

DESARROLLO Y EVALUACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO ELABORADO A
PARTIR DE POLIPROPILENO Y FIBRAS CORTAS DE BAMBÚ MEDIANTE LA TÉCNICA
DE MOLDEO POR COMPRESIÓN EN CALIENTE

LEIDY JOHANA QUINTERO GIRALDO

UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA
ESCUELA DE INGENIERÍAS
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA
SISTEMA DE FORMACIÓN AVANZADA, MAESTRÍA EN INGENIERÍA - ÁREA DE
NUEVOS MATERIALES
MEDELLÍN
2018

DESARROLLO Y EVALUACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO ELABORADO A
PARTIR DE POLIPROPILENO Y FIBRAS CORTAS DE BAMBÚ MEDIANTE LA TÉCNICA
DE MOLDEO POR COMPRESIÓN EN CALIENTE

LEIDY JOHANA QUINTERO GIRALDO

Trabajo de grado para optar al título de:
MAGÍSTER EN INGENIERÍA - NUEVOS MATERIALES

Director:

LUIS JAVIER CRUZ RIAÑO, PhD
Doctor en Ingeniería de Materiales no Metálicos

UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA
ESCUELA DE INGENIERÍAS
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA
SISTEMA DE FORMACIÓN AVANZADA, MAESTRÍA EN INGENIERÍA - ÁREA DE
NUEVOS MATERIALES

MEDELLÍN

2018

Medellín, Jun de 2018

Yo, Leidy Johana Quintero Giraldo:

“Declaro que esta tesis (o trabajo de grado) no ha sido presentada para optar a un título ya sea en igual forma o con variaciones; en esta o cualquier otra universidad”, Art 82 Régimen Discente de Formación Avanzada.

Firma,

Leidy Quintero

A mis padres y mi hermana.

AGRADECIMIENTOS

Un agradecimiento muy especial a mi director de tesis, Ph.D Luis Javier Cruz, por brindarme su completa confianza y guía constante. Asimismo, al Ph.D Jaime Alexis García, por su total apoyo durante el desarrollo de esta investigación.

A los miembros del Grupo de Investigación Sobre Nuevos Materiales, GINUMA, con quienes durante este tiempo crecí a nivel profesional y humano.

Al Centro de Investigación para el Desarrollo y la Innovación, CIDI, de la Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín, por concederme la pasantía de investigación. Igualmente, por la financiación del proyecto de investigación “Desarrollo y caracterización de materiales compuestos a partir de matrices poliméricas termoplásticas y fibra corta de Guadua Angustifolia Kunth” con radicado 439B-08/15-18, dentro del cual se desarrolló esta tesis de maestría.

A los grupos de investigación GRAIN, CIBIOT y los laboratorios de resistencia de materiales, máquinas y herramientas, microdureza, análisis térmico y de operaciones unitarias de la Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín, por la colaboración en la caracterización de las fibras naturales y de los materiales compuestos.

Un agradecimiento muy especial al Grupo de Investigación GIMaT de la Universidad Politécnica Salesiana en Cuenca, Ecuador y, en especial, a mi buen amigo, Magister Jorge Isaac Fajardo, quien desde su experiencia, me apoyó en el desarrollo de este trabajo de grado. A él quisiera agradecerle, además, por sus sabios consejos, apoyo y entrega incondicional durante todo este tiempo.

Al Grupo de Investigación MATyER del Instituto Tecnológico Metropolitano por su gran aporte mediante los equipos de laboratorio y por hacerme sentir como en casa durante el tiempo que estuve allí trabajando. De manera particular, al Ph.D Juan Felipe Santa, por los aportes y consejos brindados para terminar de manera exitosa esta investigación.

Al Grupo de Investigación en Ingeniería Agrícola de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín, por su contribución en materias primas para la ejecución de este proyecto.

A los chicos de pregrado en Ingeniería Mecánica y Aeronáutica de la Universidad Pontificia Bolivariana por la colaboración en la experimentación. ¡Gracias por querer aprender siempre!.

A mis padres y mi hermana, quienes, con su apoyo incondicional y su infinito amor, fueron mi luz y mi motor para culminar esta hermosa y gratificante meta.

¡Muchísimas gracias a todos!

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN.....	14
CAPITULO 1.....	17
MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE	17
1.1 MARCO TEÓRICO.....	17
1.1.1 Polímeros	17
1.1.2 Materiales compuestos	18
1.1.3 Procesos de fabricación de los materiales compuestos.....	25
1.2 ESTADO DEL ARTE	29
CAPITULO 2.....	35
OBJETIVOS	35
2.1 OBJETIVO GENERAL	35
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	35
CAPÍTULO 3.....	36
METODOLOGÍA.....	36
3.1 MATERIALES	36
3.1.1 Refuerzo	36
3.1.2 Matriz.....	36
3.1.3 Agente de acople (compatibilizador)	36
3.1.4 Tratamiento superficial químico (Mercerización)	37
3.2 METODOLOGÍA.....	37
3.2.1 Obtención de las fibras de GAK.....	37
3.2.2 Caracterización química de las fibras de GAK	41
3.2.3 Caracterización mecánica de las fibras de GAK	42
3.2.4 Caracterización morfológica de la fibra de GAK.....	44
3.2.5 Procesamiento de la fibra GAK.....	44
3.2.6 Elaboración de los materiales compuestos	45
3.2.7 Fabricación de probetas	51
3.2.8 Caracterización mecánica de los materiales compuestos	51
3.2.9 Caracterización térmica de los materiales compuestos.....	56
CAPITULO 4.....	58
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	58

4.1 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA, MECÁNICA Y MORFOLÓGICA DE LAS FIBRAS DE GAK EXTRAÍDAS MEDIANTE DIFERENTES MÉTODOS	58
4.2 ESTUDIO DEL EFECTO PRODUCIDO POR EL CONTENIDO DE FIBRA CORTA DE GAK Y DE AGENTE DE ACOUPLE (MAPP) EN EL COMPORTAMIENTO MECÁNICO Y TÉRMICO DE LOS COMPOSITES.....	63
4.2.1 Análisis morfológico de la superficie de fractura a tracción de los composites elaborados.....	63
4.2.2 Estudio del comportamiento mecánico de los materiales compuestos elaborados.....	65
4.2.3 Estudio del comportamiento térmico de los materiales compuestos elaborados	75
CAPÍTULO 5.....	81
CONCLUSIONES	81
RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS	84
ANEXOS	85
REFERENCIAS	89

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. 1 Clasificación de los materiales compuestos por tipo, orientación y geometría del refuerzo	24
Figura 1. 2 Composición de un material compuesto tipo laminado unidireccional	26
Figura 1. 3 Esquema de un equipo de extrusión tipo monohusillo	27
Figura 1. 4 Esquema de un equipo de inyección	27
Figura 1. 5 Prensa utilizada durante el moldeo por compresión en caliente.....	28
Figura 3. 1 Método de extracción. a) Montaje experimental. b) Fibra de GAK obtenida mediante extracción mecánica.....	38
Figura 3. 2 Método de extracción mecánica con tratamiento superficial químico. a) Montaje experimental. b) Fibras de GAK extraídas mecánicamente con tratamiento alcalino	39
Figura 3. 3 Chips de GAK	39
Figura 3. 4 Equipo de Steam Explosion	40
Figura 3. 5 Fibra extraída mediante el equipo de Steam Explosion	41
Figura 3. 6 Probeta utilizada durante los ensayos de tracción en fibras de GAK. Norma ASTM D3822-14	42
Figura 3. 7 Montaje utilizado en los ensayos mecánicos de las fibras de GAK	43
Figura 3. 8 Fibras cortas de GAK malla 60 y 100.....	45
Figura 3. 9 Esquema del diseño de experimentos utilizado en la elaboración de los materiales compuestos.....	45
Figura 3. 10 Análisis térmico de la fibra de GAK. Línea negra (TGA), línea roja (DTG) ...	46
Figura 3. 11 Análisis térmico de los pellets de polipropileno. Línea negra (TGA), línea roja (DTG)	47
Figura 3. 12 Equipos (extrusora y pelletizadora) empleados durante el procesamiento de los materiales compuestos	48
Figura 3. 13 Materiales obtenidos mediante el proceso de extrusión. a) Material compuesto extruido (Perfil). b) Pellets de material compuesto	48
Figura 3. 14 Curvas de temperatura y presión utilizadas en proceso de moldeo por compresión en caliente.....	50
Figura 3. 15 Lámina de material compuesto	50
Figura 3. 16 Probeta tipo IV para los ensayos de tracción	51
Figura 3. 17 Montaje experimental utilizado en los ensayos de tracción	52
Figura 3. 18 Probeta utilizada en los ensayos de flexión a tres puntos	53
Figura 3. 19 Montaje experimental utilizado en los ensayos de flexión a tres puntos.....	53
Figura 3. 20 Durómetro Shore D marca Bareiss de escala análoga.....	54
Figura 3. 21 Probeta utilizada en los ensayos de impacto tipo IZOD	55
Figura 3. 22 Montaje experimental utilizado en los ensayos de impacto tipo IZOD	56
Figura 4. 1 Morfología de los haces de fibras aislados mediante los diferentes métodos de extracción a 300X. a) Extracción mecánica, b) Extracción mecánica + NaOH y c) Steam Explosion.....	61
Figura 4. 2 Imágenes de la superficie de fractura obtenida a tracción de los materiales compuestos elaborados: a) 30%F/0%MAPP y b) 50%F/0%MAPP	63

Figura 4. 3 Imágenes SEM de la superficie de fractura a tracción de los materiales compuestos: a) 30%F/0%MAPP, b) 30%F/4%MAPP y c) 50%F/4%MAPP.....	64
Figura 4. 4 Superficies fracturadas de los composites reforzados al 30% de fibra: a) Sin agente de acople y b) Con MAPP al 4%	65
Figura 4. 5 Superficie de fractura a tracción de los composites: a) falla por fibrilación y b) Composite reforzado al 50% de fibra y 8% de MAPP	65
Figura 4. 6 Gráfico de interacciones para la variable de respuesta "Módulo de elasticidad"	67
Figura 4. 7 Módulo de elasticidad de los materiales compuestos elaborados	68
Figura 4. 8 Resistencia a la tracción de los materiales compuestos elaborados	69
Figura 4. 9 Formación de defectos sobre la superficie fracturada a tracción del composite 30%F/8%MAPP	70
Figura 4. 10 Porcentaje de deformación de los materiales compuestos elaborados	71
Figura 4. 11 Resistencia a la flexión de los materiales compuestos elaborados	72
Figura 4. 12 Módulo de flexión de los materiales compuestos elaborados.....	73
Figura 4. 13 Resistencia al impacto de los materiales compuestos elaborados	74
Figura 4. 14 Dureza de los materiales compuestos elaborados	75
Figura 4. 15 Curvas DSC para los materiales compuestos elaborados.....	76
Figura 4. 16 Porcentaje de cristalinidad de los materiales compuestos elaborados	78
Figura 4. 17 Curvas DTG para los materiales compuestos elaborados.....	78
Figura 4. 18 Porcentaje de cenizas en los materiales compuestos elaborados.....	79

