

GRADO EN INGENIERÍA TECNOLOGÍAS INDUSTRIALES

TRABAJO FIN DE GRADO COMPORTAMIENTO DE UN ADHESIVO DE CONSTRUCCIÓN FRENTE AL AUMENTO DE TEMPERATURA GENERADO EN UN INCENDIO

Autor: Pablo Lozano Gil Director: María Yolanda Ballesteros Iglesias Co-Director: Pablo Ayala Santamaría

> Madrid Julio de 2019

AUTORIZACIÓN PARA LA DIGITALIZACIÓN, DEPÓSITO Y DIVULGACIÓN EN RED DE PROYECTOS FIN DE GRADO, FIN DE MÁSTER, TESINAS O MEMORIAS DE BACHILLERATO

1º. Declaración de la autoría y acreditación de la misma.

El autor D.Pablo Lozano Gil DECLARA ser el titular de los derechos de propiedad intelectual de la obra: COMPORTAMIENTO DE UN ADHESIVO DE CONSTRUCCIÓN FRENTE AL AUMENTO DE TEMPERATURA GENERADO EN UN INCENDIO, que ésta es una obra original, y que ostenta la condición de autor en el sentido que otorga la Ley de Propiedad Intelectual.

2°. Objeto y fines de la cesión.

Con el fin de dar la máxima difusión a la obra citada a través del Repositorio institucional de la Universidad, el autor **CEDE** a la Universidad Pontificia Comillas, de forma gratuita y no exclusiva, por el máximo plazo legal y con ámbito universal, los derechos de digitalización, de archivo, de reproducción, de distribución y de comunicación pública, incluido el derecho de puesta a disposición electrónica, tal y como se describen en la Ley de Propiedad Intelectual. El derecho de transformación se cede a los únicos efectos de lo dispuesto en la letra a) del apartado siguiente.

3º. Condiciones de la cesión y acceso

Sin perjuicio de la titularidad de la obra, que sigue correspondiendo a su autor, la cesión de derechos contemplada en esta licencia habilita para:

- a) Transformarla con el fin de adaptarla a cualquier tecnología que permita incorporarla a internet y hacerla accesible; incorporar metadatos para realizar el registro de la obra e incorporar "marcas de agua" o cualquier otro sistema de seguridad o de protección.
- b) Reproducirla en un soporte digital para su incorporación a una base de datos electrónica, incluyendo el derecho de reproducir y almacenar la obra en servidores, a los efectos de garantizar su seguridad, conservación y preservar el formato.
- c) Comunicarla, por defecto, a través de un archivo institucional abierto, accesible de modo libre y gratuito a través de internet.
- d) Cualquier otra forma de acceso (restringido, embargado, cerrado) deberá solicitarse expresamente y obedecer a causas justificadas.
- e) Asignar por defecto a estos trabajos una licencia Creative Commons.
- f) Asignar por defecto a estos trabajos un HANDLE (URL persistente).

4°. Derechos del autor.

El autor, en tanto que titular de una obra tiene derecho a:

- a) Que la Universidad identifique claramente su nombre como autor de la misma
- b) Comunicar y dar publicidad a la obra en la versión que ceda y en otras posteriores a través de cualquier medio.
- c) Solicitar la retirada de la obra del repositorio por causa justificada.
- Recibir notificación fehaciente de cualquier reclamación que puedan formular terceras personas en relación con la obra y, en particular, de reclamaciones relativas a los derechos de propiedad intelectual sobre ella.

5°. Deberes del autor.

El autor se compromete a:

- a) Garantizar que el compromiso que adquiere mediante el presente escrito no infringe ningún derecho de terceros, ya sean de propiedad industrial, intelectual o cualquier otro.
- b) Garantizar que el contenido de las obras no atenta contra los derechos al honor, a la intimidad y a la imagen de terceros.
- c) Asumir toda reclamación o responsabilidad, incluyendo las indemnizaciones por daños, que pudieran ejercitarse contra la Universidad por terceros que vieran infringidos sus derechos e intereses a causa de la cesión.

d) Asumir la responsabilidad en el caso de que las instituciones fueran condenadas por infracción de derechos derivada de las obras objeto de la cesión.

6°. Fines y funcionamiento del Repositorio Institucional.

La obra se pondrá a disposición de los usuarios para que hagan de ella un uso justo y respetuoso con los derechos del autor, según lo permitido por la legislación aplicable, y con fines de estudio, investigación, o cualquier otro fin lícito. Con dicha finalidad, la Universidad asume los siguientes deberes y se reserva las siguientes facultades:

- La Universidad informará a los usuarios del archivo sobre los usos permitidos, y no garantiza ni asume responsabilidad alguna por otras formas en que los usuarios hagan un uso posterior de las obras no conforme con la legislación vigente. El uso posterior, más allá de la copia privada, requerirá que se cite la fuente y se reconozca la autoría, que no se obtenga beneficio comercial, y que no se realicen obras derivadas.
- La Universidad no revisará el contenido de las obras, que en todo caso permanecerá bajo la responsabilidad exclusive del autor y no estará obligada a ejercitar acciones legales en nombre del autor en el supuesto de infracciones a derechos de propiedad intelectual derivados del depósito y archivo de las obras. El autor renuncia a cualquier reclamación frente a la Universidad por las formas no ajustadas a la legislación vigente en que los usuarios hagan uso de las obras.
- > La Universidad adoptará las medidas necesarias para la preservación de la obra en un futuro.
- La Universidad se reserva la facultad de retirar la obra, previa notificación al autor, en supuestos suficientemente justificados, o en caso de reclamaciones de terceros.

Madrid, a 11 de julio de 2019

АСЕРТА

Fdo: Pablo Lozano Gil

Motivos para solicitar el acceso restringido, cerrado o embargado del trabajo en el Repositorio Institucional:

Declaro, bajo mi responsabilidad, que el Proyecto presentado con el título COMPORTAMIENTO DE UN ADHESIVO DE CONSTRUCCIÓN FRENTE AL AUMENTO DE TEMPERATURA GENERADO EN UN INCENDIO en la ETS de Ingeniería - ICAI de la Universidad Pontificia Comillas en el curso académico 2018-19 es de mi autoría, original e inédito y no ha sido presentado con anterioridad a otros efectos. El Proyecto no es plagio de otro, ni total ni parcialmente y la información que ha sido tomada de otros documentos está debidamente referenciada. Fdo.: Pablo Lozano Gil Fecha: 11/07/2019 Autorizada la entrega del proyecto LOS DIRECTORES DEL PROYECTO Y. Ballesterns Fecha: 15 / 07 / 2019 Edo.: María Yolanda Ballesteros Fecha: 15 / 07 / 2019 Fdo.: Pablo Ayala Santamaría

COMPORTAMIENTO DE UN ADHESIVO DE CONSTRUCCIÓN FRENTE AL AUMENTO DE TEMPERATURA GENERADO EN UN INCENDIO

Autor: Lozano Gil, Pablo

Directores: Ballesteros Iglesias, María Yolanda y Ayala Santamaría, Pablo Entidad Colaboradora: ICAI – Universidad Pontificia Comillas.

RESUMEN DEL PROYECTO

ABSTRACT

La industria del adhesivo ha avanzado mucho en los últimos años y se han creado adhesivos sintéticos que han ido sustituyendo otras uniones como el remachado o la soldadura. Esto ha provocado que se usen adhesivos también en el área de la construcción. Sin embargo, hay poca información acerca de cómo se comportan estas sustancias a altas temperaturas, como las generadas en un incendio. Este proyecto tiene como objetivo investigar acerca de esta problemática y determinar el comportamiento bajo carga y a fractura de un adhesivo epoxi de construcción al ser sometido a diferentes temperaturas. Tras el estudio se concluye que al realizar un postcurado del adhesivo se mejoran sus propiedades mecánicas y se aumenta su temperatura de transición vítrea, lo que mejora el comportamiento global del éste en situaciones de alta temperatura.

Palabras clave: Adhesivo, Epoxi, Temperatura, Cámara térmica, Horno, Unión adhesiva.

1.-INTRODUCCIÓN

Los adhesivos son sustancias utilizadas para unir las superficies de dos materiales sólidos. Si bien para muchas aplicaciones se utilizan adhesivos naturales, en los últimos años se han desarrollado una multitud de nuevos materiales adhesivos basados en polímeros sintéticos, como poliuretanos, siliconas, resinas epoxi o poliamidas [1]; que permiten realizar uniones ligeras, con distribuciones uniformes de carga y resistentes a la fatiga [2]. Es por ello por lo que cada vez se usan más este tipo de uniones en multitud de aplicaciones estructurales, sustituyendo a otro tipo de uniones como pueden ser el remachado, la soldadura o el atornillado.

En concreto, en el área de la construcción, los adhesivos se usan generalmente para el pegado de refuerzos estructurales, tales como laminados de material compuesto a hormigón o ladrillo, así como en la fabricación de elementos estructurales basados en la madera. Uno de los elementos más usados en las últimas décadas para la construcción de edificios altos son los perfiles laminados de madera. Estas vigas están formadas por láminas de madera que se unen entre sí gracias al uso de adhesivos poliméricos, generalmente adhesivos epoxi. Al ser la madera un material muy susceptible a la combustión, el uso de estos perfiles genera un debate en torno al comportamiento de los mismos en caso de incendio, por lo que, en este tipo de estructuras, el tipo de adhesivo utilizado tiene un impacto significativo tanto en su resistencia como sobre su posible delaminación, influyendo enormemente en las temperaturas del posible incendio, así

como a su propagación [3]. Por esta razón, es importante conocer el comportamiento de dichos adhesivos a altas temperaturas y analizar cómo varían sus propiedades mecánicas según aumenta la temperatura del incendio y según la cercanía de los mismos a la fuente de calor.

Tradicionalmente los adhesivos se han caracterizado usando dos tipos de probetas muy diferenciados: probetas de adhesivo en masa y probetas de unión adhesiva. Las primeras son probetas formadas exclusivamente por adhesivo, el cual se introduce en un molde con una forma determinada y se deja endurecer. Las segundas son probetas que están constituidas de adhesivo y de dos sustratos de otro material, los cuales se unen entre sí usando una lámina del adhesivo de estudio. Para este estudio se llevarán a cabo tres tipos de ensayos: ensayo de tracción, ensayo de calorimetría diferencial de barrido y ensayo DCB; de los cuales los dos primeros usan probetas de adhesivo en masa y el tercero usa probetas de unión adhesiva.



Figura 1: Ensayo de tracción con probeta de adhesivo en masa

Por último, destacar que para estudiar la influencia de la temperatura en los adhesivos de construcción se tratará de reproducir el estudio realizado por Carbas et all. [4] en 2014 acerca de la influencia de la temperatura en tres adhesivos epoxi. Es por esta razón por la que se escoge el adhesivo Sikadur30®, uno de los tres adhesivos de construcción empleados en ese estudio, en el cual se observó la siguiente evolución de propiedades mecánicas del adhesivo en cuestión:



Figura 2: Evolución de la Tg del adhesivo Sikadur30[®] tras diferentes postcurados [4]



Figura 3: Evolución del límite elástico y del módulo de Young del adhesivo Sikadur30[®] tras diferentes postcurados [4]

Se llegó a la conclusión que la temperatura de transición vítrea del adhesivo aumentaba con la temperatura de postcurado de las probetas, hasta llegar a un máximo en el cual la T_g coincidía con la temperatura de postcurado de la probeta. Así mismo, se observó que las propiedades mecánicas del adhesivo iban aumentando a medida que aumentaba la T_g del mismo. Así, se puede apreciar en la figura 2 cómo el Sikadur®-30 alcanza su mayor valor de T_g para temperatura de postcurado de 120°C, la cual coincide justamente con el valor de dicha T_g . En la figura 3, se observa que para esa misma temperatura es cuando los valores de Módulo de Young y de límite elástico son máximos.

2.- DISEÑO Y FABRICACIÓN DE LA CÁMARA TÉRMICA

Como se ha comentado anteriormente, para la realización de este estudio, uno de los requisitos es analizar el comportamiento del adhesivo Sikadur30-LP a alta temperatura. Para ello es necesario crear un entorno en el cual se pueda controlar la temperatura de las probetas mientras se realizan los ensayos necesarios para caracterizar mecánicamente el polímero.

Ante esta necesidad surge la idea de diseñar y fabricar un prototipo de cámara térmica que englobe a la probeta durante los diferentes ensayos y que se pueda acoplar a la máquina universal de ensayos Elib-20 (SAE Ibertest®).

Para caracterizar al adhesivo a temperatura se van a realizar principalmente dos tipos de ensayo: ensayo de tracción con adhesivo en masa y ensayos DCB (double cantilever beam) o doble viga en voladizo. Cada uno de ellos permite conocer unas propiedades mecánicas concretas del adhesivo y cada uno usa un tipo de probeta diferente, pero los dos son necesarios, por lo que la prioridad será crear una cámara suficientemente grande como para albergar los dos tipos de probeta.

En el ensayo de tracción se usarán probetas de hueso de perro de adhesivo en masa. Este ensayo se realizará siguiendo la norma UNE EN ISO 527-2_2012 [5], correspondiente a la norma de determinación de propiedades mecánicas de plásticos. Se usarán las probetas del tipo 1B.



Figura 4: Esquema de la probeta de tracción de hueso de perro [5]

Tipo de probetas	1A	1B	
Longitud total ^a	170	≥ 150	
Longitud de la parte estrecha de caras paralelas	80 ± 2	$60,0 \pm 0,5$	
radio	24 ± 1	$60 \pm 0,5$	
Distancia entre las partes anchas de caras paralelas ^b	$109,3 \pm 3,2$	$108 \pm 1,6$	
Anchura en los extremos	20,0 ± 0,2		
Anchura de la parte estrecha	$10,0 \pm 0,2$		
Espesor recomendado	4,0 ± 0,2		
Longitud de referencia (recomendada) Longitud de referencia (aceptable si se requiere para el control de calidad o cuando se especifique)	$75,0 \pm 0,5$ $50,0 \pm 0,5$	50,0 ± 0,5	
Distancia inicial entre las mordazas	115 ± 1	115 ± 1	
^a La longitud total recomendada de 170 mm para el tipo 1A concuerda con las Normas ISO 294-1 e ISO 10724-1. Para algunos materiales, puede ser necesario alargar la longitud de los extremos (por ejemplo l ₃ = 200 mm) para evitar la rotura o el deslizamiento en las mordazas de la máquina de ensayo.			
	Longitud total* Longitud de la parte estrecha de caras paralelas radio Distancia entre las partes anchas de caras paralelas ^b Anchura en los extremos Anchura de la parte estrecha Espesor recomendado Longitud de referencia (recomendada) Longitud de referencia (aceptable si se requiere para el control de calidad o cuando se especifique) Distancia inicial entre las mordazas giud total recomendada de 170 mm para el tipo 1A concuerda con las Normas no alargar la longitad de los extremos (por ejemplo $l_2 = 200 \text{ mm}$) para evitar la barte de los externos (por ejemplo l_2 , pero dentro de las toler	Longitud total ⁴ 170 Longitud de la parte estrecha de caras paralelas 80 ± 2 radio 24 ± 1 Distancia entre las partes anchas de caras paralelas ^b $109,3 \pm 3,2$ Anchura en los extremos $20,0$: Anchura en los extremos $20,0$: Anchura en los extremos $20,0$: Longitud de referencia (recomendado) $4,0 \pm$ Longitud de referencia (recomendada) $75,0 \pm 0,5$ Longitud de referencia (recomendada) $50,0 \pm 0,5$ Distancia inicial entre las mordazas 115 ± 1 giud total recomendada de 170 mm para el tipo 1A concuerda con las Normas ISO 294-1 e ISO 10724-1 Para no alargar la longitud de los externos (por ejemplo $l_3 = 200$ mm) para evitar la rotura o el deslizamiento en la b + [$4r(b_2 - b_1) - (b_2 - b_3)^{2}$] ² , que resulta de l_1, r, b_1 y b_2 , pero dentro de las tolerancias indicadas.	

Figura 5: Dimensiones de las probetas de tracción según la norma UNE EN ISO 527-2_2012 [5]

El ensayo DCB usa probetas horizontales que se componen de dos adherentes y una capa de adhesivo que los une. En este tipo de ensayo se ejerce un esfuerzo de tracción en uno de los extremos de los adherentes para provocar el pelado o despegado de la probeta, el cual se consigue generando una grieta en el adhesivo, la cual va avanzando durante el ensayo. El esquema del ensayo es el siguiente:



Figura 6: Esquema de ensayo DCB

La última condición es que la cámara térmica se pueda alojar en el espacio libre que hay entre las columnas de la máquina de tracción. El espacio que hay entre columnas es de 430 mm y la profundidad de la bancada de fundición es de 290 mm, por lo que estas son las dimensiones máximas que puede tener la cámara térmica.

Conocidas las dimensiones finales se realizaron pruebas térmicas con diferentes materiales para escoger el mejor aislante en relación calidad-precio. El material elegido

fue Climaver®, por ser un material asequible, ampliamente utilizado en la industria del aire acondicionado y por su gran capacidad como aislante térmico.

