kinetics and conversion of sulfur vulcanization in styrene butadiene rubber. *Soft matter, 14 45*, 9194-9208. https://doi.org/10.1039/c8sm01953c.

Islam, M. S., & Alauddin, M. (2012). World production of jute: a comparative analysis of Bangladesh. *International Journal of Management and Business Studies*, *2*(1), 14-22.
Islam, M., Chowdhury, M., Talukder, A., Hossain, N., Rana, M., Patwary, M., & Khan, R. (2025). Enhancement of crystallinity of jute fibers through surface modification and gamma irradiation. *Textile Research Journal, 96*, 456 - 470. https://doi.org/10.1177/00405175251319564.

Jacquet, E., Trivaudey, F., & Varchon, D. (2000). Calculation of the transverse modulus of a unidirectional composite material and of the modulus of an aggregate. Application of the rule of mixtures. *Composites science and technology*, *60*(3), 345-350. https://doi.org/10.1016/S0266-3538(99)00128-1
Jankovic, A., Chaudhary, G., & Goia, F. (2021). Designing the design of experiments (DOE)–An investigation on the influence of different factorial designs on the characterization of complex systems. *Energy and Buildings*, *250*, 111298. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2021.111298
Jeong, S., & Baig, C. (2020). Molecular process of stress relaxation for sheared polymer melts. *Polymer, 202*, 122683 https://doi.org/10.1016/j.polymer.2020.122683
Kandelbauer, A., Tondi, G., Zaske, O., & Goodman, S. (2013). Unsaturated polyesters and vinyl esters. *Handbook of Thermoset Plastics*. https://doi.org/10.1016/b978-1-4557-3107-7.00006-3

Kangishwar, S., Radhika, N., Sheik, A., Chavali, A., & Hariharan, S. (2022). A comprehensive review on polymer matrix composites: material selection, fabrication, and application. *Polymer Bulletin, 80*, 47-87. https://doi.org/10.1007/s00289-022-04087-4
Kargarzadeh, H., Sheltami, R. M., Ahmad, I., Abdullah, I., & Dufresne, A. (2015). Cellulose nanocrystal reinforced liquid natural rubber toughened unsaturated polyester: Effects of filler content and surface treatment on its morphological, thermal, mechanical, and viscoelastic properties. *Polymer*, 71, 51-59. https://doi.org/10.1016/j.polymer.2015.06.045

Kaysar, M., Ahmed, S., Talib, A., Jamil, M., Habib, M., Anisur, M., Dayan, R., Mamun-Or-Rashid, ·., & Gafur, M. (2024). Impact of NaOH Treatment on the Chemical, Structural, Physico-mechanical, and Thermal Characteristics of Jute Species. *Fibers and Polymers, 25*, 1765 - 1777.
https://doi.org/10.1007/s12221-024-00542-3.
Khalid, M. Y., Arif, Z. U., Ahmed, W., & Arshad, H. (2022). Recent trends in recycling and reusing techniques of different plastic polymers and their composite materials. Sustainable Materials and Technologies, 31, e00382.
https://doi.org/10.1016/j.susmat.2021.e00382
Khuri, A. I., & Mukhopadhyay, S. (2010). Response surface methodology. Wiley interdisciplinary reviews: Computational statistics, 2(2), 128-149.
https://doi.org/10.1002/wics.73
Khina, A. G., Bulkatov, D. P., Storozhuk, I. P., & Sokolov, A. P. (2025). Coefficient of Linear Thermal Expansion of Polymers and Polymer Composites: A Comprehensive Review. *Polymers*, *17*(23), 3097.
https://doi.org/10.3390/polym17233097
Klajn, K., Gozdek, T., Bieliński, D. M., Siciński, M., Zarzecka-Napierała, M., & Pędzich, Z. (2021). SBR vulcanizates filled with modified ground tire rubber. *Materials*, *14*(14), 3991.
https://doi.org/10.3390/ma14143991
Konda, R., Rajurkar, K. P., Bishu, R. R., Guha, A., & Parson, M. (1999). Design of experiments to study and optimize process performance. *International Journal of Quality & Reliability Management*, *16*(1), 56-71.
https://doi.org/10.1108/02656719910226914
Kruželák, J., Džuganová, M., Kvasničáková, A., Hronkovič, J., Preťo, J., Chodák, I., & Hudeč, I. (2025). Sulfur and Peroxide Cross-Linking of Lignosulfonate-Filled Compounds Based on Acrylonitrile–Butadiene Rubber and Styrene–Butadiene Rubber. *Polymers, 17*.
https://doi.org/10.3390/polym17070950
Kumar, S., Maheswari, S., Singh, S.S. *et al.,* Dynamic mechanical analysis of epoxy composites: Master curve construction and prony series fitting to investigate filler shape effects on viscoelastic properties. *Emergent Matter.* 8, 5085–5097 (2025).
https://doi.org/10.1007/s42247-024-00992-8