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. 1 Características del polipropileno (isotáctico)	18
Tabla 3. 1 Propiedades del polipropileno HOPELEN H1500 - LOTTE	36
Tabla 3. 2 Parámetros utilizados en el método de extracción mecánica	37
Tabla 3. 3 Parámetros utilizados en el equipo de Steam Explosion	40
Tabla 3. 4 Normas utilizadas en los análisis de composición química de las fibras de GAK	41
Tabla 3. 5 Parámetros utilizados en los ensayos mecánicos realizados a las fibras de GAK	43
Tabla 3. 6 Orden experimental utilizado en la elaboración de los materiales compuestos	46
Tabla 4. 1 Composición química de los haces de fibras de GAK obtenidos por los diferentes métodos de extracción.....	58
Tabla 4. 2 Propiedades mecánicas de tracción de los haces de fibras de GAK obtenidas en los diferentes métodos de extracción.....	60
Tabla 4. 3 Análisis estadístico ANOVA para la variable de respuesta "Módulo de elasticidad"	66
Tabla 4. 4 Entalpía de fusión de los materiales compuestos elaborados	77
Tabla 4. 5 Entalpía de cristalización de los materiales compuestos elaborados	77

RESUMEN

Los materiales compuestos reforzados con fibras sintéticas como la fibra de vidrio poseen, frente a otras fibras, importantes desventajas tales como la contaminación ambiental, su no biodegradabilidad y el alto costo, entre otras. Recientemente, los investigadores han despertado el interés por el desarrollo de nuevos materiales compuestos elaborados a partir de los recursos naturales disponibles en cada región, y han planteado el uso de fibras naturales como una alternativa para reemplazar los reforzantes sintéticos utilizados actualmente.

Esta propuesta de investigación comprendió el estudio del efecto que producen las variables de proceso, específicamente la concentración de fibra de bambú y de agente de acople (Anhídrido Maleico injertado en Polipropileno - MAPP) en el comportamiento mecánico y térmico de un material compuesto desarrollado mediante la técnica de moldeo por compresión en caliente a partir de una matriz de polipropileno y fibras cortas de bambú de la especie "*Guadua Angustifolia Kunth* - (GAK)". Se utilizó un diseño de experimentos factorial 3^k teniendo como factores controlables la concentración de la fibra de GAK y la concentración de MAPP y, como variable de respuesta el "módulo de elasticidad" del material compuesto. De lo anterior, se determinó el nivel más adecuado de estas variables para obtener el mejor composite natural. Asimismo, a dicho material se le realizó una completa caracterización mecánica y térmica, con el fin de explorar su posible aplicación en el sector automotriz. Vale la pena indicar que mediante una investigación preliminar se definieron los niveles más adecuados para los siguientes parámetros de proceso: temperatura, presión y/o tiempo en los procesos de extrusión y moldeo por compresión en caliente a partir de la información recomendada en la literatura científica y mediante pruebas de ensayo y error.

La investigación se desarrolló en dos etapas. En la primera, se obtuvieron los materiales compuestos poliméricos mediante los procesos de extrusión, pelletización y moldeo por compresión en caliente; y en la segunda etapa, se hizo la caracterización mecánica y térmica de los materiales compuestos obtenidos con el respectivo análisis de resultados.

Los resultados del análisis estadístico ANOVA, permitieron determinar que el mejor material compuesto obtenido de acuerdo a las diferentes configuraciones empleadas en el diseño de experimentos fue el desarrollado con 50% de fibra y 4% de agente de acople, alcanzando en la variable de respuesta "módulo de elasticidad" un incremento del 322% (2.91 GPa) con respecto a la matriz (0.69 GPa). Lo anterior, fue confrontado con los ensayos mecánicos adicionales realizados (flexión, dureza e impacto), en donde se concluyó el mismo resultado. Mientras que, las propiedades térmicas de estos materiales no tuvieron cambios importantes comparados con el polipropileno virgen.

Esta tesis de maestría se realizó dentro del marco del proyecto de investigación "Desarrollo y caracterización de materiales compuestos a partir de matrices poliméricas termoplásticas

y fibra corta de *Guadua Angustifolia Kunth*” con radicado 439B-08/15-18, financiado por el Centro de Investigación para el Desarrollo y la Innovación – CIDI de la Universidad Pontificia Bolivariana, bajo el programa UPB INNOVA 2015, y ejecutado por el grupo GINUMA de la UPB con la colaboración del Grupo de Investigación en Nuevos Materiales y Procesos de Transformación – GIMAT de la Universidad Politécnica Salesiana de Cuenca – Ecuador.

PALABRAS CLAVE: FIBRAS NATURALES, EXTRACCIÓN DE FIBRAS, MATERIALES COMPUESTOS, MOLDEO POR COMPRESIÓN EN CALIENTE, CARACTERIZACIÓN MECÁNICA, CARACTERIZACIÓN TÉRMICA.

ABSTRACT

Composites reinforced with synthetic fibers like glass fiber have, compared to other fibers, important disadvantages such as environmental pollution, non-biodegradability and high cost, etc. Currently, there are growing interests by researchers for development of new composites from natural available resources in different regions, and they have raised the use of natural fibers as an alternative to replace the synthetic reinforcers which are employing nowadays.

This research proposal included the study of the effect of the concentration of bamboo fiber and the concentration of the coupling agent (maleic anhydride grafted in polypropylene-MAPP) in the mechanical and thermal properties of a composite. This composite was developed through the hot compression technique using a polypropylene matrix and short bamboo fibers of the specie "*Guadua Angustifolia Kunth*- (GAK)". A design of factorial experiments (3^2) was used, having the concentration of GAK fiber and the concentration of MAPP as controllable factors and, the modulus of elasticity as response variable of the composite. With the above, it was determined the appropriate level of these variables that allow obtaining the best natural composite. Also, a complete mechanical and thermal characterization was made to these materials to explore its possible application in the automotive industry. It is worth mentioning that through a preliminary investigation there was defined the most appropriate levels of the following parameters of the process: temperature, pressure and/or time in the extrusion process and compression molding process from recommended information in scientific literature and trial and error tests.

Research proposal was developed in two stages: In the first one, it was gotten the polymer composites through extrusion, pelletization and hot compression molding processes. In the second stage, it was made a mechanical and thermal characterization of the obtained composites with the respective analysis of results.

The results of the ANOVA statistical analysis allowed to determine that the best composite material, according to the different configurations used in the design of experiments, it was developed with 50% of fiber and 4% coupling agent, achieving in the response variable "modulus of elasticity" an increase of 322% (2.91 GPa) in comparison with the matrix (0.69

GPa). This was confronted with the additional mechanical realized tests (flexion, hardness and impact), where the same result was concluded. While, the thermal properties of these materials did not have important changes compared with virgin polypropylene.

This master's thesis was performed inside the framework of the research Project "Development and characterization of composites from thermoplastic polymerics matrix and short fiber of Guadua Angustifolia Kunth" with radicated 439B-08/15-18, financed by the Centro de Investigación para el Desarrollo y la Innovación-CIDI from the Universidad Pontificia Bolivariana, under the program UPB INNOVA 2015, and it is executed by the GINUMA group from UPB with the collaboration of GIMAT group from Universidad Politécnica Salesiana, Cuenca-Ecuador.

KEYWORDS: NATURAL FIBRES, FIBRE EXTRACTION, COMPOSITES, HOT COMPRESSION, MECHANICAL CHARACTERIZATION, THERMAL CHARACTERIZATION.

INTRODUCCIÓN

Actualmente, el desarrollo de industrias tales como la aeronáutica, aeroespacial, marítima, deportiva, entre otras, y sus exigentes aplicaciones han planteado la necesidad de producir materiales con propiedades superiores a las de los materiales convencionales (cerámicos, polímeros y metales) [1], los cuales presentan propiedades aceptables pero que en aplicaciones muy específicas pueden resultar no ser aptos. Este es el caso de los metales que tienen buenas propiedades de dureza y resistencia mecánica pero su peso es muy elevado; los cerámicos tienen su punto débil en la fragilidad y baja resistencia a la tracción y los polímeros presentan debilidades en aplicaciones que requieran altas temperaturas. Estas necesidades se cubren en gran medida con la creación de nuevos materiales que se ajusten a los requerimientos específicos de cada aplicación en términos de comportamiento y propiedades, como es el caso de los materiales compuestos [2].

Fibras sintéticas como vidrio, carbono y kevlar [3], han sido muy utilizadas en la industria para el reforzamiento de materiales tradicionales, supliendo así las necesidades de materiales con propiedades adaptativas a diferentes ambientes, con altas prestaciones mecánicas, resistentes a diversas temperaturas y livianos [4]. Sin embargo, aunque éstos han demostrado ser efectivos poseen desventajas, tales como, su difícil disposición luego de finalizar su vida útil, son materiales no biodegradables y sus materias primas no son renovables, mencionando solo unas pocas [5]. Ello representa una limitante para el avance de los materiales compuestos, ya que cada día la sociedad viene tomando más conciencia de la destrucción que se le está haciendo al planeta, y ha estado implementando en los últimos años políticas de conservación ambiental, las cuales han aumentado enormemente la necesidad de desarrollar materiales biodegradables, sostenibles y renovables, provenientes principalmente de los recursos naturales [6]. Un ejemplo de esto, es en la industria automovilística: la Unión Europea ha implementado una legislación donde enfatiza que el 80% del vehículo debe ser reutilizado, mientras que en Japón han establecido un objetivo del 95% [7].

Una opción muy atractiva para reforzar materiales, cumpliendo con los requerimientos ya mencionados son las fibras naturales. Las fibras naturales poseen propiedades mecánicas específicas similares a las fibras sintéticas, como por ejemplo la fibra de vidrio, evidenciando su gran potencial para ser utilizadas en la fabricación de materiales compuestos [8]–[10]. Las fibras naturales de bambú de la especie *Guadua Angustifolia* Kunth (GAK) son una buena alternativa para ser empleadas como reforzante natural en materiales compuestos dadas sus buenas propiedades mecánicas, específicamente, buena resistencia a la tracción y módulo de elasticidad, son amigables con el medio ambiente, son materiales ligeros y crecen rápidamente, alcanzando su madurez en un periodo de tiempo muy corto (aproximadamente 3 años) [8][11]. Además, la GAK posee una alta disposición en países como Colombia, Ecuador y Venezuela. En Colombia por ejemplo, la *Guadua Angustifolia*

Kunth se extiende en alrededor de 54000 hectáreas, mientras que en Ecuador en unas 15000 hectáreas [9].