Una vez fabricada la cámara térmica, se automatizó para poder realizar un control de temperatura preciso que permitiese realizar ensayos de manera fiable. Para ello se utilizaron tubos incandescentes como fuente de calor y termopares como sensores para poder crear un lazo cerrado de control. Además, se incluyó una Raspberry Pi 3B como microcontrolador donde ejecutar el control. De esta forma el microcontrolador es capaz de detectar la temperatura de la cámara a través del termopar y de encender y apagar rápidamente los tubos incandescentes mediante una señal PWM para controlar la temperatura de la probeta a ensayar.

El control elegido para el control de la temperatura de la cámara térmica es un PID, un control proporcional, integral y derivativo. Un PID es un control automático sencillo y robusto ampliamente usado en la industria. Funciona especialmente bien con consignas de valor constante, como es el caso de esta cámara térmica, en la cual el objetivo es mantener la probeta a una temperatura constante determinada. Este control se programó usando las herramientas Matlab® y Simulink®.

La cámara térmica final con todo el control, los actuadores y los sensores implementados se muestra a continuación:



Figura 7: Cámara térmica finalizada acoplada a la máquina universal de ensayos de tracción Elib-20

3.- ENSAYOS Y METODOLOGÍA

Para la caracterización mecánica del adhesivo de estudio se realizaron tres tipos de ensayos: ensayo de tracción del adhesivo en masa, ensayo DCB (Double Cantilever Beam) de la unión adhesiva y ensayo de calorimetría diferencial de barrido. Estos tres ensayos permiten analizar en profundidad el comportamiento del polímero bajo diferentes situaciones para poder extrapolar posteriormente las conclusiones obtenidas a otros adhesivos epoxi.

El ensayo de tracción consiste en realizar un estiramiento controlado de una probeta del material de estudio mediante una máquina de tracción universal. Este tipo de ensayo permite conocer una amplia variedad parámetros relacionados con el comportamiento mecánico del material. Algunos de estos parámetros pueden ser el límite elástico (Rp_{0.2}), la resistencia máxima (Rm), el módulo de Young (E) o el coeficiente de Poisson. En función de estos parámetros se puede clasificar un material como dúctil, frágil, tenaz...lo que nos permite ver el uso que se le puede dar.

En este proyecto, como se ha comentado anteriormente, el material de estudio es el adhesivo epoxi Sikadur30. Este adhesivo se forma al mezclar dos componentes que vienen en envases diferenciados para evitar el endurecimiento del mismo antes de tiempo. Los componentes se denominan A (blanco) y B (negro) según la hoja técnica del material y se mezclan en una proporción de ³/₄ de A y ¹/₄ de B, generando una mezcla gris que es el adhesivo final. Esta mezcla tiene un tiempo de endurecimiento de entre 20 y 90 minutos, aunque el curado se completa varias horas después. Esto permite moldear el adhesivo con la forma de probeta de hueso de perro que se especifica en la norma UNE EN ISO 527-2_2012 de ensayo de tracción de polímeros.



Figura 8: Proceso de moldeo del adhesivo Sikadur30 en moldes de silicona

Una ver curado el material a temperatura ambiente, se le aplica un postcurado de dos horas a diferentes temperaturas: 40, 55,70,100,120 y 140°C. Tras el postcurado y una vez que las probetas se encuentran a temperatura ambiente, se realiza el ensayo de tracción. Para ello se emplea la máquina universal de ensayos de tracción Elib-20 equipada con una célula de carga de 2kN, para monitorizar la fuerza ejercida por la máquina, y el extensómetro longitudinal 3542-050M-050_ST. Con los datos obtenidos se calcula el módulo de Young del material y la resistencia máxima del mismo.

En segundo lugar, se realiza el ensayo DCB. El ensayo DCB (Double Cantilever Beam) o doble viga en voladizo es un ensayo de pelado que tiene como objetivo calcular la tasa de liberación de energía de un adhesivo en una unión. El objetivo es crear una grieta inicial en el adhesivo y calcular la energía necesaria para que ésta se propague a lo largo de la unión.

Las probetas empleadas en este ensayo se componen de dos sustratos de aluminio endurecido por precipitación que se unen entre sí con una fina capa de adhesivo. Las probetas tienen una longitud de 200 mm y se realiza un esfuerzo de tracción sobre uno de sus extremos para generar una grieta y provocar su avance a lo largo de la capa de adhesivo. El objetivo es monitorizar la fuerza que está ejerciendo la máquina de tracción y el desplazamiento de las mordazas según va avanzando la grieta, para poder obtener de esta manera la tasa de liberación de energía del adhesivo.



Figura 9: Probeta DCB antes y después de ser ensayada

Para este ensayo también se realizarán diferentes postcurados de las probetas para ver la influencia de estos tratamientos sobre las propiedades mecánicas del material.

Es importante destacar que tanto los ensayos de tracción como los ensayos DCB se realizarán tanto a temperatura ambiente como a alta temperatura haciendo uso de la cámara térmica descrita en el apartado anterior. De esta manera no sólo podremos apreciar la variación de propiedades mecánicas del adhesivo a temperatura ambiente, sino que será posible apreciar el comportamiento del mismo en situaciones de alta temperatura.



Figura 10: Ensayo de tracción realizado a alta temperatura

Por último, se realizará el ensayo de calorimetría diferencial de barrido para poder estudiar la variación de la Tg del adhesivo con los diferentes tratamientos térmicos. El objetivo es ir aumentando la temperatura de la probeta a un ritmo constante. Para ello el equipo va aportando o quitando energía en función de la reacción que esté ocurriendo en la probeta, si se produce una reacción endotérmica en el polímero, el equipo aporta energía en forma de calor; y si se produce una reacción exotérmica el equipo retira la energía necesaria para que la temperatura de la probeta aumente al ritmo especificado. La probeta utilizada en este tipo de ensayo es una cápsula de aluminio rellena de 10 mg de adhesivo en polvo.

El equipo utilizado para este ensayo será el DSC822 de Mettler Toledo.



Figura 11: Probeta de calorimetría diferencial de barrido dispuesta en el equipo DSC822

4.- RESULTADOS

Los resultados obtenidos se muestran a continuación:



Figura 12: Evolución de la resistencia máxima del adhesivo Sikadur30 al variar la temperatura de postcurado de las probetas

Se pudo apreciar un aumento de la resistencia máxima al realizar postcurados por encima de 55°C, llegando a obtener valores máximos de resistencia al curar las probetas a 120 y 140°C. Sin embargo, no se apreciaron diferencias significativas en otras propiedades mecánicas del material como el módulo de Young o el coeficiente de Poisson.



Con respecto a los ensayos DCB los resultados obtenidos fueron los siguientes:

Figura 13: Variación de la tasa de liberación de energía del adhesivo Sikadur30 al variar la temperatura de postcurado de las probetas

Se puede apreciar una caída en la tasa de liberación de energía del material al realizar un postcurado a alta temperatura, lo que implica que el material se fragiliza. Este resultado es coherente con los valores obtenidos en el ensayo de tracción, pues al aumentar la resistencia y dureza de un material, éste se fragiliza.

Con respecto a la variación de la Tg del adhesivo se pudo observar la siguiente tendencia:



Figura 14: Evolución de la Tg del adhesivo Sikadur30 al variar la temperatura de postcurado

Se puede apreciar un ligero aumento de la Tg al aumentar la temperatura de postcurado del material, algo beneficioso para mejorar el comportamiento del material a alta temperatura.

Por último, con respecto a los ensayos a alta temperatura, se pudieron obtener los siguientes resultados:



Figura 15: Resistencia máxima del adhesivo Sikadur30 a altas temperaturas.



Figura 16: Módulo de Young del adhesivo Sikadur30 a altas temperaturas

Se puede apreciar que las probetas postcuradas a 120°C siempre tienen mayor resistencia a alta temperatura que las probetas sin tratamiento térmico posterior. También se puede apreciar que el adhesivo a partir de los 65°C pierde toda su rigidez y se empieza a comportar como un sólido viscoelástico, lo que podría comprometer la estructura a alta temperatura.

5.- CONCLUSIONES

Con los resultados mostrados en el apartado anterior se puede concluir que un postcurado a una temperatura de emntre 120 y 140°C es beneficioso para mejorar el comportamiento mecánico del adhesivo en cualquier rango de temperaturas. Esto a su vez provoca un ligero aumento de la Tg del adhesivo, lo que retardaría el fallo del mismo en caso de incendio y daría más tiempo a reaccionar ante el mismo. Esto es debido a que, al mantener el polímero a cierta temperatura tras el curado, se generan nuevos enlaces secundarios entre las cadenas principales que mejoran el comportamiento del mismo. Por otra parte, es importante destacar que el adhesivo no estaría preparado para soportar carga a partir de los 65°C independientemente del tratamiento térmico que se le aplique, pues éste pierde su rigidez a esa temperatura y podría provocar el fallo de la estructura.

Por último, destacar que el control PID elegido para la realización de ensayos a temperatura es muy eficaz a la hora de mantener consignas de temperatura estables. Sería recomendable mejorar el control y elegir otro de mayor complejidad para simular aumentos reales de temperatura, pues con consignas variables este control funciona peor. También sería importante añadir en la cámara un ventilador que permitiese generar un movimiento del aire interno de la cámara, para crear así convección y evitar gradientes de temperatura en ella.

6.-REFERENCIAS

[1] W. D. C. y. D. G. R. Retwisch, «Ciencia e Ingeniería de Materiales,» de Ciencia e Ingeniería de Materiales, Editorial Reverté, 2011, p. 526.

[2] M. C. M. B. &. L. d. S. G. Viana, «Behavior of environmentally degraded epoxy,» The Journal of Adhesion, 2016.

[3] D. n. R. Sean A.Lineham, «Structuralresponse of fire-exposedcross-laminatedtimberbeams,» FireSafetyJournal, 2016.

[4] E. A. S. M. L. F. M. d. S. A. M. L. R. J. C. Carbas, «Effect of Cure Temperature on the Glass Transition Temperature and Mechanical Properties of Epoxy Adhesives,» The Journal of Adhesion, 2014.

[5] AENOR, Plásticos. Determinación de las propiedades en tracción. Parte 2: Condiciones de ensayo de plásticos para moldeo y extrusión., 2012.

BEHAVIOR OF A CONSTRUCTION ADHESIVE AGAINST THE INCREASE OF TEMPERATURE GENERATED IN A FIRE

Author: Lozano Gil, Pablo

Directors: Ballesteros Iglesias, María Yolanda y Ayala Santamaría, Pablo Collaborating Entity: ICAI - Universidad Pontificia Comillas

PROJECT SUMMARY

ABSTRACT

The adhesive industry has advanced a lot in recent years and synthetic adhesives have been created that have been replacing other unions such as riveting or welding. This has led to the use of adhesives also in the construction area. However, there is little information about how these substances behave at high temperatures, such as those generated in a fire. This project aims to investigate this problem and determine the behavior under load and fracture of a construction epoxy adhesive when subjected to different temperatures. After the study, it is concluded that the post-curing of the adhesive improves its mechanical properties and increases its glass transition temperature, which improves the overall behavior of the latter in high temperature situations.

Keywords: Adhesive, Epoxy, Temperature, Thermal chamber, Oven, Adhesive bonding.

1.-INTRODUCTION

Adhesives are substances used to join the surfaces of two solid materials. While for many applications natural adhesives are used, in recent years have developed a multitude of new adhesive materials based on synthetic polymers, such as polyurethanes, silicones, epoxy resins or polyamides [1]; that allow light joints, with uniform distributions of load and resistant to fatigue [2]. It is for this reason that this type of joints is increasingly used in a multitude of structural applications, replacing other types of joints such as riveting, welding or screwing.

In the area of construction, adhesives are generally used for the bonding of structural reinforcements, such as laminates of composite material to concrete or brick, as well as in the manufacture of structural elements based on wood. Laminated wooden profiles are one of the elements most used in the last decades for the construction of tall buildings. These beams are formed by sheets of wood that are joined together thanks to the use of polymeric adhesives, usually epoxy adhesives. As wood is a material very susceptible to combustion, the use of these profiles generates a debate about the behavior of the same in case of fire, so, in this type of structure, the type of adhesive used has an impact significant in both its resistance and its possible delamination, greatly influencing the temperatures of the possible fire, as well as its propagation [3]. For this reason, it is important to know the behavior of these adhesives at high temperatures and analyze how their mechanical properties vary as the temperature of the fire increases and according to the proximity of the same to the heat source.

Traditionally, adhesives have been characterized using two types of highly differentiated test specimens: mass adhesive specimens and adhesive bonding specimens. The first are specimens formed exclusively by adhesive, which is inserted into a mold with a certain shape and allowed to harden. The second ones are test pieces that consist of adhesive and two substrates of another material, which are joined together using a sheet of study adhesive. For this study three types of tests will be carried out: tensile test, differential scanning calorimetry test and DCB test; of which the first two use mass adhesive specimens and the third uses adhesive bonding specimens.



Figure 2: Traction test with specimen of adhesive Sikadur30

Finally, it should be noted that to study the influence of temperature on construction adhesives, we will try to reproduce the study carried out by Carbas et al. [4] in 2014 about the influence of temperature on three epoxy adhesives. It is for this reason that Sikadur30® adhesive is chosen, one of the three construction adhesives used in that study, in which the following evolution of mechanical properties of the adhesive in question was observed:



figure 2: Evolution of the Tg of Sikadur30° adhesive after different postcurations [4]



Figure 3: Evolution of the yield strength and the Young's modulus of the Sikadur30[®] adhesive after different postcurations [4]

It was concluded that the glass transition temperature of the adhesive increased with the post-curing temperature of the specimens, until reaching a maximum at which the Tg coincided with the post-curing temperature of the specimen. Likewise, it was observed that the mechanical properties of the adhesive increased as the Tg thereof increased. Thus, it can be seen in figure 2 how the Sikadur®-30 reaches its highest value of Tg for post-curing temperature of 120 $^{\circ}$ C, which coincides precisely with the value of said Tg. In Figure 3, it is observed that for that same temperature is when the values of Young's Modulus and elastic limit are maximum.

2.- DISEÑO Y FABRICACIÓN DE LA CÁMARA TÉRMICA

Como se ha comentado anteriormente, para la realización de este estudio, uno de los requisitos es analizar el comportamiento del adhesivo Sikadur30-LP a alta temperatura. Para ello es necesario crear un entorno en el cual se pueda controlar la temperatura de las probetas mientras se realizan los ensayos necesarios para caracterizar mecánicamente el polímero.

Ante esta necesidad surge la idea de diseñar y fabricar un prototipo de cámara térmica que englobe a la probeta durante los diferentes ensayos y que se pueda acoplar a la máquina universal de ensayos Elib-20 (SAE Ibertest®).

Para caracterizar al adhesivo a temperatura se van a realizar principalmente dos tipos de ensayo: ensayo de tracción con adhesivo en masa y ensayos DCB (double cantilever beam) o doble viga en voladizo. Cada uno de ellos permite conocer unas propiedades mecánicas concretas del adhesivo y cada uno usa un tipo de probeta diferente, pero los dos son necesarios, por lo que la prioridad será crear una cámara suficientemente grande como para albergar los dos tipos de probeta.

En el ensayo de tracción se usarán probetas de hueso de perro de adhesivo en masa. Este ensayo se realizará siguiendo la norma UNE EN ISO 527-2_2012 [5], correspondiente a la norma de determinación de propiedades mecánicas de plásticos. Se usarán las probetas del tipo 1B.



Figure 4: Diagram of the dog bone traction specimen [5]

			Medidas en milímetros	
	Tipo de probetas	1A	1B	
<i>l</i> ₃	Longitud total ^a	170	≥ 150	
l_1	Longitud de la parte estrecha de caras paralelas	80 ± 2	$60,0 \pm 0,5$	
r	radio	24 ± 1	$60 \pm 0,5$	
l_2	Distancia entre las partes anchas de caras paralelas ^b	$109,3 \pm 3,2$	$108 \pm 1,6$	
b ₂	Anchura en los extremos	20,0 ± 0,2		
b_1	Anchura de la parte estrecha	$10,0 \pm 0,2$		
h	Espesor recomendado	4,0 ± 0,2		
L ₀	Longitud de referencia (recomendada) Longitud de referencia (aceptable si se requiere para el control de calidad o cuando se especifique)	$75,0 \pm 0,5$ $50,0 \pm 0,5$	$50,0\pm0,5$	
L	Distancia inicial entre las mordazas	115 ± 1	115 ± 1	
a La lon necesa ensayo	⁸ La longitud total recomendada de 170 mm para el tipo 1A concuerda con las Normas ISO 294-1 e ISO 10724-1. Para algunos materiales, puede ser necesario alargar la longitud de los extremos (por ejemplo l ₂ = 200 mm) para evitar la rotura o el deslizamiento en las mordazas de la máquina de ensayo.			
$l_2 = l_1$	$l_2 = l_1 + [4r(b_2 - b_1) - (b_2 - b_1)^c]^{\nu_2}$, que resulta de l_1 , r , b_1 y b_2 , pero dentro de las tolerancias indicadas.			

Figure 5: Dimensions of the tensile specimens according to the UNE EN ISO 527-2_2012 standard [5]

The DCB test uses horizontal specimens that are composed of two adherents and a layer of adhesive that joins them. In this type of test, a tensile stress is exerted on one of the ends of the adherents to cause the peeling or detachment of the test piece, which is achieved by generating a crack in the adhesive, which progresses during the test. The scheme of the test is as follows:



Figura 6: DCB test diagram

The last condition is that the thermal camera can be housed in the free space between the columns of the traction machine. The space between columns is 430 mm and the depth of the cast iron bed is 290 mm, so these are the maximum dimensions that the thermal camera can have.