Li, J., Yao, S., Xiao, F., & Amirkhanian, S. N. (2022). Surface modification of ground tire rubber particles by cold plasma to improve compatibility in rubberised asphalt. *International Journal of Pavement Engineering*, *23*(3), 651-662.
https://doi.org/10.1080/10298436.2020.1765242
Liu, S., Fifield, L., & Bowler, N. (2021). Aging mechanisms of filled cross-linked polyethylene (XLPE) cable insulation material exposed to simultaneous thermal and gamma radiation. *Radiation Physics and Chemistry*, 109486.
https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2021.109486

Maciejewska, M., & Siwek, M. (2020). The Influence of Curing Systems on the Cure Characteristics and Physical Properties of Styrene–Butadiene Elastomer. *Materials, 13*.
https://doi.org/10.3390/ma13235329
Magagula, S., Lebelo, K., Motloung, T., Mokhena, T., & Mochane, M. (2023). Recent advances on waste tires: bibliometric analysis, processes, and waste management approaches. *Environmental Science and Pollution Research, 30*, 118213-118245.
https://doi.org/10.1007/s11356-023-30758-4
Manikumar, R., & Rao, T. (2024). Unsaturated polyester resin synthesis for enhanced fiber-reinforced composite performance. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*.

https://doi.org/10.15251/djnb.2024.193.1009
Massa, D. J. (2023). Polyester materials and properties. *Polyester Films: Materials, Processes and Applications*, 19-46.
https://doi.org/10.1002/9781119535775.ch2
Mensah, B., Agyei-Tuffour, B., Nyankson, E., Bensah, Y., Dodoo-Arhin, D., Bediako, J., Onwona-Agyeman, B., & Yaya, A. (2018). Preparation and Characterization of Rubber Blends for Industrial Tire Tread Fabrication. *International Journal of Polymer Science*.
https://doi.org/10.1155/2018/2473286
Mhaske, S. T., Mestry, S. U., & Patil, D.A. (2022). Cross-linking of polymers by various radiations: Mechanisms and parameters. In *Radiation technologies and applications in materials science* (pp. 1-28). CRC Press.
Mohajerani, A., Burnett, L., Smith, J., Markovski, S., Rodwell, G., Rahman, M., Kurmus, H., Mirzababaei, M., Arulrajah, A., Horpibulsuk, S., & Maghool, F. (2020). Recycling waste rubber tyres in construction materials and associated environmental considerations: A review. *Resources Conservation and Recycling, 155*, 104679.
https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2020.104679.
Mollah, M. Z. I., Islam, M. R., Mahmud, S. H., & Faruque, M. R. I. (2024). Jute/Polyester Composite Development: Radiation Effects Determination. *International journal of research*, *11*, 1334-1341.
https://doi.org/10.51244/IJRSI.2024.1108103
Motaleb, K. A., Milašius, R., & Ahad, A. (2020). Influence of gamma radiation on mechanical properties of jute fabric-reinforced polymer composites. Fibers, 8(9), 58.
https://doi.org/10.3390/fib8090058

Naikwadi, A., Sharma, B., Bhatt, K., & Mahanwar, P. (2022). Gamma Radiation Processed Polymeric Materials for High Performance Applications: A Review. *Frontiers in Chemistry, 10*.
https://doi.org/10.3389/fchem.2022.837111
Nasruddin, N., Setianto, W., Yohanes, H., Atmaji, G., Lanjar, L., Yanto, D., Wulandari, E., Wiranata, A., & Ibrahim, B. (2023). Characterization of Natural Rubber, Styrene Butadiene Rubber, and Nitrile Butadiene Rubber Monomer Blend Composites Loaded with Zinc Stearate to Be Used in the Solid Tire Industry. *Applied Sciences*. 13 (3), 1277.
https://doi.org/10.3390/app13031277.
Neves, R., Ornaghi, H., Alves, F., Zattera, A., Tom, M., Lal, H., Uthaman, A., & Thomas, S. (2023). Creep and stress relaxation behavior of functionalized microcrystalline cellulose/epoxy composites. *Cellulose, 30*, 2197-2216.
https://doi.org/10.1007/s10570-022-05020-8.