Para aislar las fibras naturales se utilizan diferentes métodos de extracción y si es necesario, tratamientos superficiales (químicos, físicos y/o biológicos) [10], que permiten remover el exceso de lignina y de otros componentes no celulósicos, los cuales dificultan la separación de las fibras individuales y afectan sus propiedades mecánicas [12][8]. Con respecto a las fibras de bambú, se han implementado métodos de extracción mecánicos, químicos o la combinación de ambos. Éstos varían la calidad de las fibras, especialmente su resistencia mecánica. Sin embargo, ensayos de tracción realizados a una sola fibra, de acuerdo a la norma ASTM D3379, indican que la extracción de fibras mediante el equipo de Steam Explosion es el mejor procedimiento, obteniéndose fibras de bambú de alta resistencia mecánica [8].

No obstante, las fibras de bambú tienen una naturaleza hidrofílica como consecuencia de los grupos hidróxilos presentes en sus componentes, lo cual causa problemas de absorción de humedad y una unión interfacial débil entre las fibras y la matriz [13]. Lo anterior, puede causar problemas durante el procesamiento y también en las propiedades mecánicas resultantes en los materiales compuestos. Para abordar estas limitaciones, en años recientes, las fibras naturales han sido químicamente modificadas reduciendo su carácter hidrofílico, principalmente con métodos de esterificación, eterificación y bencilación o por el uso de agentes de acople. Para materiales compuestos elaborados a partir de polipropileno y fibras naturales vegetales, los agentes de acople comúnmente usados son el Anhídrido Maleico injertado en Polipropileno (MAPP), Anhídrido Maleico injertado en Polietileno (MAPE) y los silanos [14].

Sin embargo, en la actualidad no hay mucha información ni profundización acerca de la implementación de diseños experimentales, que analicen los efectos que se pueden producir cuando se incorporan diferentes concentraciones de fibras naturales cortas y de agente de acople, en las propiedades mecánicas y térmicas de materiales compuestos con matrices termoplásticas, fabricados mediante la técnica de moldeo por compresión en caliente, dado que esta técnica es generalmente empleada en matrices termoestables [14]. Lo anterior, es de suma importancia para entender el comportamiento y propiedades del material compuesto; y, asimismo, proporcionar información que sirva como referente en futuras investigaciones relacionadas con la temática de composites naturales.

En este contexto, esta investigación estudió el efecto que producían las variables de proceso, específicamente, la concentración del material de refuerzo y de agente de acople (Anhídrido Maleico injertado en Polipropileno - MAPP) en el comportamiento mecánico y térmico de un material compuesto elaborado mediante la técnica de moldeo por compresión en caliente a partir de polipropileno - MAPP y fibras cortas de bambú de la especie "Guadua Angustifolia Kunth - (GAK)". Para ello, se utilizó un diseño de experimentos factorial 3^k teniendo como factores controlables la concentración de la fibra de GAK y la concentración de MAPP y, como variable de respuesta el "módulo de elasticidad" del material compuesto

por ser una propiedad mecánica importante, cuantitativa y de precisa medición que indica de manera directa la capacidad reforzante de las fibras usadas. Asimismo, se hicieron ensayos mecánicos y térmicos complementarios. Cabe mencionar que, soportados por la literatura científica y a través de una investigación preliminar, se analizaron los diferentes parámetros de procesamiento que inciden en la técnica de moldeo por compresión en caliente, específicamente, la temperatura, la presión y el tiempo; los cuales son claves para obtener una buena calidad en la pieza y un buen rendimiento mecánico y térmico del material compuesto.

CAPITULO 1

MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE

1.1 MARCO TEÓRICO

1.1.1 Polímeros

Los polímeros pueden ser definidos como estructuras moleculares de cadenas largas las cuales están constituidas principalmente por carbono, hidrógeno y oxígeno, éstas se forman por secuencia repetitiva de moléculas pequeñas o agrupaciones de átomos simples, enlazadas unas a otras por enlaces primarios usualmente del tipo covalentes simples. Estas moléculas pequeñas que dan origen a los polímeros reciben el nombre de monómeros. Los polímeros son producidos de materias primas; tales como petróleo, gas natural y derivados de combustibles fósiles [7].

Clasificación de los polímeros

La clasificación más aceptada se basa en el comportamiento térmico del polímero, es decir, en la termodependencia de sus propiedades (comportamiento y procesabilidad) [15]. Así, los polímeros se clasifican en:

- *Termoplásticos*

Consisten en macromoléculas lineales (ramificadas) que no se entrecruzan cuando se calientan [16]. Son polímeros que al calentarse a determinadas temperaturas se convierten en fluidos, permitiendo su moldeabilidad en la forma deseada, la cual quedará preservada al enfriarse [15]. Se pueden conformar varias veces por efecto de la presión y temperatura [17].

- *Termoestables*

Son polímeros que no pueden fluir por efecto de la temperatura para ser remodelados, una vez que son conformados no existe posibilidad de volver a reblandecerse. Son moléculas compuestas principalmente de carbono, hidrógeno y oxígeno que se entrecruzan intensamente y tienden a ser resinas de mayor rigidez. A temperatura ambiente son duros y frágiles [7][15][17].

- *Elastómeros*

Los elastómeros consisten en moléculas de cadena larga conformadas principalmente de carbono, hidrógeno y oxígeno que se reticulan transversalmente pero en muy pocas cantidades, por lo que poseen cadenas con mucha libertad de movimiento molecular (flexibilidad). Debido a ello presentan un estado gomoeástico a temperatura ambiente. Son

infusibles e insolubles [7][15]. Son polímeros capaces de sufrir grandes deformaciones elásticas cuando se les sujeta a esfuerzos relativamente bajos. Algunos elastómeros se pueden estirar hasta 10 veces su longitud y luego recuperar completamente su forma original [16].

Polipropileno

Desde su introducción en 1950, el polipropileno (PP) se ha convertido en uno de los plásticos de mayor uso. Puede sintetizarse en cualquiera de las tres estructuras: isotáctica, sindiotáctica o atáctica, pero la primera es la de mayor importancia a causa de su alta relación de resistencia/peso, es el más ligero entre los plásticos importantes, con una densidad de 0,90 g/cm³. Su alta cristalinidad le proporciona una elevada resistencia a la tracción, rigidez y dureza; además, posee excelentes propiedades eléctricas, carácter químico inerte y la resistencia a la humedad típicos de los polímeros de hidrocarburos [16][18]. Sus principales características se presentan la tabla 1.1.

Algunas de las aplicaciones del PP son: piezas moldeadas por inyección para automóviles y aparatos domésticos, así como producto de fibra para alfombras [16].

En el presente trabajo, el polipropileno tiene un papel muy importante, ya que fue empleado como matriz termoplástica para el desarrollo del material compuesto.

Tabla 1. 1 Características del polipropileno (isotáctico) [16]

Polímero	Polipropileno (C ₃ H ₆) _n
Símbolo	PP
Método de polimerización	Adición
Grado de cristalinidad	Alto, pero varía con el procesamiento
Módulo de elasticidad	1400 MPa
Resistencia a la tensión	35 MPa
Elongación	De 10 a 500% dependiendo de los aditivos
Gravedad específica	0.90
Temperatura de transición vítrea	-20°C
Temperatura de fusión	176°C

1.1.2 Materiales compuestos

Los materiales compuestos (composites) están formados por dos o más materiales de tal manera que dan una combinación de propiedades que no pueden lograrse de otra manera. Pueden seleccionarse para obtener combinaciones inusuales de rigidez, resistencia, peso, desempeño a altas temperaturas, resistencia a la corrosión, dureza o conductividad [19].

En un material compuesto se pueden identificar dos fases: una fase continua denominada matriz y una fase discontinua denominada refuerzo. Los componentes de un material compuesto no deben disolverse ni fusionarse completamente unos con otros, la identificación

de los materiales y la de su interfase debe ser posible de distinguirse por medios físicos. La clave de un material compuesto con óptimas propiedades, reside en la elección de un sistema de matriz adecuado y su asociación con fibras de refuerzo, permitiendo obtener como resultado un nuevo material con cualidades diferentes, las cuales no son alcanzables por cada uno de los materiales predecesores de manera aislada [20].

La matriz contribuye con un conjunto de propiedades y su función es estabilizar y repartir las tensiones entre los refuerzos. Es formada por un componente mayoritario, que puede ser de naturaleza metálica, cerámica o polimérica.

Los refuerzos por otra parte, aportan un conjunto de propiedades diferentes, soportando la tensión mecánica del material. Dichos refuerzos pueden incorporarse en forma de fibras (vidrio, carbono, kevlar e incluso naturales), tejidos y/o partículas [21].

Algunas aplicaciones de los materiales compuestos son [22]:

Industria aeronáutica: alas, fuselajes, tren de aterrizaje, palas de helicóptero.

Automóviles: piezas de carrocería, alojamientos de los faros, parrillas, parachoques, ballestas, bastidores de los asientos, entre otras.

Industria náutica: cascos, cubiertas, mástiles.

Industria química: recipientes, recipientes de presión, conducciones.

Mobiliario y equipamiento: estanterías, armazones, sillas, mesas, escaleras.

Industria eléctrica: paneles, aislantes, caja de interruptores.

Deportes: cañas de pescar, palos de golf, piscinas, esquís, canoas.

Componentes de un material compuesto

Un material compuesto está formado por dos elementos fundamentales: refuerzo y matriz, los cuales en conjunto originan un material con mejores propiedades que las partes individuales. Así mismo, existen otros tipos de componentes como cargas y aditivos que dotan a los materiales compuestos de características particulares para cada tipo de fabricación y aplicación [23], pero que son opcionales. Únicamente se describirán las fibras naturales (lignocelulósicas) como reforzante, dado que en el presente trabajo solo se emplea este tipo.

- **Matriz**

La matriz soporta las fibras y las mantiene en la posición apropiada, transfiere la carga a las fibras resistentes, protege las fibras contra daños durante la fabricación y uso del compuesto, resguardan las fibras de los ataques externos como humedad, ataque químico, entre otros [19][24]. Según Besednjak [15], las matrices se clasifican en metálicas, cerámicas y poliméricas.

Los composites poliméricos consisten en una fase primaria de matriz de polímero en la cual es embebida una fase secundaria a base de fibras, partículas u hojuelas. Estos compuestos son los de mayor importancia comercial de las tres clases de compuestos sintéticos

(cerámicos, metálicos y poliméricos). Son materiales con buenas propiedades mecánicas, resistentes a la corrosión y a los agentes químicos, y que dadas sus particulares características, pueden ser moldeados con absoluta libertad de formas [25].

- **Fibras**

La fibra es el componente reforzante del material compuesto. Aporta resistencia mecánica, rigidez y dureza y es determinante para obtener las principales propiedades mecánicas. Las características más sobresalientes de las fibras en los materiales compuestos son su resistencia a la tracción específica y su elevado módulo específico. Las fibras convencionales se clasifican en fibras de carbono, fibras de vidrio y fibras poliméricas [23]; sin embargo, existe un grupo adicional de gran uso en materiales compuestos, estas son las fibras vegetales (lignocelulósicas), quienes provienen de hojas, tallos, frutos y semillas [26].