Known the final dimensions thermal tests with different materials were made to choose the best insulator in relation quality-price. The material chosen was Climaver®, as it is

an affordable material, widely used in the air conditioning industry and because of its great capacity as a thermal insulator.

Once the thermal camera was manufactured, it was automated to be able to perform a precise temperature control that allowed testing reliably. For this, incandescent tubes were used as heat source and thermocouples as sensors to create a closed control loop. In addition, a Raspberry Pi 3B was included as a microcontroller to run the control. In this way the microcontroller is able to detect the temperature of the chamber through the thermocouple and quickly turn on and off the incandescent tubes by means of a PWM signal to control the temperature of the specimen to be tested.

The control chosen to control the temperature of the thermal chamber is a PID, a proportional, integral and derivative control. A PID is a simple and robust automatic control widely used in the industry. It works especially well with slogans of constant value, as is the case of this thermal camera, in which the objective is to keep the specimen at a certain constant temperature. This control was programmed using the Matlab® and Simulink® tools.

The final thermal chamber with all the control, actuators and sensors implemented is shown below:



Figure 7: Thermal chamber placed on the Elib-20 machine

3.- TESTS AND METHODOLOGY

For the mechanical characterization of the study adhesive, three types of tests were carried out: tensile test of the adhesive in mass, DCB (Double Cantilever Beam) test of the adhesive bond and differential scanning calorimetry test. These three tests allow to analyze in depth the behavior of the polymer under different situations in order to subsequently extrapolate the conclusions obtained to other epoxy adhesives.

The tensile test consists in carrying out a controlled stretching of a specimen of the study material by means of a universal traction machine. This type of test allows knowing a wide variety of parameters related to the mechanical behavior of the material. Some of these parameters can be the elastic limit (Rp0.2), the maximum resistance (Rm), the Young's modulus (E) or the Poisson's coefficient. Depending on these parameters, a material can be classified as ductile, fragile, tenacious ... which allows us to see the use that can be given to it.

In this project, as mentioned above, the study material is Sikadur30 epoxy adhesive. This adhesive is formed by mixing two components that come in different containers to avoid hardening it before time. The components are called A (white) and B (black) according to the technical sheet of the material and are mixed in a ratio of ³/₄ of A and ¹/₄ of B, generating a gray mixture that is the final adhesive. This mixture has a hardening time of between 20 and 90 minutes, although the curing is completed several hours later. This allows the adhesive to be molded in the shape of a dog bone specimen, which is specified in the UNE EN ISO 527-2_2012 standard for polymer tensile testing.



Figure 8: Molding process of Sikadur30[®] adhesive in silicone molds

Once the material has been cured at room temperature, a post-curing of two hours is applied at different temperatures: 40, 55, 70, 100, 120 and 140°C. After post-curing and once the specimens are at room temperature, the tensile test is carried out. For this, the universal tensile test machine Elib-20 is used, equipped with a 2kN load cell, to monitor the force exerted by the machine, and the longitudinal extensometer 3542-050M-050_ST. With the obtained data, the Young's modulus of the material and its maximum resistance are calculated.

Second, the DCB test is performed. The DCB (Double Cantilever Beam) or double cantilever beam test is a peeling test that aims to calculate the energy release rate of an adhesive in a joint. The objective is to create an initial crack in the adhesive and calculate the energy necessary for it to propagate along the joint.

The specimens used in this test are composed of two aluminum substrates hardened by precipitation that are bonded together with a thin layer of adhesive. The specimens have a length of 200 mm and a tensile stress is performed on one of their ends to generate a crack and cause its advance along the adhesive layer. The objective is to monitor the force that the traction machine is exerting and the displacement of the clamps as the crack progresses, in order to obtain in this way, the energy release rate of the adhesive.



Figure 9: DCB specimens before and after being tested

For this test, different postcurations of the specimens will also be done to see the influence of these treatments on the mechanical properties of the material.

It is important to note that both the tensile tests and the DCB tests will be carried out both at room temperature and at high temperature using the thermal camera described in the previous section. In this way we can not only appreciate the variation of mechanical properties of the adhesive at room temperature, but it will be possible to appreciate the behavior of the same in high temperature situations.



Figure 10: Traction test carried out at high temperature

Finally, the differential scanning calorimetry test will be carried out in order to study the variation of the Tg of the adhesive with the different thermal treatments.

The objective is to increase the temperature of the test piece at a constant rate. For this, the equipment is contributing or removing energy depending on the reaction that is occurring in the specimen, if an endothermic reaction occurs in the polymer, the equipment provides energy in the form of heat; and if an exothermic reaction occurs, the equipment withdraws the necessary energy so that the temperature of the specimen increases at the specified rate.

The test piece used in this type of test is an aluminum capsule filled with 10 mg of powder adhesive.

The equipment used for this test was the DSC822 of Mettler Toledo.



Figure 11: Differential scanning calorimetry probe arranged in the DSC822

4.- RESULTS

The obtained results are the following:



Figure 12: Evolution of the maximum resistance of the Sikadur30[®] adhesive by varying the postcuring temperature of the specimens.

An increase in the maximum resistance was observed when performing postcurations above 55°C, reaching maximum resistance values when curing the test pieces at 120 and 140°C. However, no significant differences were observed in other mechanical properties of the material such as the Young's modulus or the Poisson's coefficient.



With respect to the DCB trials, the results obtained were as follows:

Figure 13: Variation of the energy release rate of the Sikadur30[®] adhesive by varying the postcuring temperature of the specimens.

A drop in the energy release rate of the material can be seen when performing a postcuring at high temperature, which implies that the material becomes embrittled. This result is consistent with the values obtained in the tensile test, because when increasing the strength and hardness of a material, it becomes embrittled.

With regard to the variation of the Tg of the adhesive, the following trend could be observed:



Figure 14: Evolution of the Tg of the Sikadur30[®] adhesive by varying the postcuring temperature of the specimens.

A slight increase of the Tg can be appreciated when increasing the postcuring temperature of the material, something beneficial to improve the behavior of the material at high temperature.



Finally, with respect to the high temperature tests, the following results could be obtained:

Figure 15: Maximum resistance of Sikadur30® adhesive at high temperature



Figure 16: Young's modulus of Sikadur30® adhesive at high temperatures

It can be seen that the samples post-cured at $120 \degree C$ always have higher resistance at high temperature than the specimens without subsequent heat treatment. It can also be seen that the adhesive from 65 $\degree C$ loses all its rigidity and begins to behave like a viscoelastic solid, which could compromise the structure at high temperature.

5.- CONCLUSIONS

With the results shown in the previous section it can be concluded that a post-cure at a temperature of emntre 120 and 140°C is beneficial to improve the mechanical behavior of the adhesive in any temperature range. This in turn causes a slight increase in the Tg of the adhesive, which would retard the failure of the adhesive in case of fire and give more time to react to it. This is because, by maintaining the polymer at a certain temperature after curing, new secondary bonds are generated between the main chains that improve the behavior of the same.

On the other hand, it is important to note that the adhesive would not be prepared to support load from 65 $^{\circ}$ C regardless of the heat treatment applied, as it loses its rigidity at that temperature and could cause the structure to fail.

Lastly, it should be noted that the PID control chosen for carrying out temperature tests is very effective in maintaining stable temperature setpoints. It would be advisable to improve the control and choose another of greater complexity to simulate real increases of temperature, because with variable slogans this control works worse. It would also be important to add a fan in the camera that would allow the internal air movement of the camera to be generated, thus creating convection and avoiding temperature gradients in it.

6.-REFERENCES

[1] W. D. C. y. D. G. R. Retwisch, «Ciencia e Ingeniería de Materiales,» de Ciencia e Ingeniería de Materiales, Editorial Reverté, 2011, p. 526.

[2] M. C. M. B. &. L. d. S. G. Viana, «Behavior of environmentally degraded epoxy,» The Journal of Adhesion, 2016.

[3] D. n. R. Sean A.Lineham, «Structuralresponseof fire-exposedcross-laminatedtimberbeams,» FireSafetyJournal, 2016.

[4] E. A. S. M. L. F. M. d. S. A. M. L. R. J. C. Carbas, «Effect of Cure Temperature on the Glass Transition Temperature and Mechanical Properties of Epoxy Adhesives,» The Journal of Adhesion, 2014.

[5] AENOR, Plásticos. Determinación de las propiedades en tracción. Parte 2: Condiciones de ensayo de plásticos para moldeo y extrusión., 2012.

A mis profesores Yolanda Ballesteros y Pablo Ayala por todo el tiempo y atención que han dedicado a este proyecto. A mis familiares por todo el apoyo que me han dado. A Carlos Cabrera y Victor Arias, por toda su ayuda.



GRADO EN INGENIERÍA TECNOLOGÍAS INDUSTRIALES

TRABAJO FIN DE GRADO COMPORTAMIENTO DE UN ADHESIVO DE CONSTRUCCIÓN FRENTE AL AUMENTO DE TEMPERATURA GENERADO EN UN INCENDIO

Autor: Pablo Lozano Gil Director: María Yolanda Ballesteros Iglesias Co-Director: Pablo Ayala Santamaría

> Madrid Julio de 2019

Índice

 1 Lista de figuras	1 2 3
3.1 Revisión del estado del arte, motivación y objetivos	3
3.1.1 Descripción experimental. Determinación de las propiedades de un adhesivo	3
3.1.2 Influencia de la temperatura en el comportamiento de adhesivos	8
3.2 Motivación	כ כ
4 Diseño y fabricación de la cámara térmica1	1
 4.1 Diseño físico	1 1 8
5 Ensayos y Metodología	3
 5.1 Ensayo de tracción de adhesivo en masa	3 3 3 5
6 Resultados	7 5 7
Anexo A: Esquema electrónico del sensor SSTECYT	Э 1
Anexo C: Código empleado para la identificación de la planta de la cámara térmica en e microcontrolador Arduino [®] Nano	-

Comportamiento de un adhesivo de construcción frente al aumento de temperatura generado en un incendio

1.- Lista de figuras

Figura 1: Esquema de montaje de ensayo de tracción con extensómetro	4
Figura 2: Esquema de modos de fractura [5]	5
Figura 3: Probeta de ensayo DCB antes y después de realizar el ensayo	5
Figura 4: Modos de fallo de una probeta de ensayo DCB [6]	6
Figura 5: Esquema de la probeta de cizalla por tracción [7]	6
Figura 6: Esquema de probeta de unión adhesiva a tope y ensayo en máquina de trac	ción
[22] [23]	7
Figura 7: Evolución de la Tg del adhesivo Sikadur30 con la temperatura de curado [1	10]9
Figura 8: Evolución de las propiedades mecánicas del adhesivo Sikadur30 con	n la
temperatura de curado [10]	9
Figura 9: Esquema de la probeta de tracción de hueso de perro [11]	11
Figura 10: Montaje de mordazas para el ensavo de tracción.	13
Figura 11: Esquema de un ensayo DCB	13
Figura 12: Disposición del ensavo DCB	14
Figura 13: Máguina universal de ensavos de tracción Elib 20	15
Figura 14: Prueba de mantenimiento de la temperatura con Climaver [®] como mate	erial
aislante	16
Figura 15: Equipo de adquisición de datos Yokogawa MV1000	16
Figura 16: Esquema inicial de la cámara térmica	17
Figura 17: Tubos incandescentes de la cámara térmica	. 19
Figura 18: Cámara térmica final	20
Figura 19: Cámara térmica acoplada a la máquina de tracción universal Elib 20	21
Figura 20: Tubos incandescentes en funcionamiento	. 22
Figura 21: Imagen explicativa de una señal PWM y del voltaie medio apreciado po	r un
elemento mecánico [14]	23
Figura 22: Relé de estado sólido FOTEK SSR-40.	24
Figura 23: Probeta de resina epoxi sensorizada con termopares	24
Figura 24: Imagen del sensor SSTECYT [15]	25
Figura 25: Microcontrolador Arduino [®] Nano V3 [16]	25
Figura 26: Microcontrolador Raspberry Pi 3B [17]	26
Figura 27: Esquema de montaie eléctrico y electrónico	27
Figura 28: Montaie electrónico	28
Figura 29: Evolución de la planta física ante un escalón de potencia en el actuador	
Figura 30: Respuesta de la planta física sin offset inicial	30
Figura 31: Identificación de la planta mediante la herramienta PIDTool de Matlab [®]	
Figura 32: Parámetros de funcionamiento y robustez del control	
Figura 33: Adhesiyo Sikadur30 en su envase	34
Figura 34: Proheta de tracción de hueso de perro de tipo 18	34
Figura 35: Moldes de silicona para la preparación de probetas	35
Figura 36: Proceso de moldeo de probetas tino 18	36
Figura 37: Desmoldeo de probetas de tino 18	36
Figura 38: Célula de carga de 2kN de la máquina de tracción Flib-20	37
Figura 39: Extensómetro longitudinal 3542-050M-050 ST	38
Figura 40: Gráfico de tensión-deformación [18]	
0	

Comportamiento de un adhesivo de construcción frente al aumento de temperatura generado en un incendio

Figura 41: Montaje para la realización de un ensayo de tracción con extensómetro y
galgas extensiométricas
Figura 42: Probetas DCB en fase de curado 41
Figura 43: Gráfica de fuerza-carrera de un ensayo DCB [19] 42
Figura 44: Probeta DCB antes y después de ser ensayada
Figura 45: Equipo de ensayo de calorimetría diferencial de barrido DSC822
Figura 46: Región de ensayo del equipo DSC822 con probeta de referencia
Figura 47: Ejemplo de gráfico de ensayo de calorimetría diferencial de barrido [20] 45
Figura 48: Ensayo de tracción realizado a alta temperatura
Figura 49: Evolución de la resistencia máxima del adhesivo Sikadur30® según la
temperatura de postcurado 47
Figura 50: Tabla ANOVA de la resistencia máxima en función de los diferentes grupos de
postcurado 48
Figura 51: Evolución del módulo de Young del adhesivo Sikadur30 [®] según la temperatura
de postcurado 48
Figura 52: Tabla ANOVA del módulo de Young en función de los diferentes grupos de
postcurado
Figura 53: Evolución del coeficiente de Poisson del adhesivo Sikadur30 [®] según la
temperatura de postcurado 49
Figura 54: Evolución de la Tg del adhesivo Sikadur30 [®] según la temperatura de postcurado
Figura 55: Evolución de la resistencia máxima del adhesivo Sikadur30 [®] según el tiempo
de postcurado
Figura 56: Evolución del módulo de Young del adhesivo Sikadur30 [®] según el tiempo de
postcurado
Figura 57: Evolución de la Tg del adhesivo Sikadur30 [®] según el tiempo de postcurado
Figura 58: Evolucion de la tasa de liberación de energía del adhesivo Sikadur30 [®] segun
Ta temperatura de postcurado
Figura 59: Evolucion de la resistencia maxima del adnesivo Sikadur30 [®] a alta
Lemperatura
rigura do. Evolución del modulo de roung del adnesivo Sikadur30° a alta temperatura

2.- Lista de tablas

Tabla 1: Dimensiones de las probetas de tracción según la norma	UNE EN ISO 527-
2_2012 [11]	
Tabla 2: Valores de control PID	32
3.- Introducción

Los adhesivos son sustancias utilizadas para unir las superficies de dos materiales sólidos. Si bien para muchas aplicaciones se utilizan adhesivos naturales, en los últimos años se han desarrollado una multitud de nuevos materiales adhesivos basados en polímeros sintéticos, como poliuretanos, siliconas, resinas epoxi o poliamidas [1]; que permiten realizar uniones ligeras, con distribuciones uniformes de carga y resistentes a la fatiga [2]. Es por ello por lo que cada vez se usan más este tipo de uniones en multitud de aplicaciones estructurales, sustituyendo a otro tipo de uniones como pueden ser el remachado, la soldadura o el atornillado.

En concreto, en el área de la construcción, los adhesivos se usan generalmente para el pegado de refuerzos estructurales, tales como laminados de material compuesto a hormigón o ladrillo, así como en la fabricación de elementos estructurales basados en la madera. Uno de los elementos más usados en las últimas décadas para la construcción de edificios altos son los perfiles laminados de madera. Estas vigas están formadas por láminas de madera que se unen entre sí gracias al uso de adhesivos poliméricos, generalmente adhesivos epoxi. Al ser la madera un material muy susceptible a la combustión, el uso de estos perfiles genera un debate en torno al comportamiento de los mismos en caso de incendio, por lo que, en este tipo de estructuras, el tipo de adhesivo utilizado tiene un impacto significativo tanto en su resistencia como sobre su posible delaminación, influyendo enormemente en las temperaturas del posible incendio, así como a su propagación [3]. Por esta razón, es importante conocer el comportamiento de dichos adhesivos a altas temperaturas y analizar cómo varían sus propiedades mecánicas según aumenta la temperatura del incendio y según la cercanía de los mismos a la fuente de calor.

Este trabajo tiene como objetivo estudiar el comportamiento del adhesivo de construcción maderera Sikadur[®]-30 frente al aumento de temperatura producido en un incendio, para poder extrapolar los resultados posteriormente a otros adhesivos epoxi y poder predecir el comportamiento de estos haciendo uso de simulaciones de ordenador basadas en elementos finitos.