Pereira, M. A. M., Oliveira, M. J. A., Otubo, L., Lima, L. M., & Vasquez, P. A. S. (2026). Gamma radiation cured polyester resin for restoration of cultural heritage wood. Applied Radiation and Isotopes, 229, 112404.
https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2025.112404
Piszczyk, Ł., Hejna, A., Formela, K., Danowska, M., & Strankowski, M. (2015). Effect of ground tire rubber on structural, mechanical and thermal properties of flexible polyurethane foams. *Iranian Polymer Journal*, *24*(1), 75-84.
https://doi.org/10.1007/s13726-014-0301-4
Papadopoulos, L., Malletzidou, L., Patsiaoura, D., Magaziotis, A., Psochia, E., Terzopoulou, Z., Chrissafis, K., Markessini, C., Papadopoulou, E., & Bikiaris, D. (2021). Synthesis and Characterization of Unsaturated Succinic Acid Biobased Polyester Resins. *Applied Sciences*. 11 (3), 896.
https://doi.org/10.3390/app11030896.

Pączkowski, P., Puszka, A., & Gawdzik, B. (2022). Investigation of degradation of composites based on unsaturated polyester resin and vinyl ester resin. *Materials*, *15*(4), 1286.
https://doi.org/10.3390/ma15041286
Pierigé, M., Nardelli, F., Calucci, L., Cettolin, M., Giannini, L., Causa, A., Martini, F., & Geppi, M. (2024). Exploring the Effect of Resins of Different Origin on the Structure, Dynamics and Curing Characteristics of SBR Compounds. *Polymers, 16* (6), 834.
https://doi.org/10.3390/polym16060834.
Pradeepa, B., M., & A.V., K. (2023). Properties of Jute Fibre Reinforced Polymer Composites – A Review. *European Journal of Engineering Science and Technology*.
https://doi.org/10.33422/ejest.v6i1.1052.
Prasad, K., Nikzad, M., & Sbarski, I. (2020). Using viscoelastic modeling and molecular dynamics based simulations to characterize polymer natural fiber composites. *Journal of Applied Polymer Science,*137(40), 49220.
https://doi.org/10.1002/app.49220

Shakir, M., & Singh, A. (2024). Mechanical properties, surface treatments, and applications of jute fiber reinforced composites—A review. *Polymers for Advanced Technologies*. 35(1), e6268.
https://doi.org/10.1002/pat.6268.
Silva, R., Silva, R., & Aquino, K. (2014). The Interaction of Gamma Radiation with the Matter in the Process of Sterilization *6* (6), 1624-1641.
https://doi.org/10.5935/1984-6835.20140105.
Spathis, G., & Kontou, E. (2023). A phenomenological model to simulate various aspects of nonlinearity in creep behavior and to predict long-term creep strain. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 1-15.
https://doi.org/10.1007/s11043-023-09594-z
Sanchez, E. M. S., Zavaglia, C. A. C., & Felisberti, M. I. (2000). Unsaturated polyester resins: influence of the styrene concentration on the miscibility and mechanical properties. *Polymer*, *41*(2), 765-769.
https://doi.org/10.1016/S0032-3861(99)00184-6
Serra-Aguila, A., Puigoriol-Forcada, J., Reyes, G., & Menacho, J. (2019). Viscoelastic models revisited: characteristics and interconversion formulas for generalized Kelvin–Voigt and Maxwell models. *Acta Mechanica Sinica, 35*, 1191 - 1209.
https://doi.org/10.1007/s10409-019-00895-6.
Shahinur, S., Sayeed, M., Hasan, M., Sayem, A., Haider, J., & Ura, S. (2022). Current Development and Future Perspective on Natural Jute Fibers and Their Biocomposites. *Polymers, 14*.
https://doi.org/10.3390/polym14071445.
Shakir, M., & Singh, A. (2024). Mechanical properties, surface treatments, and applications of jute fiber reinforced composites—A review. *Polymers for Advanced Technologies*.
https://doi.org/10.1002/pat.6268
Shaw, M. T., & MacKnight, W. J. (2018). *Introduction to polymer viscoelasticity*, 4th edition John Wiley & Sons, pp 51-106.
https://doi.org/10.1002/0471741833.ch3
Schippers, C., Tsarkova, L., Bahners, T., Gutmann, J., & Cleve, E. (2021). Improved Maxwell Model Approach and its Applicability toward Lifetime Prediction of Biobased Viscoelastic Fibers. *Macromolecular Materials and Engineering*. 306: 2100443.
https://doi.org/10.1002/mame.202100443