Fibras vegetales (lignocelulósicas)

Las fibras naturales vegetales (lignocelulósicas) son sustancias complejas en mezclas heterogéneas formadas por: celulosa, hemicelulosa, lignina, pectina y otros [7][9].

Actualmente, las tendencias mundiales buscan lograr un desarrollo sustentable, lo cual ha conducido a la necesidad de contar con materia prima natural, renovable y biodegradable que pueda ser usada industrialmente. En el caso de las fibras naturales, se presentó un incremento notable entre 1960 y 2002, debido a las significativas ventajas que presentan: biodegradabilidad después de cumplir su ciclo de vida, recuperación de energía procedente de su incineración, bajo peso específico, recurso renovable, baja inversión en la producción, buenas propiedades mecánicas específicas, buen aislante térmico y acústico [7].

Las fibras naturales a su vez pueden ser sometidas a diferentes métodos de extracción y/o tratamientos superficiales químicos, biológicos o físicos, con el fin de limpiar la superficie de ésta y/o producir cambios en su estructura que proporcionan un aumento en la compatibilidad fibra/matriz [10]. Los principales métodos y tratamientos se mencionan a continuación.

a) Métodos de extracción mecánica para fibras vegetales

La extracción mecánica ha sido utilizada para extraer fibras naturales en diferentes industrias. La principal ventaja que tiene por encima de los procesos químicos es que no afecta en gran medida el medio ambiente [27]. Algunos de los métodos más utilizados se mencionan a continuación:

- Steam Explosion: El método de Steam Explosion (extracción termo-mecánica) fue inventado por Mason en 1926 como una alternativa de los procesos químico-mecánicos y termoquímico-mecánicos de la pulpa vegetal [28]. Se puede utilizar para modificar los materiales lignocelulósicos; en este proceso se modifica y desorganiza la estructura

molecular del material dentro de un reactor discontinuo, lo cual mejora su compatibilidad con la matriz polimérica termoplástica. Este procedimiento tiene la particularidad de permitir determinado grado de separación de las fibras dependiendo de la severidad (grado de afectación) con que se realice el proceso [29]. Durante la explosión de vapor dentro del reactor, el material es expuesto a vapor presurizado seguido por la reducción rápida de la presión. El resultado del tratamiento es la descomposición sustancial de la estructura lignocelulósica, la hidrólisis de la fracción de hemicelulosa, la despolimerización de los componentes de lignina y consecuentemente, la separación de las fibras de celulosa [30]. El grado de severidad se puede calcular mediante la ecuación 1.1 [31].

$$Se = \log \int \exp\left(T - \left(\frac{100}{14.75}\right)\right) dt \quad \text{Ecuación (1.1)}$$

Dónde: T es la temperatura experimental en °C y t es el tiempo en minutos.

Cabe resaltar que, dado los buenos resultados logrados en la caracterización mecánica, química y morfológica de las fibras obtenidas durante esta investigación, a través del equipo de Steam Explosion (capítulo 3, sección 3.2), se determinó emplear las fibras aisladas por este método, como reforzantes en las diferentes configuraciones del material compuesto elaborado.

- Enriado: El método consiste en sumergir las muestras (cortadas en tirillas) en agua durante determinado tiempo. Posteriormente, para separar las fibras, las muestras acondicionadas son sacudidas, raspadas con un borde afilado y peinadas. El proceso de raspado sobre la superficie de la fibra, produce un fuerte efecto sobre la calidad de las mismas. Una ventaja de este método, es que se pueden producir fibras con diferentes longitudes [27].

- Molienda: Inicialmente las muestras son reducidas en pequeños trozos haciéndolas pasar a través de una trituradora de rodillos. Luego, las muestras provenientes de la trituradora son separadas en diferentes tamaños de partículas mediante la utilización de cribas. El problema de este proceso es que produce fibras cortas que se convierten en pulverizado después de un re-procesamiento mecánico [27].

b) Tratamientos superficiales para fibras vegetales

Durante la elaboración de composites las fibras son sometidas, generalmente, a tratamientos superficiales con el fin de mejorar su compatibilidad y unión con las resinas plásticas. A continuación, se describen los tratamientos típicos que se le realizan a las fibras naturales.

Tratamiento químico superficial para fibras vegetales

Los grupos hidroxilos que contienen los componentes de las fibras naturales, tales como lignina, celulosa y hemicelulosa, hacen que éstas sean susceptibles a cambios químicos; los cuales, pueden activar estos grupos o introducir nuevos, logrando obtener mejores

propiedades mecánicas y un mejor enclavamiento químico con las matrices poliméricas [10]. Los más comunes son:

- Mercerización: este tratamiento consiste en hinchar las paredes celulares de las fibras naturales y remover componentes diferentes a la celulosa como la lignina y la hemicelulosa, mediante una solución de álcalis concentrada, la cual se elimina por lavado. Lo anterior, incrementa la superficie total de la fibra y a su vez mejora la interfase entre la fibra y la matriz [10][32].

- Acetilación: es una reacción química que introduce un grupo funcional acetilo modificando la estructura química de la fibra natural, dando como resultado una superficie mejorada hidrofóbica, mejor estabilidad térmica y ayuda a la remoción de material péptico [10].

- Tratamiento con anhídrido maleico injertado en polipropileno (MAPP): el MAPP es un agente de acople utilizado para modificar la superficie de la fibra y de la matriz. Este tratamiento afecta la energía superficial de la matriz y de la fibra creando grupos polares que mejoran la adherencia entre el refuerzo y la matriz [33].

- Tratamiento con silanos: los silanos son reconocidos como agentes de acoplamiento eficaces para conseguir la unión entre las fibras naturales y los polímeros. Este tipo de agentes, son altamente reactivos y funcionan como un puente (dado su comportamiento bifuncional: $R(4-n)-Si-(R'X)_n$, donde $n=1$ ó 2 , que se fija con facilidad a los dos componentes y de esta forma lograr un mejor comportamiento mecánico del material final [10][34].

Tratamiento físico superficial para fibras vegetales

Los métodos físicos han sido utilizados para mejorar la superficie de la fibra en aplicaciones de materiales compuestos. Sin embargo, se ha disminuido su uso gradualmente debido a que se necesitan inversiones más costosas para su implementación y las propiedades de las fibras se ven disminuidas luego del tratamiento; específicamente, en comparación con las fibras de vidrio [10]. Los más comunes se mencionan a continuación:

- Tratamiento con plasma: los tratamientos con plasma pueden ser fríos o calientes. Los tratamientos de plasma fríos requieren de bajas presiones para mantenerse. Se forma una región ionizada cuya composición depende del gas de alimentación y siempre incluye especies de alta energía como fotones, electrones, iones, radicales libres, etc [35]. El plasma ha sido considerado como un método limpio y seco para los tratamientos de fibras, de lo cual pueden resultar dos tipos de cambios en la superficie de éstas: 1) un grabado superficial como resultado de la escisión de la cadena, que se obtiene por gases no polimerizantes, tales como He u O_2 y 2) polimerización o injerto utilizando gases polimerizadores, tales como fluorocarbonos o hidrocarburos [10].

- Descarga de corona: este tratamiento modifica la energía superficial de las fibras. Es la cortina de plasma que se crea cuando se ioniza el aire que rodea a un conductor.

Generalmente, las descargas de corona son un velo con un resplandor púrpura que se usan para alterar las propiedades de adhesión de superficies. Se crean mediante la aplicación de un voltaje elevado a puntas pequeñas de electrodos. La activación superficial del material ocurre gracias al bombardeo de los iones de plasma sobre la superficie a tratar [10][36].

Tratamiento superficial biológico para fibras vegetales

En este tipo de tratamientos se utilizan agentes biológicos para mejorar las propiedades mecánicas de las fibras naturales. Éstos poseen ventajas como su reciclabilidad y la implementación de parámetros de operación leves [10]. Se han utilizado enzimas (lipasa, xilanas, celulasa, lacasa, entre otras) para modificar la estructura física de las fibras naturales, en donde se ha encontrado un mejoramiento efectivo en la finura de la fibra y una disminución del área de su sección transversal; presumiblemente resultado de la remoción de una fracción polar de la hemicelulosa, entre otros [37]. Asimismo, se han utilizado diferentes tratamientos fúngicos y bacterianos para mejorar las características de adhesión de las fibras naturales utilizadas en el reforzamiento de materiales compuestos, así como el mejoramiento de sus características ácido-base permitiendo una mejor adhesión entre la fibra y la matriz [10]. Lo anterior, se traduce en un mejoramiento de las propiedades mecánicas de este tipo de materiales [10][37].

c) Orientación, geometría y longitud de fibra

Los materiales compuestos por dos fases se pueden clasificar en tres categorías, dependiendo del tipo, la orientación y la geometría del refuerzo como se muestra en la figura 3.1. Los compuestos reforzados con partículas de varios tamaños y distribuidos aleatoriamente dentro de la matriz, se consideran materiales cuasi-homogéneos y cuasi-isotrópicos, a una escala mucho más grande que la de las partículas (escala macro). Los compuestos reforzados con fibras cortas se refieren a aquellos con inclusiones de fibras discontinuas, las cuales pueden estar alineadas en una sola dirección (material anisotrópico) o aleatoriamente orientadas (material isotrópico). Por último, los compuestos que se refuerzan con fibras largas tienen el refuerzo continuo en todo el material, y éste puede ser alineado en una o varias direcciones (anisotrópico e isotrópico, respectivamente) [12]. En los composites reforzados con fibras cortas las propiedades dependen, entre otros factores, de la longitud de las fibras, de la distribución de longitudes y de la orientación planar y espacial de las fibras.

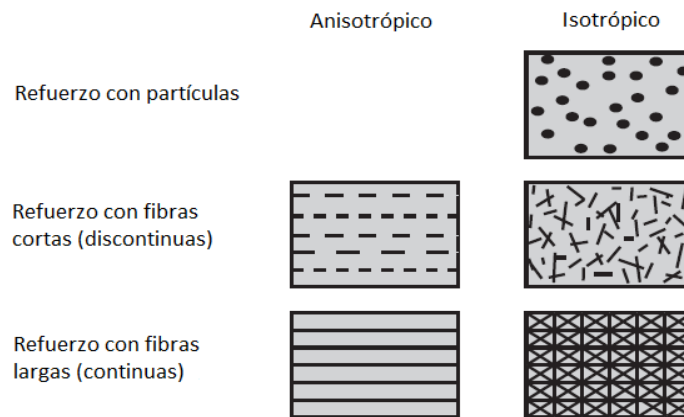


Figura 1. 1 Clasificación de los materiales compuestos por tipo, orientación y geometría del refuerzo [12].