3.1.- Revisión del estado del arte, motivación y objetivos

3.1.1.- Descripción experimental. Determinación de las propiedades de un adhesivo

Tradicionalmente los adhesivos se han caracterizado usando dos tipos de probetas muy diferenciados: probetas de adhesivo en masa y probetas de unión adhesiva. Las primeras son probetas formadas exclusivamente por adhesivo, el cual se introduce en un molde con una forma determinada y se deja endurecer. Las segundas son probetas que están constituidas de adhesivo y de dos sustratos de otro material, los cuales se unen entre sí usando una lámina del adhesivo de estudio.

Las probetas de adhesivo en masa se usan principalmente para caracterizar el polímero solidificado por sí mismo y obtener algunos de los parámetros que mejor definen el comportamiento mecánico de un material como son el módulo de Young, la resistencia a tracción o el coeficiente de Poisson, entre otros. Para ello se usan probetas de hueso de perro. Este tipo de probetas se ensayan a tracción siguiendo las normas ASTM D638-02 y D882-02 correspondientes a la determinación de las propiedades mecánicas de polímeros reforzados y no reforzados en forma de hueso de perro bajo un esfuerzo de tracción [4].

ara realizar el ensayo, se dispone el polímero fluido en un molde con la forma de hueso de perro normalizada y se espera a que cure a la temperatura deseada (normalmente suele ser la temperatura ambiente) y una vez curado, se somete la probeta a un ensayo de tracción en condiciones de temperatura y humedad controladas y se mide la deformación de ésta hasta su rotura mediante el uso de un extensómetro o de galgas extensiométricas que permitan medir las microdeformaciones del material durante el ensayo.



Figura 1: Esquema de montaje de ensayo de tracción con extensómetro

Las probetas de unión adhesiva se usan para caracterizar, como su nombre indica, la unión entre el adhesivo de estudio y ciertos adherentes. Este tipo de ensayos se suelen realizar desde el punto de vista de la mecánica de la fractura. Hay tres modos en los que puede fallar un material desde este punto de vista: el modo I o modo de pelado, el modo II o modo de cortante y modo III o modo de desgarre.



Figura 2: Esquema de modos de fractura [5]

El modo I o modo de pelado o apertura es el modo de fallo por fractura más crítico, pues implica deformación plana. El fallo de la unión adhesiva por este modo se caracteriza normalmente usando el ensayo DCB (Double Cantilever Beam o Doble Viga en Voladizo en español). En este ensayo dos adherentes se unen entre sí usando el adhesivo a ensayar y se someten sus extremos a tracción para analizar el desarrollo de la grieta que se forma a través del polímero y obtener así la tenacidad a fractura en deformación plana del material.



Figura 3: Probeta de ensayo DCB antes y después de realizar el ensayo

En este tipo de ensayos es importante diferenciar si el fallo de la probeta ha sido adhesivo, cohesivo o ha fallado el sustrato. Un fallo adhesivo se consigue al formarse la grieta en el adhesivo que une los dos sustratos. Éste es el objetivo de este ensayo, pues nos permite conocer la tenacidad a la fractura del adhesivo ensayado. Si la grieta se

produce entre el adhesivo y el sustrato, se habla de un fallo cohesivo, el cual no nos aportará resultados válidos para el estudio; y si el fallo se da en el propio sustrato se habla de fallo del sustrato. En este tercer escenario tampoco se obtendrían resultados válidos en el estudio.



Figura 4: Modos de fallo de una probeta de ensayo DCB [6]

El modo II o modo de cortadura o cizalla es el modo de fractura de un material sufre al soportar esfuerzos cortantes. El fallo de la unión adhesiva por este modo se caracteriza generalmente usando el ensayo de cizalla por tracción (single lap shear test en inglés) en el cual se usan dos láminas de adherente que se solapan entre sí y se añade adhesivo en la región solapada para realizar la unión. Esta probeta se ensaya en una máquina de tracción que nos permite generar un esfuerzo de cortadura en la unión.



Figura 5: Esquema de la probeta de cizalla por tracción [7]

El último modo, el modo III o de desgarre es el modo de fractura menos crítico de los tres presentados anteriormente y no se suelen realizar ensayos relacionados con este modo de fractura, pues se tiende a priorizar los ensayos indicados anteriormente.

Para finalizar, otro ensayo frecuente para caracterizar uniones adhesivas es el ensayo a tope (butt-joint test en inglés). Este ensayo se realiza para caracterizar la unión adhesiva entre dos adherentes bajo un esfuerzo de tracción pura. La probeta consiste en dos cilindros unidos por su tope con el adhesivo a ensayar. Ésta se monta en una máquina de ensayos de tracción y se caracteriza la unión bajo el esfuerzo de tracción.



Figura 6: Esquema de probeta de unión adhesiva a tope y ensayo en máquina de tracción [22] [23]

Con todos estos ensayos se puede caracterizar la unión adhesiva de una forma bastante compleja. El procedimiento a seguir para realizarlos según James K. Strozier [8] es el siguiente:

- Obtener las propiedades mecánicas básicas del adhesivo mediante el uso de un ensayo de adhesivo en masa. Por ejemplo, se podría usar el ensayo de tracción de probeta de hueso de perro. Con esta información ya se podría comparar el adhesivo con otros de referencia.
- 2. Elegir un ensayo destinado a la caracterización de uniones adhesivas y preparar lotes de probetas para ensayar, realizando controles de calidad de estos para evitar posibles desviaciones indeseadas en los resultados.
- 3. Prestar especial atención a la preparación superficial de los adherentes. Una de las propiedades más importantes de las uniones adhesivas es que su comportamiento mecánico está muy relacionado con el tratamiento superficial que han sufrido los substratos antes de realizar la unión. Es por esta razón, que los resultados de los ensayos van a ser muy dependientes de este factor, ya que se debe buscar siempre una rotura cohesiva y nunca una rotura adhesiva.
- 4. Realizar ensayos lo más cercanos posibles a la realidad, para que los resultados obtenidos en laboratorio sean fiables y lo más cercanos posibles a la aplicación real del adhesivo.

Con todo esto en mente, en este proyecto se realizarán ensayos de tracción con probetas en masa de hueso de perro y ensayos DCB para uniones adhesivas. En ambos tipos de ensayos se llevarán a cabo a diferentes temperaturas a fin de determinar el comportamiento del adhesivo frente al calor producido en un incendio. Para cada ensayo y condición de temperatura se prepararán varios lotes de entre 3 y 5 probetas por lote.

3.1.2.- Influencia de la temperatura en el comportamiento de adhesivos

Como se ha comentado anteriormente, las uniones adhesivas presentan grandes ventajas frente a otras tecnologías de unión como pueden ser el remachado, la soldadura o el atornillado. Algunas de estas ventajas son la ligereza de la unión adhesiva, la capacidad de unir materiales diferentes y componentes delgados, una mejor resistencia a la fatiga y menores costes de fabricación; pero uno de los grandes inconvenientes de este tipo de uniones es la limitación de la temperatura de servicio. Los polímeros sólo mantienen su integridad a temperaturas relativamente bajas (por debajo de los 300°C) [1], y es por esta razón por la que las uniones adhesivas son muy susceptibles a fallar en caso de incendio, pues se pueden alcanzar temperaturas mucho más altas en pocos minutos. Por ello, una parte muy importante a la hora de caracterizar una unión estructural es analizar su comportamiento a diferentes temperaturas para poder simular el caso de un incendio.

Los ensayos realizados con este objetivo serán los que ya se han descrito en el apartado anterior pero llevados a cabo a temperaturas superiores a la temperatura ambiente. Esto generalmente se consigue realizando los propios ensayos en el interior de hornos o estufas que permiten regular la temperatura con precisión, de forma que el ensayo se pueda realizar a una temperatura constante. Hay variantes de estos ensayos que, en vez de mantener una temperatura constante, generan una rampa lineal de aumento de temperatura para simular el aumento de temperatura real de un incendio. También se hacen ensayos con variaciones cíclicas de temperatura para estudiar la fatiga térmica del adhesivo.

Un dato muy relevante acerca de los adhesivos y la temperatura es que las propiedades mecánicas de un adhesivo están directamente relacionadas con su grado de curado, que a la vez está relacionado con su T_g (temperatura de transición vítrea) [9]. La temperatura de transición vítrea es la temperatura a la cual un polímero experimenta la transformación del estado gomoelástico al rígido [1] y está directamente relacionada con el grado de entrecruzamiento de las cadenas poliméricas, por lo que a mayor T_g del polímero, mayor rigidez tendrá el mismo. En concreto Carbas et al. [10] estudiaron este comportamiento en tres adhesivos epoxi usados en el mundo de la construcción: Araldite[®] 2011, Araldite AV 138M y Sikadur[®]-30 LP.

Para estudiar la relación que tenían las propiedades mecánicas de estos adhesivos con su T_g, realizaron ensayos de tracción de probetas de hueso de perro a temperatura ambiente. La particularidad estaba en que las probetas habían sufrido un proceso de curado previo a diferentes temperaturas siguiendo siempre el mismo esquema: se fabricaba la probeta de adhesivo en masa, se dejaba curar a temperatura ambiente hasta que el adhesivo se rigidizaba, después se le realizaba a la probeta un postcurado a diferentes temperaturas durante dos horas (23, 40, 60, 80, 100, 120 y 140°C) y por último se dejaban enfriar las probetas durante dos semanas a temperatura ambiente con una humedad en torno al 55%. Una vez realizado este proceso, se ensayaban las probetas a tracción, realizándose posteriormente la determinación de la T_g de cada probeta. El análisis de la T_g se puede hacer por varios métodos (calorímetro diferencial

de barrido, análisis termomecánico o análisis mecánico-dinámico). En este estudio, Carbas et all. [10] realizaron ensayos mecánicos-dinámicos para la obtención de los valores de Tg.

Tras realizar estos ensayos, llegaron a la conclusión de que la temperatura de transición vítrea de los tres adhesivos aumentaba con la temperatura de postcurado de las probetas, hasta llegar a un máximo en el cual la T_g coincidía con la temperatura de postcurado de la probeta. Así mismo, observaron que las propiedades mecánicas del adhesivo iban aumentando a medida que aumentaba la T_g del mismo. Así, podemos observar en la figura 7 como el Sikadur®-30 su alcanza el mayor valor de T_g para temperatura de postcurado de 120°C, la cual coincide justamente con el valor de dicha T_g. En la figura 8, se observa que para esa misma temperatura es cuando los valores de Módulo de Young y de límite elástico son máximos.



Figura 7: Evolución de la Tg del adhesivo Sikadur30 con la temperatura de curado [10]



Figura 8: Evolución de las propiedades mecánicas del adhesivo Sikadur30 con la temperatura de curado [10]

3.2.- Motivación

En los últimos años ha crecido mucho el uso de perfiles laminados de madera en la construcción de edificios altos. En muchas ocasiones se usa el adhesivo Sikadur®-30 LP para unir las diferentes láminas de madera para conformar el perfil. Analizar sus propiedades ante un incremento de temperatura puede ser crítico para prever su comportamiento en incendios, pues la delaminación de los perfiles podría modificar significativamente el comportamiento estructural de estos edificios y causar un colapso prematuro de los mismos, arriesgando así la vida de las personas que se pudiesen encontrar dentro durante el incendio.

El objetivo principal de este proyecto será caracterizar dicho adhesivo mecánicamente y estudiar su comportamiento a diferentes temperaturas y con diferentes postcurados, para poder analizar los tratamientos térmicos idóneos para su uso en perfiles laminados de madera y su comportamiento como elemento de unión en caso de incendio.

3.3.- Objetivo del proyecto

El objetico principal del proyecto será determinar el comportamiento bajo carga y a fractura de un adhesivo empleado en construcción al ser sometido a diferentes temperaturas, correlacionándolo con su temperatura de transición vítrea. También se valorarán posibles mejoras de dicho comportamiento.

Para ello se, se realizarán las siguientes tareas:

- Replicar el estudio realizado por Carbas en 2014 para comprobar que el comportamiento detectado en su estudio se corresponde con el comportamiento de nuestro adhesivo.
- Diseñar y construir un horno adaptado para una máquina universal de ensayos de tracción para poder realizar ensayos a temperatura.
- Realizar ensayos de tracción de probeta de hueso de perro tanto a temperatura ambiente como a diferentes temperaturas.
- Realizar ensayos DCB de pelado tanto a temperatura ambiente como a diferentes temperaturas
- Realizar ensayos DSC para determinar la Tg de las probetas curadas a distintas temperaturas.

4.- Diseño y fabricación de la cámara térmica

Como se ha comentado anteriormente, para la realización de este estudio, uno de los requisitos es analizar el comportamiento del adhesivo Sikadur30-LP a diferentes temperaturas. Para ello es necesario crear un entorno en el cual se pueda controlar la temperatura de las probetas mientras se realizan los ensayos necesarios para caracterizar mecánicamente el polímero.

Ante esta necesidad surge la idea de diseñar y fabricar un prototipo de cámara térmica que englobe a la probeta durante los diferentes ensayos y que se pueda acoplar a la máquina universal de ensayos Elib-20 (SAE Ibertest[®]).

4.1.- Diseño físico

Para caracterizar al adhesivo a temperatura se van a realizar principalmente dos tipos de ensayo: ensayo de tracción con adhesivo en masa y ensayos DCB (double cantilever beam) o doble viga en voladizo. Cada uno de ellos permite conocer unas propiedades mecánicas concretas del adhesivo y cada uno usa un tipo de probeta diferente, pero los dos son necesarios, por lo que la prioridad será crear una cámara suficientemente grande como para albergar los dos tipos de probeta.

En el ensayo de tracción se usarán probetas de hueso de perro de adhesivo en masa. Este ensayo se realizará siguiendo la norma UNE EN ISO 527-2_2012, correspondiente a la norma de determinación de propiedades mecánicas de plásticos. Se usarán las probetas del tipo 1B, las cuales tienen las siguientes dimensiones:



Figura 9: Esquema de la probeta de tracción de hueso de perro [11]

			Medidas en milímetro	
	Tipo de probetas	1A	1B	
l_3	Longitud total ^a	170	≥ 150	
l_1	Longitud de la parte estrecha de caras paralelas	80 ± 2	$60,0 \pm 0,5$	
r	radio	24 ± 1	$60 \pm 0,5$	
l_2	Distancia entre las partes anchas de caras paralelas ^b	$109,3 \pm 3,2$	$108 \pm 1,6$	
b_2	Anchura en los extremos	$20,0 \pm 0,2$		
b_1	Anchura de la parte estrecha	$10,0 \pm 0,2$		
h	Espesor recomendado	4,0 ± 0,2		
L_0	Longitud de referencia (recomendada)	$75,0\pm0,5$	$50,0 \pm 0,5$	
	Longitud de referencia (aceptable si se requiere para el control de calidad o cuando se especifique)	$50,0\pm0,5$		
L	Distancia inicial entre las mordazas	115 ± 1	115 ± 1	
^a La longitud total recomendada de 170 mm para el tipo 1A concuerda con las Normas ISO 294-1 e ISO 10724-1. Para algunos materiales, puede ser necesario alargar la longitud de los extremos (por ejemplo <i>l</i> ₃ = 200 mm) para evitar la rotura o el deslizamiento en las mordazas de la máquina de				

 $l_2 = l_1 + [4r(b_2 - b_1) - (b_2 - b_1)^2]^{1/2}$, que resulta de l_1 , r, b_1 y b_2 , pero dentro de las tolerancias indicadas.

Tabla 1: Dimensiones de las probetas de tracción según la norma UNE EN ISO 527-2_2012 [11]

Estas probetas se ensayan verticalmente, por lo que para calcular la altura mínima de la cámara habría que tener en cuenta los 150 mm de longitud de la probeta y las dimensiones de las mordazas que se van a usar para el ensayo. Las mordazas elegidas para este ensayo son los cabezales de tracción IB243, los cuales tienen una altura aproximada de 150 mm cada uno.

Con este equipamiento se necesitaría una altura aproximada de 450 mm, pero para proteger la célula de carga de la máquina de tracción se tomó la decisión de acoplar un brazo alargador para aumentar la distancia entre la fuente de calor y la célula de medida. Este dispositivo suele ir generalmente puesto en la parte superior de las máquinas de tracción y, en nuestro caso, la máquina de tracción Elib-20 estaba acondicionada para admitir la célula de carga en el brazo móvil de la misma. Por esta razón la célula iba a recibir necesariamente el calor generado en la cámara térmica por dos vías: la convección natural producida en el interior de la cámara al calentar el aire y la conducción de ese calor a través de las mordazas que conectaban la célula con la probeta. Al incluir un brazo alargador conseguimos reducir la cantidad de aire caliente que llega al dispositivo de medida y retardamos la llegada de calor a la misma por conducción.



Figura 10: Montaje de mordazas para el ensayo de tracción.

Con todos estos requerimientos y teniendo en cuenta que los polímeros a alta temperatura pueden llegar a deformar varios centímetros (<10 cm) durante el ensayo de tracción se optó por diseñar la cámara con una altura de 600 mm.