Segura-Méndez, K., Puente-Córdova, J., Rentería-Baltiérrez, F., Luna-Martínez, J., & Mohamed-Noriega, N. (2025). Modeling of Stress Relaxation Behavior in HDPE and PP Using Fractional Derivatives. Polymers, 17(4), 453.
https://doi.org/10.3390/polym17040453
Seleem, H. E. (2006). The effect of inorganic fillers on the mechanical and thermal properties of polyester. Polymer-Plastics Technology and Engineering, 45(5), 585-590.
https://doi.org/10.1080/03602550600553754
Shlykov, S., Rogulin, R., & Kondrashev, S. (2022). Determination of the dynamic performance of natural viscoelastic composites with different proportions of reinforcing fibers. *Curved and Layered Structures*, *9*(1), 116-123.
https://doi.org/10.1515/cls-2022-0011
Silva, M. P., Santos, P., Parente, J. M., Valvez, S., Reis, P. N., & Piedade, A. P. (2020). Effect of post-cure on the static and viscoelastic properties of a polyester resin. *Polymers*, *12*(9), 1927.
https://doi.org/10.3390/polym12091927
Silu, H., Fu, Q., Yan, L., & Kasal, B. (2021). Characterization of interfacial properties between fibre and polymer matrix in composite materials – A critical review. *Journal of Materials Research and Technology*.
https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.05.076
Spasojevic, P. (2019). Thermal and Rheological Properties of Unsaturated Polyester Resins-Based Composites. *Unsaturated Polyester Resins*.
https://doi.org/10.1016/b978-0-12-816129-6.00015-6

Tavares, C. M. L., Ribeiro, M. C. S., Ferreira, A. J. M., & Guedes, R. M. (2002). Creep behaviour of FRP-reinforced polymer concrete. *Composite Structures*, *57*(1-4), 47-51.
https://doi.org/10.1016/S0263-8223(02)00061-2
Tieghi, G., Levi, M., & Fallini, A. (1992). Characterization of crosslinked polyester resins by dynamic mechanical properties. *Polymer*, *33*(17), 3748-3750.
https://doi.org/10.1016/0032-3861(92)90667-L

Valentini, F., & Pegoretti, A. (2022). End-of-life options of tyres. A review. *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*.
https://doi.org/10.1016/j.aiepr.2022.08.006

Wang, B., Qian, T., Zhang, Q., Zhan, X., & Chen, F. (2016). Heat resistance and surface properties of polyester resin modified with fluorosilicone. *Surface and Coatings Technology*, *304*, 31-39.
https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.06.075
Weissman, S. A., & Anderson, N. G. (2015). Design of experiments (DoE) and process optimization. A review of recent publications. *Organic Process Research & Development*, *19*(11), 1605-1633.
https://doi.org/10.1021/op500169m
Wu, Z., Aladejana, J., Liu, S., Gong, X., Wang, X., & Xie, Y. (2022). Unsaturated Polyester Resin as a Nonformaldehyde Adhesive Used in Bamboo Particle Boards. *ACS Omega, 7*, 3483 - 3490.
https://doi.org/10.1021/acsomega.1c05969.s001

Xu, Y., Zhang, P., & Zhang, W. (2015). Two-scale micromechanical modeling of the time dependent relaxation modulus of plain weave polymer matrix composites. *Composite Structures, 123*, 35-44.
https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2014.12.031

Yıldızhan, Ş., Yel, F., Akar, M. A., & Kumlu, U. (2022). Tensile and morphological properties of waste tire rubber granule/polyester polymer matrix composite. *Çukurova Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi*, *37*(3), 773-780.

Zeltmann, S., Prakash, K., Doddamani, M., & Gupta, N. (2017). Prediction of modulus at various strain rates from dynamic mechanical analysis data for polymer matrix composites. *Composites Part B-Engineering, 120*, 27-34.
https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.03.062
Zhang, Y., Zhang, Z., Wemyss, A., Wan, C., Liu, Y., Song, P., & Wang, S. (2020). Effective Thermal-Oxidative Reclamation of Waste Tire Rubbers for Producing High-Performance Rubber Composites. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*.
https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c02292