- **Interfase fibra-matriz**

Es llamada interfase a la región en la que se producen las interacciones entre la matriz polimérica y el refuerzo; se define como una delgada capa transicional que va desde decenas de nanómetros a varios micrómetros de espesor [38][39]. Dicha región, juega un papel muy importante en el rendimiento de los compuestos, muchas interacciones complicadas ocurren dentro de ésta, incluyendo interacciones físicas (enclavamiento mecánico), fricción, fuerzas electrostáticas y de van der Waals y uniones químicas las cuales incluyen uniones covalentes y enlaces de hidrógeno. Estas interacciones actúan juntas para incrementar la capacidad de transferir carga entre la matriz y las fibras, resultando en materiales durables con propiedades mecánicas aceptables [38]. No obstante, debido a que las fibras naturales poseen un carácter hidrofílico y los polímeros demuestran una significativa hidrofobicidad, existen problemas importantes de adhesión interfacial entre las fibras y la matriz [40]. Adicionalmente, existen otros efectos que influyen en la resistencia mecánica de los materiales compuestos: la relación de aspecto (longitud/diámetro) de la fibra, la dispersión de las fibras y la orientación de éstas [41].

Muchas técnicas han sido desarrolladas para cuantificar la unión interfacial de los compuestos. La resistencia al esfuerzo cortante interfacial (T) es uno de los indicadores más importantes para evaluar la calidad de unión entre las fibras y la matriz polimérica. Para medir la T , varios ensayos han sido propuestos. Entre éstos, el ensayo “pull out” es ampliamente usado, debido a la preparación simple de la muestra y a la medición directa del ensayo [38]. Esta práctica consiste en extraer una fibra que se encuentra parcialmente introducida en un bloque de la matriz que se utilizará para el compuesto. Con el bloque de matriz fijo, la fibra se carga en tensión hasta que se rompa o se deslice del polímero [12]. Para fibras cortas, la fibra se romperá en fragmentos más cortos y más cortos hasta que se alcance una longitud de fibra crítica (l_c). La l_c es definida como la longitud de fibra mínima en la que puede alcanzarse la tensión máxima permisible entre la interface fibra-matriz; ésta puede ser calculada mediante la ecuación 1.2 [41].

$$l_c = \frac{\sigma_f d}{2\tau} \quad (\text{Ecuación 1.2})$$

Donde: l_c representa la longitud crítica, σ_f la resistencia a tracción de la fibra, d el diámetro de la fibra y T la resistencia al esfuerzo cortante interfacial [41]. Debido a que l_c depende de la resistencia que tienen la unión fibra-matriz, su valor puede variar en función de la matriz y del tipo de fibra utilizado, así como de los tratamientos aplicados para mejorar su compatibilidad [42].

1.1.3 Procesos de fabricación de los materiales compuestos

En la práctica, las técnicas de procesamiento empleadas para los plásticos tradicionales, han sido ajustadas a la fabricación de materiales compuestos poliméricos [43]–[46]. Éstas difieren en que además de agregar el polímero, también se introduce un agente de refuerzo como fibras, partículas y tejidos [27]. La incorporación de los agentes de refuerzo a la matriz polimérica ocurre durante el proceso de conformado o antes. En el primer caso, los materiales llegan a la operación de fabricación en entidades separadas y se combinan dentro del compuesto durante el formado. En el segundo caso, los dos materiales componentes se combinan en una forma preliminar que se usa convenientemente en el proceso de formado [47].

Estas técnicas de fabricación y sus diferentes composiciones fibra-matriz hacen que los nuevos materiales desarrollados, posean diferencias significativas en cuanto a propiedades mecánicas, térmicas, entre otras, con respecto a la matriz virgen [8]. Las técnicas que se utilizan comúnmente se describen a continuación:

- **Laminación manual**

La laminación manual consiste en el apilamiento de láminas, cada una de las cuales, es una capa de resina de pequeño espesor reforzadas con fibras [48]. Cuando las fibras se incorporan a la matriz para formar una lámina plana, el ensamble puede ser continuo o discontinuo, de acuerdo a la longitud de la fibra. En el caso discontinuo, las fibras cortas pueden ser distribuidas aleatoriamente en cuanto a orientación dentro de la matriz o tener orientación preferente [24]. Un material compuesto tipo laminado se presenta en la figura 1.2.

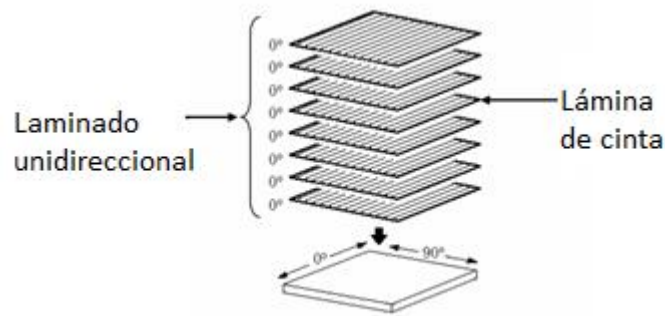


Figura 1. 2 Composición de un material compuesto tipo laminado unidireccional [48].

- **Extrusión**

En el proceso de extrusión, se utiliza un transportador de tornillo helicoidal, el cual mezcla el material alimentado. Las materias primas en forma de partículas, gránulos o polvos son transportadas desde la tolva, a través de una cámara de calentamiento, hasta la boquilla de descarga (dado) en una corriente continua, también denominada perfil. Este perfil puede ser una placa, una película, un tubo o tener diversas formas de acuerdo a su sección transversal [49][50]. La fricción interna debido a la acción mecánica del tornillo, junto con la camisa calefactora que rodea la cámara de la extrusora, hace calentar el material mezclándolo de forma homogénea. Se deben controlar los parámetros del proceso, tales como la rapidez del tornillo extrusor, temperaturas de la pared de la cámara, velocidad de enfriamiento y estirado, para obtener productos con precisión dimensional uniforme [51].

Para la elaboración de materiales compuestos mediante la técnica de extrusión, es necesario agregar un componente principal que sirve como matriz y es considerado como la fase continua, y un componente en menor proporción o secundario el cual puede ser distribuido o disperso en la forma de fibras, partículas o aglomerados dentro de la fase continua. La calidad del producto final en casi todos estos procesos depende en parte de cómo fueron mezclados dichos componentes. Las propiedades del material y la formabilidad de las piezas moldeadas son altamente influenciadas por la calidad de la mezcla. Desde luego, un mejor entendimiento del proceso de mezcla ayuda a optimizar las condiciones de procesamiento e incrementar la calidad en la pieza [49]. En la figura 1.3, se presenta el esquema de una extrusora de tipo monohusillo.

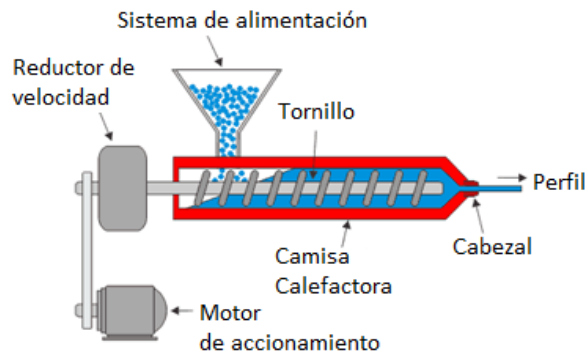


Figura 1. 3 Esquema de un equipo de extrusión tipo monohusillo [51]

- **Inyección**

Este proceso consiste en introducir el polímero granulado dentro de un cilindro, en donde se calienta. En el interior hay un tornillo sinfín (husillo) que actúa de igual manera que el émbolo de una jeringuilla. Cuando el polímero se reblandece lo suficiente, un pistón de inyección lo empuja en el interior de un molde de acero para darle forma. El molde y el polímero se enfrían mediante unos canales interiores por los que circula agua [52].

Durante el proceso de llenado de la cavidad del molde con fibras cortas, se produce un alineamiento de las fibras al pasar por la boquilla, de manera que el producto resultante es un material compuesto anisotrópico [53].

Los productos característicos del moldeo por inyección son tazas, recipientes, cajas, mangos de herramientas, perillas, componentes eléctricos y de comunicaciones, juguetes y conexiones de plomería, entre otros [51]. Una representación del equipo de inyección puede ser observado en la figura 1.4.

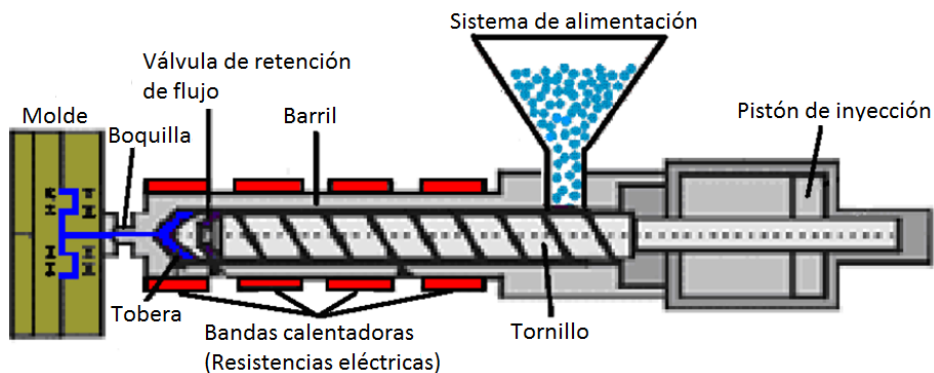


Figura 1. 4 Esquema de un equipo de inyección [51]

- **Moldeo por compresión en caliente**

En el moldeo por compresión se coloca un volumen determinado de polvo, pellets o de mezcla matriz-refuerzo (para el caso de composites), directamente en la cavidad de un molde calentado mediante placas calefactoras. Éste se cierra lentamente mediante una placa móvil y otra estática. Conforme pasa ésto, el material es obligado a ocupar todas las partes de la cavidad de moldeo, proporcionando un mejor control dimensional, permitiendo la obtención de componentes de espesor uniforme y con acabados de mejor calidad en todas las superficies [53]. En ciertos casos, es ventajoso realizar el moldeo cerrando primero el molde casi por completo y abriéndolo después unos segundos antes de aplicar la presión definitiva. De esta forma se deja “respirar” al material, para permitir la evacuación de gases generados en dicho proceso. Una vez que el molde se ha cerrado completamente se aplica la máxima presión, que provoca el llenado final y completo de la cavidad [50][54]. En el caso de los materiales compuestos, esta presión de cierre favorece el contacto entre ambos constituyentes (matriz-refuerzo) durante la etapa de endurecimiento. Una vez finalizado el proceso, se abre el molde y se extrae el componente. El equipo empleado en la técnica de moldeo por compresión puede ser observado en la figura 1.5.

Las piezas que se suelen fabricar por esta técnica son platos, manijas, tapas de recipientes, conexiones, componentes eléctricos y electrónicos, agitadores de lavadoras y cajas diversas. En general, la complejidad permisible de las piezas es menor que en el moldeo por inyección, pero el control dimensional es mejor. A causa de su simplicidad relativa, los dados para moldeo por compresión suelen ser menos costosos que los que se usan en el moldeo por inyección [50].