El ensayo DCB usa probetas horizontales que se componen de dos adherentes y una capa de adhesivo que los une. En este tipo de ensayo se ejerce un esfuerzo de tracción en uno de los extremos de los adherentes para provocar el pelado o despegado de la probeta, el cual se consigue generando una grieta en el adhesivo, la cual va avanzando durante el ensayo. El esquema del ensayo es el siguiente:



Figura 11: Esquema de un ensayo DCB

Como se puede ver en el esquema, la probeta tiene una longitud de 200 mm que se extienden en horizontal y la disposición de la misma durante el ensayo es la siguiente:



Figura 12: Disposición del ensayo DCB

Como todos los elementos que se muestran en la imagen tienen que ir alojados en el interior de la cámara, se opta por crear una cámara de al menos 380 mm de ancho que pueda albergar la probeta según muestra la figura 10.

La última condición es que la cámara térmica se pueda alojar en el espacio libre que hay entre las columnas de la máquina de tracción.



Figura 13: Máquina universal de ensayos de tracción Elib 20

El espacio que hay entre columnas es de 430 mm y la profundidad de la bancada de fundición es de 290 mm, por lo que estas son las dimensiones máximas que podría tener la cámara térmica.

Conocidas las dimensiones máximas de la caja térmica y las dimensiones mínimas necesarias para la realización de ambos ensayos en su interior se procedió a investigar diferentes materiales para la creación de ésta. El objetivo inicial era aumentar la temperatura interior de la caja con una pistola de calor o un secador de pelo a modo de fuente de calor. El accionamiento de esta fuente de calor pretendía ser manual en un principio para simplificar esta cámara térmica. Con este objetivo en mente, se diseñaron diferentes cajas con diferentes materiales para probar la capacidad de los mismos de mantener la temperatura interior de la caja.

Para realizar este estudio, las cajas se instrumentaban con seis termopares en diferentes puntos del volumen de aire interior. Cuatro de ellos se introducían al aire y dos de ellos se encontraban embebidos en una probeta de resina epoxi, para comprobar así que el reparto de calor era uniforme en la cámara y que la temperatura de la probeta era la misma en ambos extremos. El equipo utilizado para controlar la temperatura era el equipo de adquisición de datos Yokogawa MV2020.



Figura 14: Prueba de mantenimiento de la temperatura con Climaver® como material aislante



Figura 15: Equipo de adquisición de datos Yokogawa MV1000

De entre los materiales probados destaca el poliestireno expandido, la lana de vidrio o el Climaver[®]. Todos ellos mantenían la temperatura de manera homogénea, pero el material que mejor resultado dio fue el Climaver[®]. Este material, vendido por la empresa Isover[®], se vende en planchas de 3x1.19 m (24.99 m²) y consiste en un panel rígido de lana de vidrio de alta densidad, revestido por la cara exterior con una lámina de aluminio reforzada con papel kraft y malla de vidrio, que actúa como barrera de vapor, y por su cara interior, con un tejido neto de vidrio reforzado de color negro de gran resistencia mecánica [12]. Es un material ampliamente usado en el área del aire acondicionado, pues es un material hecho específicamente para la conducción de fluido a diferente temperatura de la temperatura ambiente. Esto permite que sea un material asequible y

fácil de encontrar. Además, mantiene la temperatura estable con tan solo 25 mm de espesor.

Con todas estas condiciones y conociendo el espesor del material se planteó un primer diseño que consistía en una cámara formada por dos paredes de Climaver[®] que mantenían entre ellas una cámara de aire. El esquema de la caja es el siguiente:



Figura 16: Esquema inicial de la cámara térmica

Como se aprecia en la imagen la cámara tenía una apertura en la parte frontal para poder introducir las probetas y poder manipularlas una vez se encontraban en el interior. Una vez colocada la probeta se cerraba este orificio con una lámina de Climaver[®] que permitía introducir aire caliente a la cámara interior de aire. De esta forma, la cámara interior donde se realizaba el ensayo se calentaba gracias a las pérdidas que tenía el recinto intermedio de aire. Estas pérdidas se repartían entre el exterior, a temperatura ambiente, y el interior, el cual se encontraba a la temperatura deseada para el ensayo. De esta forma se conseguía mantener de forma muy estable la temperatura del habitáculo interior de la cámara, pues se reducían mucho las pérdidas de calor del volumen interno de aire hacia el exterior.

Con este diseño en mente se construyó la cámara térmica y se hicieron las primeras pruebas, las cuales mostraron principalmente tres puntos débiles:

- Las fuentes externas de calor disponibles en el laboratorio no eran lo suficientemente potentes como para mantener la temperatura interior durante mucho tiempo, pues se sobrecalentaban a los pocos segundos de empezar la prueba.
- Era muy complicado mantener la temperatura interna de la cámara manualmente, pues debido a que las pérdidas de calor eran muy pequeñas era muy fácil sobrepasar la temperatura de consigna rápidamente. Además, una vez sobrepasada esta temperatura, el tiempo que tardaba el sistema en volver a enfriarse era muy elevado.
- La cámara era compleja de montar. Al tener dos cámaras anidadas, el montaje era lento y complicado, y dificultaba el manejo de las probetas que se encontraban en el interior.

Ante esta situación y tras varias pruebas se decidió llevar a cabo las siguientes modificaciones:

- Sustituir la fuente externa de calor por una fuente interna que se encontrase alojada en el interior de la cámara y que fuese lo suficientemente compacta como para no afectar al ensayo. La fuente de calor elegida fueron unos tubos incandescentes del estilo a los usados en las estufas domésticas. Son elementos caloríficos muy compactos y que a su vez tienen una gran potencia.
- Sustituir el control manual por un control electrónico automático. Para ello es necesario dotar a la cámara de electrónica y sensores específicos que permitan la regulación de la misma en lazo cerrado. El control elegido es un PID el cual se explica en detalle en la sección 2.3 de este proyecto.
- Eliminar la cámara interior para favorecer las pérdidas de calor necesarias para corregir las sobretemperaturas de la cámara, facilitando además el montaje y desmontaje de ésta. Consecuentemente, esto implica también tener un volumen interno de ensayo mayor, lo que hace más cómodo el montaje y la manipulación de probetas.

Con estas correcciones en mente y con el fin de aprovechar al máximo el material del que ya se disponía, se decidió eliminar la cámara interna y mantener la externa. Esta cámara se acondicionó con tres tubos incandescentes y la electrónica necesaria para el control de temperatura.

Los tres tubos incandescentes se dispusieron en la cara interior trasera de la cámara con la intención de calentar la probeta sin interferir en el montaje y la manipulación de la misma. Se colocaron en horizontal de forma que permitían calentar rápidamente todo el volumen interno de aire. Estos tubos transmiten el calor al medio principalmente por radiación, por lo que se incluyó una rejilla metálica delante de ellos para reducir la incidencia directa sobre la probeta a ensayar y evitar así gradientes de temperatura indeseados sobre la misma.



Figura 17: Tubos incandescentes de la cámara térmica

Para el control de temperatura se coloca una probeta en el interior de la cámara, la cual está sensorizada con termopares tipo K, muy cerca de la probeta ensayada y se asume que por cercanía ambas probetas tienen la misma temperatura. De esta forma, no sólo se controla la temperatura del volumen de aire interior, sino que también se controla la temperatura aproximada de la probeta a ensayar, algo de vital importancia.

Por último, se añaden láminas de madera de balsa al exterior de la cámara para incrementar su rigidez y el aislamiento de la misma. Esta necesidad ayuda a soportar elementos pesados como los tubos incandescentes, los cuales no pueden ir sólamente anclados al material aislante Climaver[®].

La cámara final por tanto queda de la siguiente forma:





Figura 18: Cámara térmica final



Y se acopla de la siguiente manera a la máquina de tracción:

Figura 19: Cámara térmica acoplada a la máquina de tracción universal Elib_20

4.2.- Diseño eléctrico y electrónico

Como se ha comentado anteriormente, se tomó la decisión de automatizar la cámara térmica para aumentar la precisión del control de temperatura de la misma y poder gestionar los ensayos cómodamente. Para ello se tuvo que instrumentar la cámara con diferentes componentes eléctricos y electrónicos que se podrían clasificar en tres grupos: actuadores, sensores y controladores, y elementos de alimentación.

En relación a los actuadores, como se ha comentado anteriormente, la cámara dispone de tres tubos incandescentes como actuadores para el control de temperatura. Los

tubos elegidos son tubos radiantes que emiten ondas electromagnéticas en el rango infrarrojo. Estos tubos se alimentan a 220V y tienen una potencia nominal de 1000W.



Figura 20: Tubos incandescentes en funcionamiento

Para controlar la temperatura de la cámara estos tubos se accionarán y se apagarán usando una señal de PWM (Pulse Width Modulation). Una señal PWM o señal modulada por ancho de pulso es una señal de voltaje usada para enviar información o para variar la cantidad de energía que se destina a un elemento [13]. Esta señal consiste en una onda cuadrada de tensión en la que, variando el ancho de pulso, se controla el tiempo que permanece encendido o apagado un elemento. Este tipo de onda es muy usada en la industria y se utiliza para controlar gran variedad de elementos mecánicos. La idea de usar un tipo de onda de este estilo surge de que las inercias mecánicas generalmente son infinitamente más lentas que las inercias eléctricas, por lo que el accionamiento mecánico no es capaz de ver la rápida variación del pulso, sino que simplemente ve una tensión media que varía del 0 al 100% de la tensión de la alimentación en función del ancho de pulso de la misma.



Figura 21: Imagen explicativa de una señal PWM y del voltaje medio apreciado por un elemento mecánico [14]

En este caso el accionamiento son unos tubos radiantes eléctricos, que tienen inercias similares a las eléctricas, por lo que se puede apreciar a simple vista cuando el control está actuando los encendidos y apagados de los tubos.

Esta señal se genera en el microcontrolador que se detalla más adelante, el cual gestiona el apagado y encendido de los tubos mediante un relé de estado sólido. Este elemento es esencial para el control, pues permite al microcontrolador gestionar el encendido de un elemento de 220V con una señal de tan solo 5V. Se eligió un relé de estado sólido por la necesidad de conectar y desconectar el circuito muy rápidamente. Para que el control sea eficaz la frecuencia mínima de la señal de PWM es de 10 Hz, lo que implica encender y apagar el circuito 20 veces por segundo, de esta forma el tiempo de apertura y cierre no se ve afectado por la electrónica y sí por la propia inercia mecánica del relé.



Figura 22: Relé de estado sólido FOTEK SSR-40.

Por otro lado, tenemos los sensores y controladores del dispositivo. Los sensores utilizados son termopares tipo K, los cuales son capaces de medir de manera precisa temperaturas desde -250°C hasta 1250°C. Los termopares son sensores que se componen de dos cables de materiales diferentes, los cuales enroscan en el punto de medida para que entren en contacto. Esta unión de dos materiales diferentes genera una pequeña diferencia de potencial en los extremos del termopar que es proporcional a la temperatura a la que se encuentra dicho punto de unión. De esta forma y calibrando la medida, se puede conocer la temperatura del punto de estudio.

Como se ha comentado anteriormente, para el correcto funcionamiento de la cámara térmica, se embeben dos termopares en una probeta de resina epoxi que se coloca en una región muy cercana a la de la probeta ensayada. De esta forma se puede aproximar la temperatura real de la probeta ensayada de forma muy fiable, pues se ha comprobado experimentalmente que la diferencia de temperatura existente entre ambas probetas es inferior a un grado centígrado, que es el error base que tiene un termopar. Es importante recalcar que el control gestiona la temperatura de dicha probeta y no la del volumen de aire del interior de la cámara, lo que hace los ensayos mucho más fiables.



Figura 23: Probeta de resina epoxi sensorizada con termopares.

La diferencia de potencial generada en estos termopares es muy pequeña, un incremento de temperatura de 10°C genera aproximadamente un voltaje de unos 0.4 mV en los termopares tipo K, por lo que para poder usar los termopares como sensores en necesario incluir un circuito de acondicionamiento que amplifique esta señal lo suficiente como para poder ser interpretada por un microcontrolador. El circuito elegido para la cámara térmica es el SSTECYT-Grove-High Temperature Sensor. Es un circuito integrado específicamente diseñado para amplificar señales de termopares tipo K. Además, es un circuito económico y fácil de adquirir que permite rangos de medida desde -50°C hasta los 600°C. Se adjunta el esquema electrónico de esta placa en el anexo A.



Figura 24: Imagen del sensor SSTECYT [15]

La señal generada por este sensor es posteriormente interpretada por el microcontrolador Arduino[®]. En concreto se eligió el microcontrolador Arduino[®] Nano, pues la cantidad de puertos necesarios era muy pequeña y este tipo de microcontrolador, aunque tiene un número menor de puertos que la mayoría de las placas de la empresa, es muy económico y tiene un tamaño muy reducido, ideal para esta función.



Figura 25: Microcontrolador Arduino[®] Nano V3 [16]

El código empleado en este microprocesador se incluye en el anexo B.

Una vez gestionados los datos por parte del microcontrolador Arduino[®] Nano, se envían al controlador más importante de la cámara térmica, una Raspberry[®] Pi 3B. Este controlador tiene más potencia que los controladores Arduino[®] y una capacidad de proceso mucho mayor, lo que permite emplearlo para ejecutar controles en vivo de diferentes dispositivos. El inconveniente de este tipo de placas es que están menos preparadas para poder ser usadas directamente por el usuario y necesitan la inclusión de un sistema operativo. Este aspecto se escapa un poco del objetivo de este proyecto de fin de grado, por lo que el sistema operativo que usa este microcontrolador y el software encargado del funcionamiento del mismo ha sido cedido por el alumno del ICAI Carlos Cabrera Criado. Las librerías utilizadas han sido reutilizadas de su propio proyecto de fin de grado y son una adaptación del sistema operativo raspbian oficial, el cual está basado en el kernel de Linux[®].

Con el sistema operativo instalado en la Raspberry Pi[®], se incluye un control específico para la gestión de la temperatura de la cámara. El control elegido para esta función es un control del tipo PID (Proporcional, integral y drivativo) el cual se explica en detalle más adelante. Cabe destacar que, para aumentar la comodidad de uso de la cámara de temperatura, el control se ejecuta en vivo en el microcontrolador; pero a la vez se puede ejecutar de manera externa en un ordenador. Éste se puede conectar con la placa a través de una red WiFi generada por la propia Raspberry Pi[®], lo que permite trabajar a distancia con la cámara y ver y modificar los diferentes parámetros de control en vivo desde cualquier ordenador que disponga de Matlab[®] y Simulink[®]. Estos programas son necesarios debido a que el diseño del control se ha realizado usando este software.



Figura 26: Microcontrolador Raspberry Pi 3B [17]

Es por tanto este dispositivo el encargado de gestionar toda la información proveniente del sensor de temperatura para poder posteriormente generar, en base al control PID, la señal PWM mencionada anteriormente que abre y cierra el circuito de alimentación de los tubos incandescentes mediante el relé de estado sólido.

Por último, con respecto a los elementos relacionados con la alimentación de la cámara térmica, hay principalmente dos tipos de dispositivos: los que funcionan a 220V con corriente alterna, como son por ejemplo los tubos incandescentes, y los que funcionan a 5V con corriente continua, que son los diferentes circuitos integrados mencionados anteriormente. Ante esta necesidad de generar dos voltajes diferentes, se incluye un pequeño transformador reutilizado de un cargador de un dispositivo móvil de 220/5V. Este tipo de transformadores son muy comunes hoy en día, pues los teléfonos móviles usan 5V como tensión nominal. Gracias a esto son muy fáciles de adquirir y son generalmente muy compactos, y además incluyen la parte de rectificación de onda necesaria para obtener corriente continua.

Para simplificar lo especificado en este apartado se incluye a continuación un esquema explicativo del conexionado de todos los elementos descritos anteriormente. Las líneas negras representan conexiones relacionadas con la alimentación y las líneas amarillas representan flujos de información entre elementos en forma de señales continuas de voltaje:



Figura 27: Esquema de montaje eléctrico y electrónico



Todos los componentes electrónicos quedan alojados de la siguiente forma:

Figura 28: Montaje electrónico

4.3.- Control automático

El control elegido para el control de la temperatura de la cámara térmica es un PID, un control proporcional, integral y derivativo. Un PID es un control automático sencillo y robusto ampliamente usado en la industria. Funciona especialmente bien con consignas de valor constante, como es el caso de esta cámara térmica, en la cual el objetivo es mantener la probeta a una temperatura constante determinada.

Para poder controlar un sistema es necesario identificar matemáticamente el sistema, la planta a controlar; y crear un lazo cerrado de información que permita al microcontrolador recibir información periódicamente de cómo avanzan las variables del sistema. En nuestro caso, la planta a identificar sería la evolución de la temperatura de la cámara al dar una consigna de potencia al actuador; y el lazo cerrado se consigue gracias al termopar, el cual envía información al control de cómo evoluciona la temperatura interior de la cámara, variable que queremos controlar.

Con respecto a la caracterización de la planta, hay diferentes métodos para obtener el modelo matemático de la cámara.

Uno de los métodos es obtener las ecuaciones físicas que rigen el sistema de manera teórica, pues conociendo la potencia de los tubos incandescentes y la conductividad térmica de los diferentes materiales aislantes, se puede calcular el flujo de calor que va a salir hacia el exterior y por tanto conocer la evolución de la temperatura interior. Este proceso es tedioso y hay que tener en cuenta todos los factores que intervienen en el proceso para obtener una planta fiable. Es por esta razón que este método se tiende a usar cada vez menos, pues requiere mucho trabajo para obtener una planta aceptable.

Otro método mucho más extendido es la caracterización de la planta de manera experimental. Este es el método que se ha escogido para calcular la planta de esta cámara térmica y se describe a continuación.

Lo primero es realizar un ensayo con la planta para obtener una respuesta ante un cambio en la referencia. Para ello, generalmente se pone un valor de referencia en el actuador, un valor medio concreto de la señal de PWM, el cual se cambia en un determinado momento a un valor diferente. De esta forma se consigue un cambio en la referencia en forma de escalón. Este cambio en la referencia genera un cambio en la evolución de la variable a controlar, en nuestro caso en la temperatura interior de la cámara, y esta evolución se graba con respecto al tiempo. De esta forma tenemos una respuesta del sistema ante un salto en la consigna del actuador y con esta información ya somo capaces de generar un modelo que responda de una manera muy similar al sistema real.

Para el modelado de la planta se ha utilizado el software Matlab[®], ya que todo el control del sistema se va a realizar entre este software y Simulink[®]. En concreto se ha usado la herramienta "pidtool" de Matlab[®], en la cual se pueden introducir los datos comentados anteriormente y obtener el modelo de la planta. Esta herramienta genera diferentes modelos con diferentes niveles de complejidad. Existe un compromiso en este punto entre precisión de la planta y complejidad del modelo. El objetivo es coger un modelo lo más simple posible pero que a su vez genere una respuesta suficientemente parecida a la del modelo real. Cuanto más preciso es el modelo de la planta, más preciso es el control, pero el aumento de complejidad hace que el sistema pueda ser más lento o que se necesite una capacidad de proceso mayor.

En el caso de la cámara térmica se ha escogido una planta de segundo orden, la cual responde a la siguiente ecuación:

$$\frac{\omega_n^2}{s^2 + 2 * \zeta * \omega_n * s + \omega_n^2}$$

Ecuación 1: Sistema de segundo orden.

Siendo ω_n la frecuencia natural del sistema y ζ el factor de amortiguamiento del sistema.

Para la caracterización de esta planta se ha realizado un ensayo de aumento de potencia de los tubos incandescentes desde el 25% de su potencia máxima hasta un 50% en forma de escalón y se ha monitorizado el aumento de temperatura obteniendo la siguiente gráfica de evolución:



Figura 29: Evolución de la planta física ante un escalón de potencia en el actuador

Tras esto se elimina el offset de la respuesta de la planta para poder utilizar la herramienta 'pidtool' y poder identificar el modelo de la planta física.



Figura 30: Respuesta de la planta física sin offset inicial



Figura 31: Identificación de la planta mediante la herramienta PIDTool de Matlab®

El código empleado para la identificación de la planta de la cámara térmica se incluye en el anexo C.

Con la planta identificada ya se puede generar el control PID. La herramienta "pidtool" de Matlab[®] también permite generar valores para el control a partir del modelo de planta generado previamente. Por comodidad se han escogido estos valores, pero cabe destacar que para controles avanzados o sistemas complejos se pueden calcular manualmente los valores del control para obtener una respuesta mucho más precisa.

El control se ha creado en formato discreto y responde a la siguiente ecuación:

$$P + I * T_s * \frac{1}{z - 1} + D * \frac{N}{1 + N * T_s * \frac{1}{z - 1}}$$

Ecuación 2: Control PID discreto con factor de filtrado.

Siendo P el parámetro de control proporcional, I el parámetro de control integral, D el parámetro de control derivativo y N el factor de control.

Los parámetros obtenidos son los siguientes:

Р	0.0143325917274885
I	0.000315546247587717
D	0.045626232550882
Ν	0.0480770280610043

Tabla 2: Valores de control PID

Por último, es importante destacar que, al ser un sistema real el que se controla, es necesario incluir la función de anti-windup para eliminar el posible error de seguimiento que se pueda generar por acumulación de error en la parte integral.

Con todos los elementos incluidos en el control, se obtienen los siguientes parámetros de funcionamiento y robustez del mismo:

Performance and Robustness			
	Tuned		
Rise time	107 seconds		
Settling time	377 seconds		
Overshoot	4.16 %		
Peak	1.04		
Gain margin	18.2 dB @ 0.0964 rad/s		
Phase margin	69.2 deg @ 0.0131 rad/s		
Closed-loop stability	Stable		

Figura 32: Parámetros de funcionamiento y robustez del control

5.- Ensayos y Metodología

Para la caracterización mecánica del adhesivo de estudio se realizaron tres tipos de ensayos: ensayo de tracción del adhesivo en masa, ensayo DCB (Double Cantilever Beam) de la unión adhesiva y ensayo de calorimetría diferencial de barrido. Estos tres ensayos permiten analizar en profundidad el comportamiento del polímero bajo diferentes situaciones para poder extrapolar posteriormente las conclusiones obtenidas a otros adhesivos epoxi.

A continuación, se expone en detalle el procedimiento seguido para cada uno de los tres tipos de ensayos realizados.

5.1.- Ensayo de tracción de adhesivo en masa

El ensayo de tracción consiste en realizar un estiramiento controlado de una probeta del material de estudio mediante una máquina de tracción universal. Este tipo de ensayo permite conocer una amplia variedad parámetros relacionados con el comportamiento mecánico del material. Algunos de estos parámetros pueden ser el límite elástico (Rp_{0.2}), la resistencia máxima (Rm), el módulo de Young (E) o el coeficiente de Poisson. En función de estos parámetros se puede clasificar un material como dúctil, frágil, tenaz...lo que nos permite ver el uso que se le puede dar.

En este proyecto, como se ha comentado anteriormente, el material de estudio es el adhesivo epoxi Sikadur30. Este adhesivo se forma al mezclar dos componentes que vienen en envases diferenciados para evitar el endurecimiento del mismo antes de tiempo. Los componentes se denominan A (blanco) y B (negro) según la hoja técnica del material y se mezclan en una proporción de ¾ de A y ¼ de B, generando una mezcla gris que es el adhesivo final. Esta mezcla tiene un tiempo de endurecimiento de entre 20 y 90 minutos, aunque el curado se completa varias horas después, lo que nos permite moldear el polímero antes de que se endurezca definitivamente.

La hoja técnica del material se adjunta en el anexo D, en la cual se puede encontrar más información acerca del comportamiento del adhesivo o de los tiempos de endurecimiento del mismo bajo diferentes condiciones.



Figura 33: Adhesivo Sikadur30 en su envase

Según la normativa UNE EN ISO 527-2_2012 [11], las probetas que se han de utilizar para este tipo de ensayo con polímeros son las probetas de hueso de perro, llamadas así por su característica forma similar a un hueso de perro. Como se muestra en las figuras 9 y 34, este tipo de probetas son anchas en los extremos y estrechas y de sección constante en el centro, lo que permite enganchar los extremos correctamente con las mordazas y generar la rotura del material en la parte central. En concreto usaremos las probetas de tipo 1B de la norma, cuyas dimensiones se muestran en la tabla 1.



Figura 34: Probeta de tracción de hueso de perro de tipo 1B

Para dar forma al adhesivo se fabricaron moldes de silicona usando patrones con la forma normalizada de las probetas. Estos patrones se colocaban en un recipiente y posteriormente se recubrían de silicona, la cual quedaba con el negativo necesario para generar probetas de adhesivo posteriormente. Una vez el molde estaba seco, se retiraba del recipiente y se podía utilizar como molde para las probetas de adhesivo.

El proceso de obtención de las probetas es el siguiente:

- Primero se encera el molde para evitar que el polímero se adhiera a la silicona, permitiendo así retirar las probetas de adhesivo cómodamente una vez estén endurecidas.
- En segundo lugar, se calcula el volumen necesario de adhesivo en función de la cantidad de probetas que se quieran preparar. A este volumen se le añade un 30% extra para suplir al adhesivo que quedará en los recipientes de mezcla. Con la densidad del adhesivo, podemos calcular la masa total necesaria y por tanto la masa que hay que mezclar de cada uno de los elementos. Una vez conocemos la cantidad a añadir de cada parte, se realiza la mezcla usando una balanza.
- Una vez mezclados ambos componentes, se introduce la mezcla en una manga pastelera para poder extender correctamente el adhesivo sobre los moldes de silicona y evitar así posibles defectos en las probetas.
- Una vez llenados los moldes, esperamos 24h a que el adhesivo se endurezca para retirar las probetas posteriormente.
- Por último, se mecanizan las probetas para eliminar la rebaba generada durante el moldeo. Este mecanizado se realiza usando una fresadora y una lija.



Figura 35: Moldes de silicona para la preparación de probetas



Figura 36: Proceso de moldeo de probetas tipo 1B





Figura 37: Desmoldeo de probetas de tipo 1B

Una vez las probetas han sido moldeadas y han curado a temperatura ambiente durante 24 horas, se les aplica un postcurado a una cierta temperatura durante dos horas. En este estudio, como uno de los objetivos es replicar el estudio realizado por Carbas [10], se realizan los mismos tratamientos térmicos: postcurados de dos horas a 40,55,70,100,120 y 140°C, para ver la influencia de éstos en las propiedades mecánicas del material.

Por último y tras el tratamiento térmico, se adhieren a las probetas galgas extensiométricas para poder medir las deformaciones longitudinales y transversales y poder calcular así el coeficiente de Poisson. Este coeficiente mide la relación que hay entre la deformación transversal y longitudinal en la zona elástica de un material al realizar un esfuerzo de tracción en la dirección longitudinal. Este coeficiente se define de la siguiente forma:

$$\mu = -\frac{\varepsilon_z}{\varepsilon_x}$$

Ecuación 3: Formulación del coeficiente de Poisson

Siendo μ el coeficiente de Poisson, ϵ z la deformación transversal en la zona elástica y ϵ z la deformación longitudinal en la zona elástica.

Una vez la probeta ha sido tratada térmicamente y equipada con galgas extensiométricas se puede realizar el ensayo de tracción. Para ello se utiliza el siguiente equipo: tarjeta de obtención de datos D4 para la medida de las microdeformaciones de las galgas extensiométricas, máquina de ensayos de tracción universal Elib-20 equipada con la célula de carga de 2kN, mordazas de tracción IB243, extensómetro longitudinal 3542-050M-050-ST de 50mm de longitud base y extensómetro longitudinal MFA-2 de 50mm de longitud base. La célula de carga es un dispositivo que permite medir la fuerza que aplica la máquina de tracción según va estirando la probeta y los extensómetros son dispositivos que permiten medir cómo se va elongando la probeta en la dirección longitudinal.



Figura 38: Célula de carga de 2kN de la máquina de tracción Elib-20



Figura 39: Extensómetro longitudinal 3542-050M-050_ST

De esta forma, la máquina de tracción estira la probeta a una velocidad determinada por la norma. Según la norma UNE EN ISO 527-2_2012 [11], el ensayo debe realizarse a una velocidad en mm/min de un 1% de la longitud base del extensómetro longitudinal utilizado, por lo que, en este estudio, la máquina de tracción estiraba las probetas a una velocidad de 0.5mm/min. Durante este estiramiento, todos los dispositivos de medida van registrando en tiempo real los valores medidos, por lo que podemos relacionar la fuerza ejercida por la máquina (medida por la célula de carga), con la elongación que sufre la probeta bajo este esfuerzo (medida por los extensómetros longitudinales y las galgas extensiométricas); creando así un gráfico de fuerza-elongación. Este gráfico se puede transformar en otro de tensión-deformación usando como datos el área de la sección media de la probeta y la longitud base del extensómetro usando las siguientes ecuaciones:

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad y \quad \varepsilon = \frac{\Delta L}{L}$$

```
Ecuación 4: Relación entre fuerza y tensión y entre elongación y deformación.
```

Siendo σ la tensión, F la fuerza, A el área de la sección, E la deformación, Δ L la elongación y L la longitud base del extensómetro.

Las gráficas obtenidas en este ensayo por lo general siguen el siguiente esquema:


Figura 40: Gráfico de tensión-deformación [18]

Como se puede apreciar en la figura 40, los materiales generalmente presentan dos zonas claramente diferenciadas: una zona elástica, en la cual la deformación es reversible, y una zona plástica, en la cual, se genera una deformación permanente. Es en estas gráficas donde se pueden calcular los diferentes parámetros que definen al material. Hay ciertos parámetros que se miden en la región elástica y otros en la región plástica. El módulo de Young se define como la relación entre tensión y deformación del material en la parte lineal:

$$\sigma = E * \varepsilon$$

Siendo σ la tensión, E el módulo de Young y E la deformación del material.

El límite elástico es el valor de tensión que marca el paso de la zona elástica a la zona plástica del material. Si se supera este valor de tensión, el material sufrirá una determinada deformación permanente.

Por último, la resistencia máxima es el valor máximo de tensión que es capaz de soportar el material. Si se sobrepasa este valor de resistencia durante la vida útil del material, éste se romperá, provocando un fallo estructural.

Todos estos valores son necesarios para poder caracterizar un material y comparar sus propiedades mecánicas con otros materiales. En este estudio, este tipo de ensayo permitirá analizar qué tratamiento térmico es el idóneo para mejorar las propiedades mecánicas del adhesivo Sikadur30[®].



Figura 41: Montaje para la realización de un ensayo de tracción con extensómetro y galgas extensiométricas.

5.2.- Ensayo DCB (Double Cantilever Beam)

El ensayo DCB (Double Cantilever Beam) o doble viga en voladizo es un ensayo de pelado que tiene como objetivo calcular la tasa de liberación de energía de un adhesivo en una unión. El objetivo es crear una grieta inicial en el adhesivo y calcular la energía necesaria para que ésta se propague a lo largo de la unión.

En la figura 11 se muestra el esquema de una probeta de ensayo DCB. Para preparar este tipo de probetas se realizan los siguientes pasos:

- En primer lugar, se preparan los adherentes. En nuestro caso se usa aluminio endurecido por precipitación y se cortan láminas de 200x25x6 mm.
- A continuación, se realizan con cuatro agujeros roscados en uno de los extremos de cada lámina para poder roscar posteriormente el adaptador que permita ejercer el esfuerzo de tracción en uno de los extremos de la probeta.
- Tras esto, se prepara la superficie donde se va a adherir el material. Como se comentará a continuación, se desea tener una rotura cohesiva y no adhesiva, por lo que se hacen dos tratamientos superficiales al aluminio para mejorar su adhesión al polímero. En primer lugar, se chorrea la superficie para aumentar la rugosidad de la misma, de manera que se consigue aumentar el área de contacto entre aluminio y adhesivo y por tanto mejorar la adhesión.; y, en segundo lugar, se silaniza la superficie para generar un enlace químico entre el adherente y el adhesivo, fortaleciendo así enormemente la unión. El proceso de silanizado consiste en generar una capa de silano sobre el aluminio mediante la inmersión del mismo en una solución de silano y un postcurado de esta capa a 93ºC durante una hora.

 Por último, se crea una unión entre dos adherentes usando una lámina de adhesivo. Para mantener un espesor uniforme se colocan unos alambres de cierto diámetro en los extremos de la probeta, para asegurar así una capa de grosor constante de adhesivo. En este estudio se usa alambre de 1mm de diámetro.

Tras este proceso, las probetas se dejan a temperatura ambiente con un peso encima durante 24 horas para que el adhesivo se endurezca correctamente y asegurar que se obtiene el espesor requerido.



Figura 42: Probetas DCB en fase de curado

Una vez transcurrido ese tiempo, se realizan los diferentes postcurados para estudiar la variación de energía necesaria para generar la grieta. Tras los postcurados se enroscan los adaptadores para la máquina de tracción y se añade una regla en el lateral que permita ir controlando el avance de la grieta durante el ensayo.

Con las probetas listas, se procede a realizar el ensayo, el cual consiste en generar un pelado de los adherentes para generar una grieta que avance por el adhesivo. Es importante que esta grieta se genere en el propio adhesivo, generando así una fractura cohesiva, y no entre el adhesivo y el adherente, generando una fractura adhesiva; pues no estaríamos calculando la energía necesaria para fracturar el adhesivo, sino la energía necesaria para producir un despegado entre adhesivo y adherente. Es por esta razón por la que se hace un tratamiento superficial tan profundo, pues queremos que la unión sea más resistente que el propio adhesivo.

Según la norma ISO 25217 [19], el ensayo se puede dividir en dos partes: la generación de la pregrieta y el ensayo propiamente dicho. En la primera parte, se realiza un esfuerzo de tracción en uno de los extremos hasta generar una grieta que llegue hasta los 35 mm de la regla lateral. A continuación, se vuelve a la posición inicial y se empieza el ensayo. Este ensayo según la norma se tiene que realizar a una velocidad de entre 0.5 y 1 mm/min y el objetivo es ir apuntando la fuerza realizada por la máquina y la carrera de

la misma en diferentes puntos de avance de la grieta. Hay que tomar estos datos desde los 35 mm hasta los 135 mm de avance de la grieta cada 5 mm.

Por lo general un ensayo de este tipo genera una gráfica similar a la que se muestra a continuación:



Figura 43: Gráfica de fuerza-carrera de un ensayo DCB [19]

Como se puede apreciar en la imagen, al inicio la fuerza que tienen que realizar la máquina es mayor y luego va decreciendo pues la superficie que sigue adherida va siendo cada vez menor, y por tanto va soportando cada vez menos fuerza.