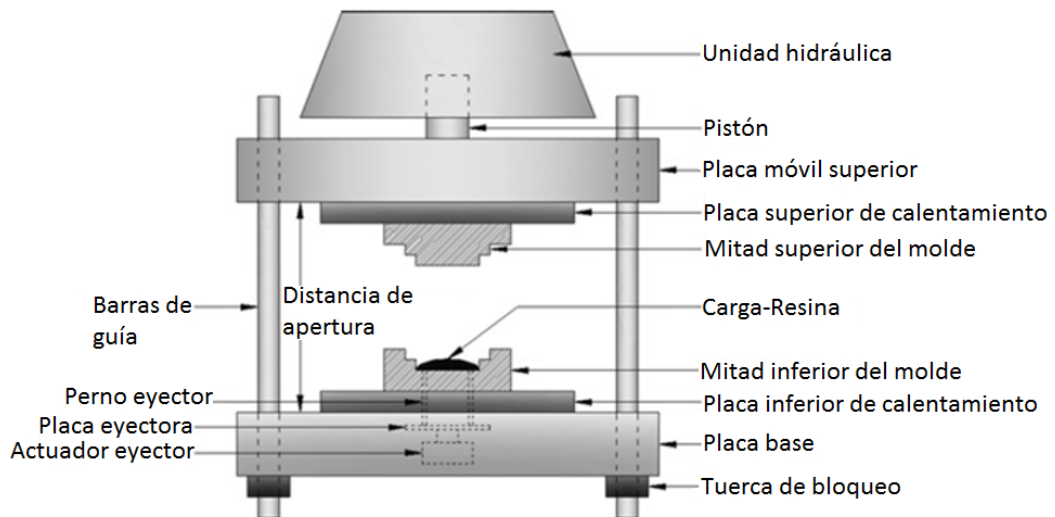


Figura 1. 5 Prensa utilizada durante el moldeo por compresión en caliente [55]

1.2 ESTADO DEL ARTE

La evolución humana ha estado condicionada al descubrimiento de nuevos materiales. Las edades de piedra, del cobre y del hierro, son periodos en la historia de la humanidad en los cuales el hombre a través del conocimiento y manejo de nuevos materiales y técnicas, supo desarrollar nuevas estructuras políticas y sociales. Así, la idea de un material compuesto es tan antigua como la naturaleza misma, un ejemplo de ello se puede observar en la madera, la cual combina fibras de celulosa de estructura fibrosa con una matriz de lignina [56].

La incorporación de fibras naturales como refuerzo de un material ha sido utilizada desde tiempos inmemorables. Hace 3000 años los egipcios utilizaron paja como material reforzante para construir paredes de arcilla/barro, en 1939 la escasez de aluminio en Inglaterra condujo a la incorporación de fibra de lino como reforzante de una matriz fenólica para armas de guerra, luego en 1942 Henry Ford incorporó fibra de cáñamo en un prototipo de carro, en Alemania entre las décadas de 1950 a 1990 se hizo la primera producción de carros construidos con fibras naturales como algodón y una matriz de poliéster, desde el 2000 en adelante se empezaron a utilizar otras fibras naturales como lino, cáñamo, kenaf y abacá en la industria automotriz, ya para el 2004 se incorporaron fibras naturales en los teléfonos celulares y del 2006 en adelante se incorporaron en utensilios deportivos que exigían alta resistencia mecánica [57]. En las dos últimas décadas se está trabajando con intensidad en la fabricación de compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales como una alternativa de los compuestos clásicos reforzados con fibra de vidrio [58], los cuales son los más utilizados en la industria; como consecuencia, han sido reforzados polímeros tales como poliéster, PVC, polipropileno, polietileno de alta y de baja densidad, viniléster y poliestireno, en donde los resultados de diversas pruebas demuestran el mejoramiento de las propiedades mecánicas y térmicas de los materiales compuestos [14][59]. Con respecto a los materiales compuestos reforzados con fibras naturales de bambú y empleando como matriz polipropileno, se han encontrado interesantes estudios en cuanto a métodos de extracción, tratamientos superficiales y técnicas de procesamiento, que de acuerdo a los autores, tienen una gran influencia en las propiedades mecánicas y térmicas de los composites resultantes.

Es el caso de Ren et al [44][60], quienes refuerzan una matriz de polipropileno (PP) con fibras de bambú aumentando la compatibilidad entre fibra/matriz con la ayuda de MAPP como agente de acople. Los materiales compuestos fueron procesados mediante la técnica de moldeo por compresión, evaluando los efectos que sufre la aplicación de antioxidantes en el proceso en la resistencia a la degradación termo-oxidativa de dichos composites con el tiempo de inducción oxidativa, la pérdida de peso, el cambio de color y propiedades mecánicas de flexión. Los resultados mostraron que la adición de antioxidantes podría aumentar en gran medida el tiempo de inducción a la oxidación, lo cual reduce la pérdida de peso y el cambio de color de los compuestos; mientras que las propiedades mecánicas de flexión son poco afectadas demostrando una ligera mejoría [44]. Adicionalmente, el efecto de estos antioxidantes fue también analizado en la absorción de humedad, la estabilidad térmica, cristalinidad y propiedades dinamo-mecánicas de estos materiales. Se

observó que hubo un ligero incremento en la absorción de humedad y en la temperatura de transición vítrea; así como una variación no significativa en la cristalinidad y estabilidad térmica del material [60].

Mientras tanto Chunhong et al [61], utilizaron como matriz polipropileno (PP) y fibras naturales de bambú para elaborar materiales compuestos a través de la técnica de moldeo por compresión. Dichos materiales fueron desarrollados con tres tipos de fibras de bambú: sin tratar, tratadas con NaOH al 5% p/v y tratadas con NaOH al 5% p/v seguidas de una solución de silanos al 1%, 3% y 5% p/v. Los resultados revelaron que las propiedades mecánicas óptimas de estos materiales fueron logradas cuando se trataron las fibras con NaOH al 5% seguidas de una solución de silanos al 3%. Se determinó que con los tratamientos superficiales realizados en las fibras, se mejoraron las propiedades higrotérmicas de estos compuestos y por lo tanto, se mejoró la adhesión interfacial entre la fibra y la matriz.

Del mismo modo Cheng et al [62], elaboraron materiales compuestos con polipropileno y fibras de bambú. Para esto, realizaron un tratamiento superficial con carbonato de calcio a diferentes concentraciones (0.1, 0.2 y 0.3 mol/L), aplicado a las fibras naturales de bambú para mejorar las propiedades mecánicas de los materiales obtenidos. Se determinó que este tratamiento mejoró la compatibilidad entre fibra/matriz, obteniendo el mejor resultado con una concentración de carbonato de calcio de 0.2 mol/L, donde se encontró un incremento en la resistencia a la tracción y en el módulo de elasticidad del 10.4% y 16.7%, respectivamente.

Das & Chakraborty [26] y Kang & Kim [63], proponen tratamientos alcalinos con NaOH y NaClO₂, para remover las impurezas contenidas en la superficie de las fibras de GAK y mejorar la capacidad del polímero para adherirse sobre éstas, con este tratamiento también se aumenta la superficie rugosa y el porcentaje de cristalinidad de las fibras, además se disminuye el peso y el diámetro de éstas. Asimismo, sugieren la utilización de aditivos como agentes de acople, tales como silano y MAPP para mejorar la adherencia entre la matriz y las fibras, y por lo tanto, optimizar las propiedades térmicas y mecánicas del compuesto [63].

Por otro lado Zuhudi et al [64], fabricaron mediante la técnica de moldeo por compresión materiales compuestos a partir de polipropileno y tejidos de bambú. Ellos evaluaron las propiedades mecánicas y térmicas de estos composites para ser usados en la industria de autopartes. Los resultados muestran que con un 50% p/p de contenido de bambú, se aumenta la resistencia a la tracción y el módulo de elasticidad en un 238% y 110%, respectivamente, comparado con la matriz neta. Similarmente, se observa un aumento significativo en la resistencia a la flexión de un 180%. La temperatura de fusión y el grado de cristalinidad de los materiales incrementan ligeramente con la incorporación de los tejidos de bambú. Se concluyó que este tipo de materiales poseen un gran potencial para ser utilizados como componentes en interiores de automóviles.

Al-Mamun et al [65], desarrollaron materiales compuestos a partir de polipropileno (PP) y partículas de bambú (bambusa balcoa) mediante el método de moldeo por compresión. Ellos evaluaron propiedades físicas, tales como contenido de humedad y absorción de

humedad y algunas propiedades mecánicas, específicamente la resistencia a la flexión y el módulo de elasticidad como función de la relación de mezcla (50%, 60% y 70% p/p) y el tiempo de prensado (25 min y 30 min). Los compuestos con un contenido de bambú del 50% p/p mostraron la más baja absorción de agua y contenido de humedad; asimismo, las más altas propiedades mecánicas en los diferentes tiempos de prensado. Comparando los tiempos de prensado, el panel hecho con un tiempo de prensado de 30 min y con la misma relación de mezcla presentan un mejor rendimiento. Se concluyó que estos materiales compuestos, pueden ser una buena alternativa para reemplazar los compuestos de madera y plásticos.

Utilizando diferentes técnicas de procesamiento, tales como moldeo por compresión, extrusión, pelletizado e inyección manual, calandrado e inyección manual y extrusión, pelletizado e inyección automática, Valarezo [43], desarrolló materiales compuestos reforzados con fibras de bambú tratadas con NaOH y matrices termoplásticas de LDPE, HDPE y PP con el fin de obtener las mejores propiedades mecánicas en el material compuesto. Se concluyó que el mejor proceso de conformado y con el cual se obtuvieron mejores prestaciones mecánicas se dio mediante extrusión, pelletizado e inyección automática, dado que se obtuvieron probetas con una correcta distribución de fibras y unión de sus componentes.

De los pocos estudios reportados con matrices híbridas se encuentra el de Ying-Chen et al [66], quienes obtuvieron materiales compuestos empleando una matriz híbrida de polipropileno y ácido poliláctico (PP/PLA) reforzados con fibras de bambú; además, utilizaron anhídrido maleico injertado con PP (MAPP) como agente de acople para mejorar la interfase fibra/matriz híbrida. El material compuesto fue elaborado mediante la técnica de extrusión. Se analizaron las propiedades morfológicas, térmicas y reológicas de estos materiales, determinando que se mejoraron dichas propiedades dado que existía una buena interacción entre la interfase fibra/matriz híbrida por la incorporación del MAPP, así como también un aumento en la cristalinidad de estos composites, por la adición de las fibras naturales, en comparación con los polímeros netos.