Figura 44: Probeta DCB antes y después de ser ensayada.

Una vez rota la probeta es importante realizar una inspección visual de la rotura, para comprobar que ésta ha sido cohesiva y que no había defectos en la lámina de adhesivo.

3.3.- Ensayo de calorimetría diferencial de barrido

Este ensayo se usa principalmente para calcular la temperatura de transición vítrea de un material. El objetivo es ir aumentando la temperatura a un ritmo constante. Para ello el equipo va aportando o quitando energía en función de la reacción que esté ocurriendo en la probeta, si se produce una reacción endotérmica en el polímero, el equipo aporta energía en forma de calor; y si se produce una reacción exotérmica el equipo retira la energía necesaria para que la temperatura de la probeta aumente al ritmo especificado.

El equipo utilizado para este ensayo es el DSC822 de Mettler Toledo, el cual utiliza en paralelo el enfriador TC100 de Huber y nitrógeno líquido para poder hacer barridos de temperatura desde -80ºC hasta 300ºC.



Figura 45: Equipo de ensayo de calorimetría diferencial de barrido DSC822

Las probetas que utiliza este equipo son pequeñas cápsulas metálicas que pueden almacenar entre 5 y 15 mg del polímero de estudio. Estas probetas se preparan con polvo de restos de probetas de ensayos de tracción que ya han sido ensayadas, de forma que se reutiliza el material ensayado.



Figura 46: Región de ensayo del equipo DSC822 con probeta de referencia.

Como se puede apreciar en la imagen anterior, el equipo tiene dos zonas en las que posicionar cápsulas para el ensayo. A la derecha se encuentra una cápsula de referencia que está vacía, no tiene ningún polímero dentro y se usa como referencia para la realización del ensayo. A la izquierda hay un segundo hueco para colocar la probeta a ensayar.

Un ensayo de este tipo suele aportar gráficas del estilo a la que se muestr a continuación, gráfica en la cual se puede apreciar una ligera caída de la energía que el equipo está aportando a la muestra a unos 80°C, lo que muestra que se ha producido una transición vítrea en el polímero de estudio.



Figura 47: Ejemplo de gráfico de ensayo de calorimetría diferencial de barrido [20]

El objetivo de este ensayo será estudiar si existe una variación de la temperatura de transición vítrea del adhesivo Sikadur30[®] al realizar los diferentes postcurados propuestos en el apartado de ensayo de tracción. Como se comentó en el apartado de revisión del estado del arte, la temperatura de transición vítrea es la temperatura a la cual el polímero deja de tener un comportamiento estructural y pasa a tener un comportamiento viscoelástico, algo peligroso para una estructura, pues podría provocar un fallo estructural. Aumentar la Tg es algo vital en la prevención de incendios, pues permitiría al polímero mantener un comportamiento estructural durante más tiempo.

5.4.- Ensayos a alta temperatura

Uno de los objetivos de este proyecto es replicar de la forma más cercana posible el comportamiento del adhesivo durante un incendio y para ello era necesario realizar ensayos a altas temperaturas. Por esta razón se diseñó la cámara térmica de la que se habla en el apartado 2.

El objetivo es realizar ensayos de tracción y ensayos DCB a altas temperaturas para poder analizar el comportamiento del adhesivo al encontrarse en un punto cercano al foco de calor. Para realizar estos ensayos se seguirán los mismos procedimientos comentados anteriormente, pero en esta ocasión se realizarán los ensayos en el interior de la cámara térmica a diferentes temperaturas.

Para que los ensayos sean satisfactorios, se incluye en el procedimiento habitual unos tiempos de espera entre ensayo y ensayo que permitan al control volver a estabilizar la temperatura. Este paso se realiza cada vez que es necesario abrir la compuerta delantera del horno, pues a altas temperaturas, las pérdidas de calor son importantes y es

necesario que el control actúe durante unos minutos para devolver la estabilidad térmica al entorno de ensayo.



Figura 48: Ensayo de tracción realizado a alta temperatura

Otro de los objetivos de este proyecto es replicar el estudio realizado por Carbas [10], en el cual se expone que al realizar un curado de 120ºC a las probetas de adhesivo se conseguía aumentar la Tg hasta los 120ºC. Por esta razón y teniendo en cuenta que según la hoja técnica la Tg del adhesivo a temperatura ambiente es de 62ºC, se han elegido dos altas temperaturas para realizar los ensayos: 65ºC, una temperatura algo superior a la Tg del adhesivo base, para verificar que el adhesivo curado es mucho más resistente que el base en esas condiciones; y 90ºC, una temperatura alta fácilmente alcanzable en un incendio que nos permita conocer si realmente este adhesivo puede ser usado en edificios tras un cierto tratamiento térmico.

6.- Resultados

Como se ha comentado en varias ocasiones, uno de los objetivos principales del proyecto era reproducir el ensayo llevado a cabo por Carbas [10] y su equipo con el adhesivo Sikadur30[®]. Para ello se han llevado a cabo ensayos de tracción a temperatura ambiente con probetas que han sido preparadas siguiendo los mismos tratamientos térmicos. Los resultados se muestran a continuación.

Evolución de la resistencia máxima 35 30 25 Rm (MPa) 20 15 10 5 0 RT 40 55 70 100 120 140 Temperaturas de postcurado

La resistencia máxima de las probetas ha sido la siguiente:

Se puede apreciar que según aumentamos la temperatura de postcurado, la resistencia máxima va aumentando al igual que en el estudio de referencia, pero encontramos una primera diferencia importante, y es que no obtenemos el valor máximo de resistencia a los 120°C y luego observamos una caída de resistencia a los 140°C como mostraba Carbas en su estudio [10], sino que obtenemos valores de resistencia prácticamente iguales, los cuales no tienen diferencias significativas.

Otra diferencia que encontramos es que en el estudio de referencia obtenían resistencias máximas cercanas a los 50 MPa, mientras que en este caso se obtienen valores de resistencia máxima que apenas llegan a la mitad, en torno a los 25 MPa. Además, los resultados que aportan en el estudio tienen desviaciones típicas muy pequeñas y en los experimentos que se han llevado a cabo se han apreciado varianzas en los resultados muy grandes.

Aun así, si se realiza un análisis ANOVA de los resultados obtenidos, bajo un nivel de significación del 5% se obtiene que existen diferencias significativas entre las resistencias máximas de las probetas con diferentes postcurados.

Figura 49: Evolución de la resistencia máxima del adhesivo Sikadur30® según la temperatura de postcurado

ANOVA Table					
Source	SS	df	MS	F	Prob>F
Groups	515.47	6	85.9112	3.67	0.0119
Error	491.12	21	23.3866		
Total	1006.59	27			
IOUAL	1006.59	21			

Figura 50: Tabla ANOVA de la resistencia máxima en función de los diferentes grupos de postcurado

Con respecto al módulo de Young de estas probetas, los resultados obtenidos han sido los siguientes:



Figura 51: Evolución del módulo de Young del adhesivo Sikadur30® según la temperatura de postcurado

ANOVA Table					
Source	SS	df	MS	F	Prob>F
Groups	4.63242e+07	6	7.7207e+06	0.57	0.7523
Error	2.86295e+08	21	1.36331e+07		
Total	3.32619e+08	27			

Figura 52: Tabla ANOVA del módulo de Young en función de los diferentes grupos de postcurado

Los resultados obtenidos muestran que no hay diferencias significativas en el módulo de Young entre los diferentes grupos de postcurado. Al contrario que en el estudio de Carbas, no se aprecia ninguna tendencia ascendente del módulo de Young al aumentar la temperatura de curado y los valores obtenidos se encuentran en torno a los 10 GPa, valores mucho menores que los del estudio de referencia.

Una medida que se tomó en este proyecto y no en el de referencia fue el coeficiente de Poisson. Gracias a las bandas extensiométricas de las probetas pudimos medir este coeficiente en su zona elástica obteniendo los siguientes resultados:



Figura 53: Evolución del coeficiente de Poisson del adhesivo Sikadur30[®] según la temperatura de postcurado

Como se aprecia, esta propiedad del adhesivo tampoco sigue ninguna tendencia concreta, y es que no hay diferencias significativas entre los diferentes grupos de probetas.

Para acabar con la reproducción del estudio de Carbas se analizó cómo evolucionaba la temperatura de transición vítrea al realizar diferentes los diferentes postcurados al adhesivo. Este estudio se realizó usando el ensayo de calorimetría diferencial de barrido, en el cual se realizaros dos barridos desde -10°C hasta 100°C. El primer barrido se utiliza para eliminar el historial térmico del adhesivo y eliminar las entalpías de relajación del polímero; y tras este primer barrido se realiza el segundo en el cual se toman los valores de Tg. Cabe destacar que el equipo da dos puntos de medida de Tg, la temperatura a la cual se inicia la transformación del polímero (onset) y la temperatura media del proceso (midpoint). Los resultados obtenidos son los siguientes:



Figura 54: Evolución de la Tg del adhesivo Sikadur30[®] según la temperatura de postcurado

Se puede apreciar en todas las medidas realizadas una ligera tendencia de la Tg a aumentar al aumentar la temperatura del postcurado de las probetas. En concreto, si nos fijamos en la temperatura media del segundo barrido (curva azul), se puede apreciar un aumento de la Tg de aproximadamente 10°C con respecto a la Tg del adhesivo a temperatura ambiente. Aun así, aunque se aprecia una tendencia ascendente, los resultados no se acercan en absoluto a los propuestos por Carbas en su estudio, según el cual, al realizar un postcurado a 120°C se obtenía una Tg de 120°C, casi el doble del valor obtenido al realizar los ensayos.

Ante estas diferencias tan significativas entre ambos estudios, se planteó que las probetas utilizadas en este proyecto no se hubiesen postcurado correctamente durante las dos horas de tratamiento térmico, por lo que se analizó si un tiempo de curado superior variaría las propiedades mecánicas del adhesivo y acercaría los resultados a los del estudio de Carbas. Para ello se utilizó como muestras probetas postcuradas a 120°C durante 2 horas, 5 horas y 23 horas y se estudió su comportamiento mecánico y su Tg. Los resultados obtenidos son los siguientes:



Figura 55: Evolución de la resistencia máxima del adhesivo Sikadur30[®] según el tiempo de postcurado



Figura 56: Evolución del módulo de Young del adhesivo Sikadur30[®] según el tiempo de postcurado



Figura 57: Evolución de la Tg del adhesivo Sikadur30® según el tiempo de postcurado

Como se aprecia en las tres figuras anteriores, no hay diferencias significativas entre los diferentes tiempos de curado en ninguna de las tres propiedades evaluadas del adhesivo, por lo que realizar un postcurado de dos horas ya asegura que la probeta en su totalidad está tratada térmicamente.

Por último, y para finalizar con los ensayos realizados a temperatura ambiente, se realizaron ensayos DCB con probetas postcuradas a temperatura ambiente y con probetas postcuradas a 120°C, para ver cómo varía la tasa de liberación de energía con los diferentes tratamientos térmicos. Los resultados son los siguientes:



Figura 58: Evolución de la tasa de liberación de energía del adhesivo Sikadur30[®] según la temperatura de postcurado

En este caso se aprecia que hay una diferencia significativa entre ambos grupos y que en el caso de las probetas postcuradas a 120ºC la tasa de liberación de energía es menor, lo que indica que el material es más frágil. Es un resultado esperable y que cuadra con los anteriores, pues al aumentar la resistencia con el postcurado, también hacemos más frágil el material, un comportamiento muy común en materiales estructurales.

Una vez finalizados los resultados de los ensayos a temperatura ambiente, se realizaron ensayos de tracción a alta temperatura para analizar el comportamiento del adhesivo al encontrarse en un edificio ardiendo. Se realizaron dos tipos de ensayo a alta temperatura, a 65°C y a 90°C. Los resultados obtenidos son los siguientes:



Figura 59: Evolución de la resistencia máxima del adhesivo Sikadur30[®] a alta temperatura



Figura 60: Evolución del módulo de Young del adhesivo Sikadur30[®] a alta temperatura

Se puede apreciar que realizando el ensayo a cualquier temperatura, las probetas postcuradas a 120°C siempre tienen una mayor resistencia que las que no tienen tratamiento térmico posterior, pero la resistencia en ambos tipos de probetas tiende a caer según aumenta la temperatura. Lo más llamativo de estos resultados es que el módulo de Young cae de manera repentina al realizar el ensayo a temperatura, lo que nos indica que a 65°C el adhesivo independientemente del tratamiento térmico pierde sus propiedades estructurales y tiene un comportamiento viscoelástico. Por tanto las Tgs identificadas en el DSC son ligeramente mayores a las reales, pues tanto las probetas postcuradas a 120°C como las que no tienen tratamiento térmico posterior pierden toda rigidez a partir de esa temperatura.

7.- Conclusiones

Como se ha visto en el apartado anterior, los resultados obtenidos se alejan mucho de los propuestos por Carbas en su estudio por lo que la primera conclusión es que su estudio no es reproducible. Cierto es que el estudio se llevó a cabo en Portugal, una región de la península mucho más cercana a la costa, por lo que los niveles de humedad son mucho mayores que los de Madrid, algo que podría afectar a los resultados, pues en este proyecto no se ha tenido en cuenta el factor de humedad relativa. Aun así, una de las conclusiones importantes de este proyecto es que, con un postcurado a una temperatura entre 120ºC y 140ºC, conseguimos generar enlaces secundarios en el polímero que lo hacen más resistente y aumentan ligeramente su temperatura de transición vítrea. Esto permite retardar el colapso de una estructura en caso de incendio en torno a un 15%, pues todas las propiedades mecánicas mejoran en torno a ese porcentaje excepto la tenacidad a fractura. Al conseguir que el material sea más resistente, lo fragilizamos, algo a tener en cuenta. Aun así, es recomendable aplicar el postcurado, pues el aumento de la resistencia del mismo es mucho más importante en un incendio que la tasa de liberación de energía, pues al estar a una temperatura alta el adhesivo tendería a tener un comportamiento viscoelástico y no tendería a fracturarse.

En segundo lugar, hay que destacar que independientemente del postcurado que demos al adhesivo, éste no está preparado para soportar cargas a partir de los 65ºC, pues deja de tener un comportamiento estructural. Es necesario desarrollar más este estudio para poder encontrar algún método que aumente más todavía la Tg del adhesivo.

Por otro lado, hay que destacar que el adhesivo se comporta de manera extraña, pues probetas que se han fabricado de la misma forma y se les ha aplicado los mismos tratamientos térmicos, tenían comportamientos muy diferentes en ocasiones. Esto se ha visto reflejado en la varianza de resultados. Las desviaciones típicas de la gran mayoría de resultados eran muy amplias. Además, el material es muy viscoso antes de curar, lo que provoca que se generen muchos defectos en las probetas como poros y burbujas. Por estas dos razones, creo que es necesario automatizar el proceso de fabricación de probetas para poder eliminar así el error humano que conlleva crear una a una las probetas. El proceso propuesto consistiría en fabricar una única plancha grande de adhesivo de espesor uniforme mediante el uso de una prensa, y cortar posteriormente mediante el uso de una máquina de corte por control numérico, probetas de menor tamaño al usado en este proyecto, para reducir así la probabilidad de encontrar un defecto en una probeta.

Por último, destacar que el control PID es un control suficientemente bueno para la realización de ensayos a temperatura constante, aunque es aconsejable usar un control con amortiguamiento crítico y no subamortiguado para no sobrepasar la temperatura de consigna a la hora de establecer la temperatura. Aun así, considero necesario crear un control adaptativo que sea capaz de variar la planta a controlar en función del rango de temperaturas de trabajo, pues a mayor temperatura, mayores son las pérdidas y la cámara térmica debería adaptar su funcionamiento. Otra posible mejora sería modificar el control automático para que no solo pudiese llevar a cabo ensayos a una temperatura

estable, sino que pudiese realizar ensayos de temperatura variable, en los cuales la temperatura aumentase a un determinado ritmo, similar al aumento de temperatura en un incendio.

8.-Referencias

- [1] W. D. C. y. D. G. R. Retwisch, «Ciencia e Ingeniería de Materiales,» de *Ciencia e Ingeniería de Materiales*, Editorial Reverté, 2011, p. 526.
- [2] M. C. M. B. &. L. d. S. G. Viana, «Behavior of environmentally degraded epoxy,» *The Journal of Adhesion*, 2016.
- [3] D. n. R. Sean A.Lineham, «Structuralresponseof fire-exposedcrosslaminatedtimberbeams,» *FireSafetyJournal*, 2016.
- [4] ASTM International, «Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics,» [En línea]. Available: http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?D638-02.
- [5] ICAI. Departamento de ingeniería de materiales., «Tema 7. Mecánica de la fractura,» Madrid, 2017.
- [6] Converzar, «MODOS DE FALLO EN ADHESIVOS,» Converzar, 1 04 2019. [En línea]. Available: https://converzar.com/modos-de-fallo-en-adhesivos/. [Último acceso: 14 07 2019].
- [7] A. DeWolf, «How to Perform an Adhesive Lap Joint Shear Strength Test ASTM D1002,» ADMET. Material Testing System Manufacturer, 2010 07 13. [En línea]. Available: https://www.admet.com/how-to-perform-an-adhesive-lap-joint-shear-strength-test-astm-d1002/. [Último acceso: 01 2019].
- [8] K. J. N. K. D. &. G. A. James K. Strozier, «Tensile and shear stresses induced in adhesive shear test specimen,» *Journal of Adhesion Science and Technology*, 2015.
- [9] L. A. a. A. R. da Silva, Handbook of Adhesion Technology, 2011.
- [10] E. A. S. M. L. F. M. d. S. A. M. L. R. J. C. Carbas, «Effect of Cure Temperature on the Glass Transition Temperature and Mechanical Properties of Epoxy Adhesives,» *The Journal of Adhesion*, 2014.
- [11] AENOR, Plásticos. Determinación de las propiedades en tracción. Parte 2: Condiciones de ensayo de plásticos para moldeo y extrusión., 2012.
- [12] ISOVER, «Isover Climaver Neto,» Isover, [En línea]. Available: https://www.isover.es/productos/climaver-neto. [Último acceso: 20 06 2019].

- [13] Shoptrónica S.L., «Shoptrónica,» [En línea]. Available: https://www.shoptronica.com/curiosidades-tutoriales-y-gadgets/4517-que-espwm-y-como-funciona-0689593953254.html. [Último acceso: 2019 06 23].
- [14] A. Raj, «What is PWM: Pulse Width Modulation,» Circuit Digest, 19 09 2018. [En línea]. Available: https://circuitdigest.com/tutorial/what-is-pwm-pulse-widthmodulation. [Último acceso: 05 2019].
- [15] Grove, «SSTECYT Grove High Temperature Sensor».
- [16] Iberobotics, «Arduino Nano V3.0 ATmega328 5V 16Mhz (compatible),» Iberobotics, [En línea]. Available: https://www.iberobotics.com/producto/arduino-nano-v3-0-atmega328-5v-16mhz-compatible/. [Último acceso: 05 2019].
- [17] Amazon, «Raspberry Pi 3 Model B Tarjeta de Desarrollo 1200 MHz Placas de Desarrollo (1200 MHz, 1 GB, LPDDR2, MicroSD (TransFlash), 802.11b,802.11g,Wi-Fi 4 (802.11n), Ethernet rápido),» [En línea]. Available: https://www.amazon.com.mx/Modelo-Raspberry-Pi-Placa-Base/dp/B01CD5VC92. [Último acceso: 05 2019].
- [18] MECA, «DIAGRAMA ESFUERZO DEFORMACIÓN UNITARIA,» 27 11 2011. [En línea]. Available: http://mecatronica4b.blogspot.com/2011/11/diagramaesfuerzo-deformacion-unitaria.html. [Último acceso: 05 2019].
- [19] ISO, «Adhesives-Determination of the mode 1 adhesive fracture energy of structural adhesive joints using double cantilever beam and tapered double cantilever beam specimens.». Patente ISO 25217, 01 05 2009.
- [20] Mettler Toledo, «Calorimetría diferencial de barrido (DSC),» [En línea]. Available: https://www.mt.com/mx/es/home/library/on-demand-webinars/lab-analyticalinstruments/DSC_TA.html. [Último acceso: 06 2019].
- [22] E.D.ReedyJr., «Cohesive zone finite element analysis of crack initiation from a butt joint's interface corner,» *International Journal of Solids and Structures*, vol. 51, pp. 4336-4344, 2014.
- [23] Mecmesin, «Tensile Strength Capability Statements,» Mecmesin, 2019. [En línea]. Available: https://archive.mecmesin.com/tensile-strength-capabilitystatements. [Último acceso: 01 2019].





Anexo B: Código empleado en microcontrolador Arduino[®] Nano

```
#include <Wire.h>
#include "High_Temp.h"
HighTemp ht(A0, A1);
float valor =0;
unsigned int ultimaEntrada=0;
void setup()
{
 ht.begin();
 pinMode(9,OUTPUT);
 Serial.begin(9600);
 Wire.begin(8);
                        // join i2c bus with address #8
 Wire.onRequest(requestEvent); // register event
}
void loop()
{
delay(1000);
}
void requestEvent()
{
 Serial.println(ht.getThmc());
 Serial.print("Valor enviado: ");
 valor= ht.getThmc();
 byte * b = (byte *) &valor;
 Wire.write(b,4);
}
```

Anexo C: Código empleado para la identificación de la planta de la cámara térmica en el microcontrolador Arduino[®] Nano

```
#include <Wire.h>
#include "High_Temp.h"
HighTemp ht(A0, A1);
float valor =0;
unsigned long ultimaEntrada=0;
boolean ensayo = true;
void setup()
{
 ht.begin();
 pinMode(9,OUTPUT);
 Serial.begin(9600);
}
void loop()
{
 int mando;
 if(millis()<100000){
  mando=64;
 }else if(millis()<600000){</pre>
  mando=127;
 }else{
  ensayo=false;
  mando= 64;
 }
 analogWrite(9,mando);
 if(millis()-ultimaEntrada>500 && ensayo){
  ultimaEntrada = millis();
  if(mando==64){Serial.print(25);}
  if(mando==127){Serial.print(50);}
  Serial.print(", ");
  Serial.print(ht.getThmc());
  Serial.println(";");
 }
}
```

Anexo D.- Hoja técnica del adhesivo Sikadur30®

Hoja técnica de producto Edición 18/02/2015 N° de identificación: 01 04 03 01 001 0000001 Sikadur[®] 30

Sikadur[®] 30

Adhesivo epoxi para refuerzos de láminas de fibra de carbono CarboDur[®].

	Sikadur[®] 30 es un adhesivo estructural bicomponente, tixotrópico, libre de solventes, basado en una combinación de resinas epóxicas y filler especial, diseñado para uso a temperaturas normales entre +8°C y +35°C				
Usos	Adhesivo para pegar refuerzos estructurales, incluyendo:				
	Láminas Sika [®] Carbodur [®] a hormigón, albañilería y madera (para detalles y fichas técnicas de láminas Sika [®] Carbodur [®] y el Método de Aplicación "Sik Carbodur [®]				
	Flejes y lámin	as de acero a hormigón			
Características/Ventajas	Sikadur [®] 30 tiene Fácil de mezo No requiere in Alta resistenci Muy buena ao aluminio, mao Su endurecim Elevada resis Tixotrópico: n	las siguientes ventajas: clar y aplicar nprimante dherencia al hormigón, albañilería, piedra, acero, hierro fundido, lera y láminas de acero Sika[®] Carbodur[®] iiento no es afectado por la alta humedad. tencia adhesiva.			
	 Libre de solventes. Endurece sin retracción. Diferente color de ambos componentes (para control de mezclado). Elevada resistencia mecánica inicial y final. Altas resistencias a la abrasión y al impacto. Impermeable a líquidos y vapor de aqua. 				
Aprobaciones / Estándares	Deutsches Institut Authorisation for S IBMB, TU Bra Sikadur® 30 F IBMB, TU Bra 41 Epoxy mor of steel plates Ensayado de	 Peutsches Institut für Bautechnik Z-36.12-29, 2006: General Construction Authorisation for Sika[®] Carbodur[®] IBMB, TU Braunschweig, test report No. 1871/0054, 1994: Approval for Sikadur[®] 30 Epoxy adhesive. IBMB, TU Braunschweig, test report No. 1734/6434, 1995: Testing for Sikadu 41 Epoxy mortar in combination with Sikadur[®] 30 Epoxy adhesive for bondin of steel plates. Ensayado de acuerdo a norma EN 1504-4 			
Datos del producto	Parte A Parte B	: blanco : negro			



	Parte A+B mezclado : gris					
Presentación	Juego de 5 kg.					
Condiciones de almacenamiento / Conservación	24 meses desde la fecha de fabricación en sus envases de origen bien cerrados y no deteriorados, en condiciones secas a temperaturas entre +5°C y +30°C. Proteger de la acción directa del sol.					
Datos Técnicos						
Base Química	Resina epóxica.					
Densidad	1,65 kg/l + 0,1 kg/l (partes A+B mezcladas) (at +23°C)					
Consistencia	Sobre superficies verticales no escurre en un espesor de 3 a 5 mm. (De acuerdo a FIP (Fédération Internationale de la Précontrainte))					
Extrusión	4.000 mm a +15°C a 15 kg (De acuerdo a FIP (Fédération Internationale de la Précontrainte))					
Espesor por capa	30mm máximo Cuando use varias unidades, una después de la otra. No mezcle la unidad siguiente hasta que la anterior se haya utilizado para evitar una reducción en el tiempo de manipulación.					
Cambio de volumen	Retracción : 0,04% (De acuerdo a FIP (Fédération Internationale de la Précontrainte))					
Coeficiente de expansión térmica	Coeficiente W : 9 x 10-5 por °C (rango de temperatura de –10°C a +40°C)					
Estabilidad térmica	Temperatura de transició (De acuerdo a FIP (Fédé Tiempo de curado 7 días	on vítrea (TG): eration Internationale Temperatura +45°C	e de la Précontrainte)) TG +62°C			
	(De acuerdo a ASTM-D é Tiempo de curado 3 horas 6 horas 7 días 7 días	Cion por calor (HD1 548) Temperatura +80°C +60°C +35°C +10°C): HDT +53°C +53°C +53°C +36°C			
Temperaturas de servicio	-40°C a 45°C (curado a 23°C)					
Propiedades Físicas / Mecánicas						
Resistencia a compresión	(De acuerdo a EN 196) Tiempo de curado 12 horas	+10°C 	+35°C 80 – 90 N/mm2			
	1 día	50 – 60 N/mm2	85 – 95 N/mm2			
	3 días	65 – 75 N/mm	85 – 95 N/mm2			
	7 días	70 – 80 N/mm2	85 – 95 N/mm2			
	Falla en hormigón (~15 N/mm2) (De acuerdo a FIP 5.15)					
Resistencia al corte	Tiempo de curado 1 día	+15°C 3 – 5 N/mm2	+35°C 15 - 18 N/mm2			

	3 días	13 – 16 N/mm2	16 – 19 N/mm2				
	7 días	14 – 17 N/mm2	16 – 19 N/mm2				
	18 N/mm (7 días, 23°C)	(De acuerdo a DIN	53283)				
Resistencia a tracción	Tiempo de curado 1 día	+15°C 18 – 21 N/mm2	+35°C 23 – 28 N/mm2				
	3 días	21 – 24 N/mm2	25 – 30 N/mm2				
	7 días	24 – 27 N/mm2	26 – 31 N/mm2				
Resistencia de adherencia	En acero > 21 N/mm (valores medios > 30 N/mm) (De acuerdo a DIN EN 24624) sobre substrato correctamente preparado, es decir, tratado según Sa. 2.5. En hormigón sobre sustrato correctamente preparado (de acuerdo a Fédération Internationale de la Précontrainte): falla del hormigón (>4 N/mm2).						
	Compresión: 9.600 N/mm2 (23°C) (De acuerdo a ASTM D 695)						
	Tracción: 11.200 N/mm2 (23°C) (Inicial, de acuerdo a ISO 527)						
Información del sistema							
Estructura del sistema	Para detalles de aplicación de las pletinas Sika[®] Carbodur[®] con Sikadur[®] 30 , ver la ficha técnica del producto Sika[®] Carbodur[®] y el Método de Aplicación " Sika[®] Carbodur[®] ".						
Detalles de aplicación							
Calidad del substrato	Consulte el Método de Aplicación "Sika [®] Carbodur [®]						
Preparación del substrato	Consulte el Método de Aplicación "Sika [®] Carbodur [®]						
Condiciones de Aplicación / Limitaciones							
Temperatura del substrato	+8°C mín. / +35°C máx.						
Temperatura ambiente	+8°C mín. / +35°C máx.						
Temperatura material	Sikadur [®] 30 debe ser aplicado a temperaturas entre +8°C y +35°C						
Humedad del substrato	Máximo 4% en peso. Cuando aplique sobre el hormigón húmedo, aplique con brocha fuertemente el adhesivo sobre el sustrato.						
Punto de rocío	Cuidado con la condensación La temperatura ambiente durante el uso debe ser por lo menos 3°C sobre el punto de condensación (rocío).						
Instrucciones de Aplicación							
Mezclado	Parte A : parte B = 3 : 1 (en peso o volumen))				

	Al usar el material a pesando y dosificano	granel se debe proc do cada componente	urar mantener la 9.	razón de mezcla exacta			
Tiempo de mezclado	Unidades pre-envasadas: Mezcle las partes A+B juntas al menos 3 minutos con un mezclador unido a un taladro eléctrico de velocidad reducida (máximo 600 RPM) hasta que el material logre consistencia homogénea y un color gris uniforme. Evite la incorporación de aire mientras se mezcla. Luego, vierta la mezcla en un envase limpio y revuelva otra vez por aproximadamente 1 minuto más a velocidad baja para evitar incorporación de aire. Mezcle solamente la cantidad que se pueda utilizar dentro de su potlife. Envasado a granel: Primero, revuelva cada componente por separado. Agregue los componentes en las proporciones exactas en un recipiente y revuelva correctamente con un mezclador eléctrico de baja velocidad como se indicó arriba para las unidades pre-envasadas.						
Método de aplicación / Herramientas	Consulte el Método de Aplicación " Sika[®] Carbodur[®]						
Limpieza de las herramientas	Limpie todas las herramientas y equipos de aplicación con Sika[®] Thinner inmediatamente después de su uso. El producto curado / endurecido sólo puede ser removido mecánicamente.						
Pot-life	(De acuerdo to FIP (Temperatura	Fédération Internatio +8°C	onale de la Préco +20°C	ntrainte)) +35°C			
	Potlife	~120 min	~90 min	~20 min			
	Tiempo abierto	~150 min	~110 min	~50 min			
	El potlife comienza cuando se mezclan la resina y el endurecedor. Es más corto a						
	altas temperaturas y	Itas temperaturas y más largo a bajas temperaturas. Cuanto mayor la cantidad					
	mezclada, más corto es el potlife. Para obtener una trabajabilidad más es a altas temperaturas, el adhesivo mezclado se puede dividir en porciones.						
	método es enfriar las partes A+B antes de mezclarlas (nunca bajo +5°C).						
Notas sobre la aplicación / limitaciones	Las resinas Sikadur [®] están formuladas para tener baja fluencia bajo carga permanente. Sin embargo, debido al comportamiento en fluencia de todos los materiales poliméricos bajo carga, la carga de diseño estructural a largo plazo debe considerar la fluencia. Generalmente la carga de diseño estructural a largo plazo debe ser menor que 20%-25% de la carga de falla. Por favor, consulte un ingeniero estructural para el cálculo de cargas de su aplicación específica.						
Valores base	Todos los datos que se indican en esta Hoja Técnica, están basados en ensayos de laboratorio. Las mediciones en obra de estos datos pueden variar debido a circunstancias más allá de nuestro control.						
Restricciones Locales	Observe, por favor, que como resultado de regulaciones locales específicas desempeño de este producto puede cambiar de acuerdo a las regulaciones locales de país a país. Consultar la Hoja Técnica del producto para una descripción exacta de los campos de aplicación.						
Información de higiene y seguridad	Para información y advertencias sobre el manipuleo, almacenaje y disposición de productos químicos, los usuarios deben referirse a la Hoja de Seguridad en su versión más reciente, la cual contienen información física, ecológica, toxicológica y otros datos relacionados a la seguridad. (Consultar la Hoja de Seguridad del producto solicitándola al fabricante).						
Nota Legal	Esta información y, en particular, las recomendaciones relativas a la aplicación y uso final del producto, están dadas de buena fe, basadas en el conocimiento y la experiencia actual de Sika de sus productos cuando son correctamente						

almacenados, manejados y aplicados, en situaciones normales, dentro de su vida útil y de acuerdo con todas y cada una de las recomendaciones de Sika. En la práctica, las posibles diferencias en los materiales, soportes y condiciones reales en el lugar de aplicación son tales, que no se puede ofrecer de la información del presente documento, ni de cualquier otra recomendación escrita, ni de consejo alguno brindado, ninguna garantía en términos de comercialización o idoneidad para propósitos particulares, ni obligación alguna fuera de cualquier relación legal que pudiera existir. Corresponde al usuario evaluar la conveniencia del producto para la aplicación y la finalidad deseadas. Sika se reserva el derecho de modificar las propiedades de sus productos en cualquier momento y sin necesidad de notificación alguna. Se reservan los derechos de propiedad de terceras partes. Los pedidos son aceptados bajo las presentes condiciones y de conformidad con los términos de las Condiciones Generales de Venta y Suministro al momento de efectuarlos. Los usuarios deben obligatoriamente conocer y utilizar la versión última y actualizada de las Hojas Técnicas de Productos, copias de las cuales se mandarán a quién las solicite.



Sika Argentina S.A.I.C Juan Bautista Alberdi 5250 (B1678CSI) Caseros Tel: 4734-3500 Fax: 4734-3555 Asesoramiento Técnico: 4734-3502/32 info.gral@ar.sika.com www.sika.com.ar



Sika Argentina S.A.I.C Certificado de " Sistem de Gestión Ambiental" ISO 14001

Sika Argentina S.A.I.C Certificado de " Sistema de Gestión de la Calidad" ISO 9001







Sika Argentina S.A.I.C Certificado de " Sistema de Gestión de Seguridad y Salud Ocupacional" OHSAS 18001