Finalmente, Nguyen Tri et al [67], estudian la cinética de cristalización mediante DSC de materiales compuestos elaborados a partir de polipropileno reciclado (PPr) y fibras cortas de bambú. Se emplearon diferentes velocidades de enfriamiento (5, 10, 20, 40 °C/min). Los resultados muestran que la presencia de las fibras de bambú en la matriz de PPr incrementa la velocidad de cristalización y disminuyen el tiempo de cristalización en todas las velocidades estudiadas, donde adjudican ésto a que las fibras de bambú actúan como agentes de nucleación en la matriz de PPr, acelerando la cristalización con respecto a la matriz neta de PPr.

En el caso de Colombia, se han venido adelantando diferentes estudios relacionados con el aprovechamiento de las fibras naturales de bambú para ser empleadas como reforzantes de matrices poliméricas. Algunos de los resultados más relevantes se presentan a continuación.

Estrada [12], determinó las propiedades mecánicas de las fibras de *Guadua Angustifolia Kunth* extraídas mediante dos procesos de digestión: alcalino (NaOH) y kraft (NaOH+Na₂S) a diferentes concentraciones. Encuentra que estos tratamientos mejoran significativamente las propiedades mecánicas de las fibras, y poseen un alto potencial para ser implementadas como reforzantes en la industria de los composites.

Cuellar et al [68], le realizaron tratamientos químicos superficiales con NaOH al 5% y 10% p/v a las fibras de *Guadua Angustifolia Kunth* (GAK), evaluando el efecto que tenían estas fibras tratadas sobre las propiedades mecánicas de composites reforzados con 10% y 20% p/p de fibra. Determinaron que hubo un aumento de la resistencia mecánica en los ensayos de compresión e impacto de las muestras con presencia de 10% de fibra y tratadas con una solución de NaOH al 5% p/v respecto a la resina sin refuerzo.

Ariza [69], desarrolló un material compuesto, tipo espuma, a partir de una resina epóxica y fibras de *Guadua Angustifolia Kunth* (GAK), a las muestras de este composite se le realizaron ensayos de compresión y conductividad térmica, se le calculó la densidad, el tamaño de celda y el número de celdas por unidad de volumen. Determinó que la muestra con mejor comportamiento en cuanto a las propiedades mencionadas anteriormente fue la que contenía 20% de fibra, con una resistencia a la compresión de 1.53 MPa, un módulo de elasticidad 36.31 MPa y una conductividad térmica de 0.075 W/mK, resultados que posibilitaban su uso como aislante térmico.

Otros factores importantes que afectan el desempeño de los materiales compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales son: la estructura, la dispersión y orientación de las fibras y las propiedades de la unión fibra-matriz [42].

Fajardo [33], elaboró un material compuesto empleando una matriz termoplástica de polipropileno y fibras naturales cortas de bambú de la especie *Guadua Angustifolia Kunth*. Además, propuso una metodología para determinar el estado de orientación de las fibras en este composite. Concluyó que con dicha metodología, las propiedades mecánicas de estos materiales pueden ser evaluadas y simuladas con mayor precisión a partir de los datos reales del estado de orientación de los materiales compuestos reforzados con fibras naturales, siendo este último, un factor fundamental en las propiedades mecánicas.

Por otro lado, Nahar et al [70], compararon las propiedades de unión fibra-matriz de materiales compuestos desarrollados a partir de fibras de yute-PP y bambú-PP (50 %p/p) mediante la técnica de moldeo por compresión. Para evaluar las propiedades de la unión de la fibra se prepararon muestras compuestas de un solo filamento de fibra (yute y bambú) con dos láminas de PP. Se midieron parámetros de unión interfacial, tales como la longitud crítica (l_c) mediante el modelo Kelly-Tyson y el esfuerzo cortante en la interface (T). La l_c fue de 3500 micrómetros y el T en la interfase fue 4.91 MPa para el sistema bambú-PP y para el sistema yute-PP fue de 3733 micrómetros y 2.14 MPa, respectivamente. Se concluyó que para el sistema bambú-PP la resistencia al cortante en la interfase (T) fue más alta debido a que la fibra de yute tiene un carácter más hidrofílico en comparación con

la fibra de bambú y, dado que el PP es de naturaleza hidrofóbica, este último presenta una mayor afinidad con las fibras de bambú.

Fuentes et al [71], evaluaron mediante ensayos de “pull out” los efectos resultantes de la adhesión interfacial que se producían en sistemas fibra de bambú/matriz termoplástica, para esta última se emplearon matrices de polipropileno (PP), anhídrido maleico injertado en PP (MAPP), fluoruro de polivinilideno (PVDF) y polietilentereftalato (PET). Se concluyó que el mejor trabajo de adhesión fue el presentado en el sistema bambú-PVDF, como consecuencia de las fuertes interacciones físicas que éste presentaba debido a la presencia de un alto componente ácido en el PVDF y un alto componente básico en la superficie de la fibra de bambú, así como una energía superficial relativamente alta para ambas (matriz y fibra).

Ren et al [38], realizaron ensayos de “pull out” para cuantificar las contribuciones de las interacciones físicas y químicas de la unión interfacial entre la fibra de bambú y el PP, las cuales fueron reguladas por diferentes concentraciones de agente de acople (MAPP y silano). Se encontró que la resistencia interfacial (T) fue mejorada con la incorporación de MAPP y Silano, pero con poca significancia para este último. La unión química gradualmente se transformó en un factor dominante para la unión interfacial con el aumento de MAPP, mientras que las uniones físicas fueron siempre las fuerzas dominantes para la modificación interfacial con silanos.

Chattopadhyay et al [72], evaluaron las propiedades mecánicas y térmicas de materiales compuestos reforzados con fibras cortas de la hoja de piña de 2, 4, 6, 8 y 10 mm de longitud. Se determinó que las propiedades mecánicas del composite incrementaban linealmente al aumentar la longitud de las fibras hasta 6 mm, en donde a partir de este valor empezaban a disminuir.

Los resultados anteriores nos indican cómo la elaboración de composites naturales y sus posibles aplicaciones se encuentran altamente perfilados para ser implementados en las industrias actuales y pueden dar pie a nuevos negocios en un futuro. Al analizar estudios a nivel de laboratorio acerca de la elaboración de composites naturales, se reporta una uniformidad en los resultados de sus propiedades mecánicas bajo ciertas condiciones de procesamiento; sin embargo, se debe destacar que cada estudio tiene un manejo particular de dichas condiciones (tipo de agente compatibilizante, tipo de fibra vegetal, método de extracción de la fibra, entre muchos otros), los cuales no se encuentran completamente estandarizados hoy en día, generando contradicciones en las conclusiones reportadas por diferentes autores en la literatura científica [6][73]. Respecto a los resultados encontrados, se observa que los diferentes métodos de extracción y el tipo de fibra, afectan la capacidad de ésta última para actuar como refuerzo en la matriz, además el carácter hidrofílico de las fibras naturales, en general, ocasiona una baja adhesión con las matrices poliméricas. Para que ocurra la adhesión, las fibras deben estar en contacto cercano con la matriz; por lo que se ha recurrido a la adición de tratamientos físicos como descarga por corona o plasma, radiación ultravioleta (UV) y tratamientos térmicos, así como tratamientos químicos dentro

de los que se incluyen la mercerización, acetilación y el uso de agentes de acoplamiento como anhídrido maleico y silanos [10][42][74]. No obstante, debido a que los procesos para la elaboración de composites naturales se encuentran en una etapa exploratoria se presenta una gran dispersión de resultados respecto a las propiedades mecánicas [42][61][62]. Por esta razón, en la actualidad existe un amplio campo de estudio en esta temática y de gran interés para los científicos, encontrándose, por ejemplo, que el número de publicaciones en el tema ha pasado de 138 en 1985 a 900 para el año 2014 [42].

CAPITULO 2

OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL

Desarrollar y evaluar materiales compuestos elaborados a partir de una matriz polimérica termoplástica de polipropileno reforzados con fibras cortas de Guadua Angustifolia Kunth (GAK) mediante la técnica de moldeo por compresión en caliente.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

2.2.1 Obtener fibras de Guadua Angustifolia Kunth (GAK) por los métodos de extracción mecánica, extracción mecánica complementada con un tratamiento superficial químico y Steam Explosion.

2.2.2 Caracterizar morfológica, química y mecánicamente las fibras obtenidas por los diferentes métodos y analizar la incidencia del proceso de extracción en sus propiedades.

2.2.3 Elaborar mediante la técnica de moldeo por compresión en caliente, materiales compuestos a partir de una matriz polimérica termoplástica de polipropileno y fibra corta de Guadua Angustifolia Kunth (GAK).

2.2.4 Estudiar el efecto que produce el contenido de fibra corta de GAK y de agente de acople (MAPP) en el comportamiento mecánico y térmico de los composites elaborados mediante la implementación de un diseño de experimentos factorial 3^k .

2.2.5 Realizar un análisis de resultados, apoyado en la herramienta estadística de diseño de experimentos factorial 3^k , de las propiedades y comportamiento (mecánicas y térmicas) de los materiales compuestos desarrollados a fin de obtener el mejor composite natural con miras a su aplicación en la industria automotriz.

CAPÍTULO 3

METODOLOGÍA

En este capítulo se describen los materiales y métodos empleados en el desarrollo experimental del proyecto de investigación. Asimismo, se detallan los equipos utilizados y los ensayos de caracterización realizados.

3.1 MATERIALES

3.1.1 Refuerzo

Se empleó como materia prima culmos (troncos) de bambú "*Guadua Angustifolia Kunth (GAK)*" sin ningún tratamiento, con un periodo de madurez entre 3 y 4 años. El material fue recolectado en el municipio de Santa Fé de Antioquia (Colombia). Esta región se encuentra localizada a una altitud de 540 msnm, su temperatura promedio es de 27°C y tiene una precipitación de 1100 mm [75].

3.1.2 Matriz

Como matriz se utilizaron pellets de polipropileno homopolímero HOPELEN H1500 grado inyección, proporcionado por LOTTE CHEMICAL. En la tabla 3.1, se describen las propiedades más importantes de dicho material. Una mayor información se muestra en la ficha técnica del producto (ver anexo 1).

Tabla 3. 1 Propiedades del polipropileno HOPELEN H1500 - LOTTE

Propiedad	Método de ensayo	Valor	Unidad
Índice de fluidez	ASTM D1238	12	g/10 min
Densidad	ASTM D792	0.9	g/cm ³
Resistencia a la tracción	ASTM D638	34	MPa
Módulo de flexión	ASTM D790	1470	MPa
Resistencia al impacto Izod (23°C)	ASTM D256	29	J/m

3.1.3 Agente de acople (compatibilizador)

Como agente de compatibilización se utilizaron pellets de anhídrido maleico injertado en polipropileno (MAPP), suministrados por la empresa SIGMA-ALDRICH. Una mayor información se muestra en la ficha técnica del producto (ver anexo 2).

3.1.4 Tratamiento superficial químico (Mercerización)

Para este tratamiento se utilizaron pellets de hidróxido de sodio (NaOH) grado analítico, disponibles a nivel comercial.

3.2 METODOLOGÍA

3.2.1 Obtención de las fibras de GAK

Las fibras de GAK fueron aisladas y acondicionadas mediante los siguientes métodos de extracción:

a. Extracción mecánica

Inicialmente, los culmos de GAK fueron cortados en secciones de aproximadamente 15 cm. Para la extracción de las fibras, se ubicaron estos culmos (previamente acondicionados) en una máquina fresadora (marca ICOMOM); la cual, tenía integrada una herramienta tipo fresa (ángulo de trabajo de 90°) que funcionaba de forma automática y era la encargada de aislar de manera uniforme las fibras de GAK, empleando los parámetros descritos en la tabla 3.2.

Tabla 3. 2 Parámetros utilizados en el método de extracción mecánica

Parámetro	Valor	Unidad
Velocidad de giro de la fresa	1050	rpm
Profundidad de corte de la fresa	0.3	mm

Cabe anotar que la fibra que se recogía tenía un diámetro entre 300 μm y 400 μm aproximadamente, y era obtenida luego de haber retirado la capa externa (corteza) del culmo de GAK, donde no había presencia de fibra. La porción de fibra producida mediante este método fue alrededor de 1000 gramos, con el fin de obtener la cantidad de probetas requeridas para los ensayos mecánicos preliminares que debían ser realizados. En la figura 3.1, se muestra el montaje utilizado y las fibras extraídas mediante dicho método.

Esta experimentación fue realizada en el Laboratorio de Máquinas y Herramientas de la Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín.



Figura 3. 1 Método de extracción. a) Montaje experimental. b) Fibra de GAK obtenida mediante extracción mecánica

b. Extracción mecánica complementada con un tratamiento superficial químico de solución alcalina (NaOH)

En este método de extracción, una fracción de las fibras de GAK (alrededor de 500 gramos) obtenidas mecánicamente (apartado a del numeral 3.2.1) fueron sumergidas en hidróxido de sodio (NaOH), con el fin de remover impurezas superficiales y componentes no celulósicos tales como lignina, hemicelulosa y ceras [42].

Luego de una revisión previa en la literatura [43][61][76]–[78], se determinaron los parámetros a utilizar durante el tratamiento superficial químico, estos fueron: concentración de NaOH (5%p/v), temperatura (30°C) y tiempo de tratamiento (30 min), con agitación constante. Durante este procedimiento, las fibras de GAK se ubicaron en una plancha de calentamiento de agitación magnética, con una relación de 20 gramos de fibra por litro de solución alcalina. Después, las fibras tratadas fueron lavadas con abundante agua destilada hasta pH neutro y secadas primero al ambiente por 24 horas y posteriormente, llevadas a un horno, durante 12 horas a una temperatura de 105°C. Una descripción del método de extracción y las fibras obtenidas se presenta en la figura 3.2.

Esta experimentación fue realizada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín.

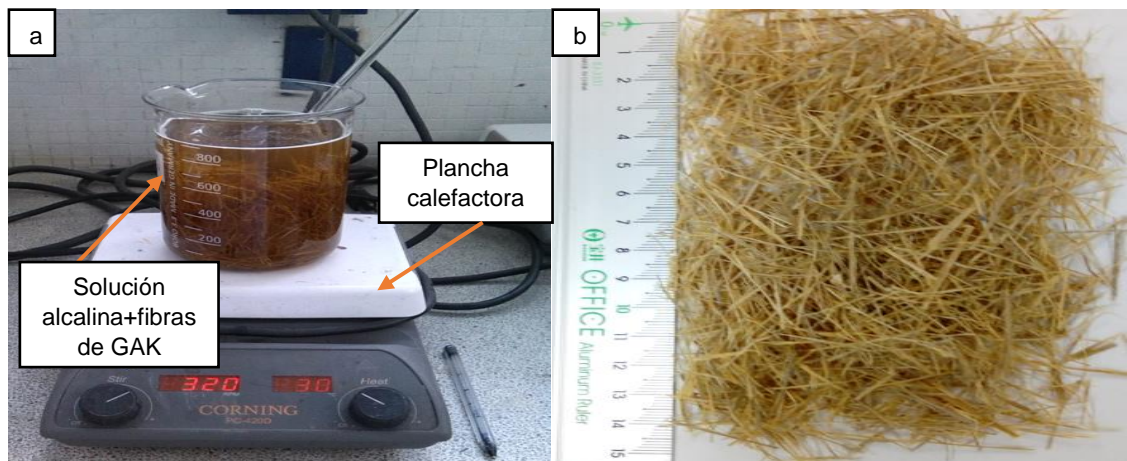


Figura 3. 2 Método de extracción mecánica con tratamiento superficial químico. a) Montaje experimental. b) Fibras de GAK extraídas mecánicamente con tratamiento alcalino

c. Extracción mediante Steam Explosion

Para separar las fibras de guadua con la ayuda del equipo de Steam Explosion, se utilizó además, una caldera con el fin de optimizar este proceso de extracción. Previamente, se hizo un acondicionamiento de los culmos de GAK, cortándolos en pequeños pedazos (chips) como se muestra en la figura 3.3.



Figura 3. 3 Chips de GAK

El procedimiento utilizado para aislar las fibras, consistió en introducir alrededor de 200 gramos de chips de GAK con 2 litros de agua en el equipo de Steam Explosion (reactor discontinuo), sometiendo este material a altas temperaturas y presiones durante determinado tiempo hasta alcanzar la severidad deseada; finalmente, se producía una expansión súbita mediante una válvula ubicada debajo del reactor superior, con la cual, se modificaba y separaba las fibras de guadua [79]. En esta experimentación, el nivel de severidad al que fueron sometidas las fibras fue de 3.3. Lo anterior, se determinó luego de realizar un estudio previo variando el grado de severidad (3.3, 3.6 y 3.8) [80].

Se obtuvo un total de 600 gramos de fibra de GAK a severidad 3.3, con el fin de producir la cantidad de probetas requeridas para los ensayos mecánicos. Los parámetros utilizados en cada lote extraído, se describen en la tabla 3.3. Es importante tener en cuenta, que el tiempo requerido para alcanzar la severidad deseada es función de la temperatura de calentamiento previa del equipo. Esta parte del proceso es muy importante, debido a que el material además de sufrir cambios físicos, también sufre modificaciones químicas por lo cual hay que controlar muy bien el proceso, garantizando que la severidad a la que se somete el material sea la requerida [79].

Tabla 3. 3 Parámetros utilizados en el equipo de Steam Explosion

Cantidad de GAK	200 gramos
Cantidad de agua	2 litros
Severidad	3.3 (adimensional)
Presión	Entre 150 PSIG y 200 PSIG
Tiempo	Entre 20 min y 30 min
Temperatura	Entre 177 °C y 190°C

Después de la extracción, el material fue secado primero a temperatura ambiente durante 24 horas y posteriormente, en un horno a 80°C por un periodo de 10 horas. En las figuras 3.4 y 3.5, se observa el equipo de Steam Explosion utilizado y el material obtenido en esta experimentación, respectivamente.

Esta extracción fue realizada en el laboratorio PGWOOD perteneciente al Grupo de Investigación en Nuevos Materiales y Procesos de Transformación (GIMaT) de la Universidad Politécnica Salesiana de Cuenca, Ecuador.

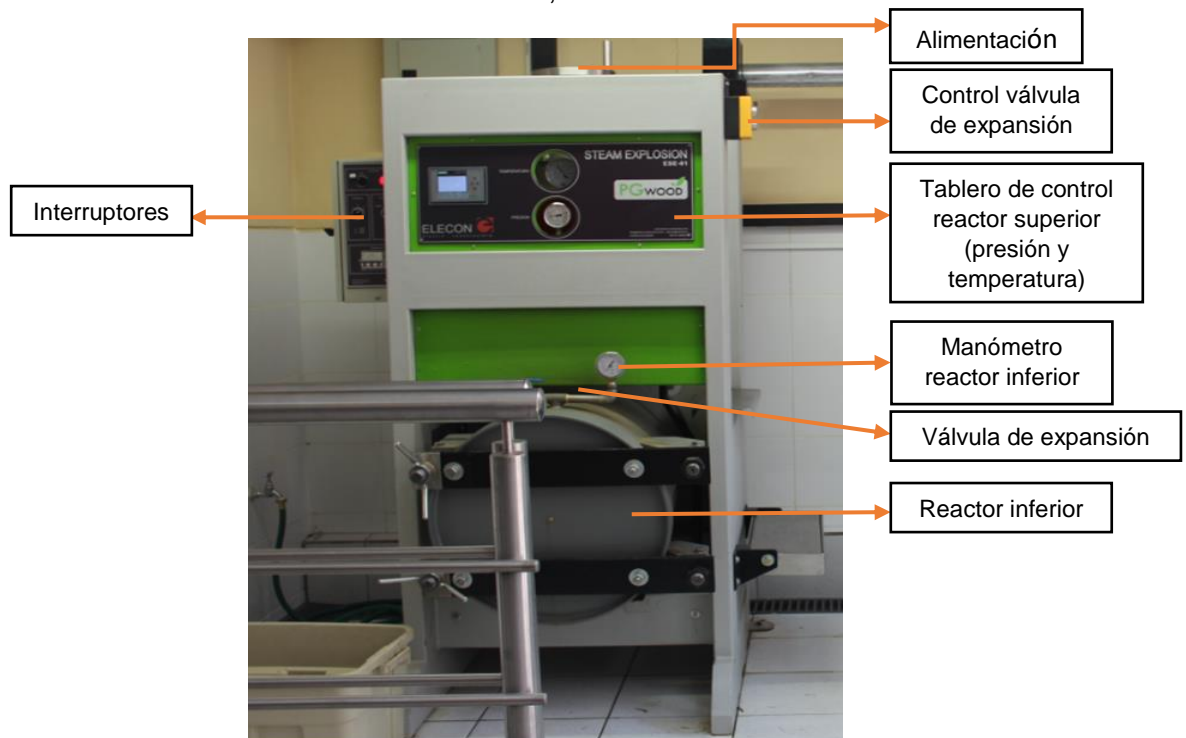


Figura 3. 4 Equipo de Steam Explosion



Figura 3. 5 Fibra extraída mediante el equipo de Steam Explosion

3.2.2 Caracterización química de las fibras de GAK

A cada tipo de fibra obtenida mediante los métodos de extracción descritos en el numeral 3.2.1, se les realizó un análisis cuantitativo (% p/p), determinando así, la variación en su composición química. Se utilizó como punto de referencia datos reportados por otros autores. Los componentes químicos finales se calcularon según las normas indicadas en la tabla 3.4.

Para este análisis, inicialmente las muestras fueron secadas a una temperatura de 100°C por un periodo de 12 horas, con el fin de eliminar la humedad que éstas contenían. Luego, se pesó alrededor de 1 gramo de cada muestra seca; el cual se tomó como el peso inicial (100%) y a partir de éste, se calcularon los porcentajes de cada constituyente químico.

Esta experimentación fue realizada en el Laboratorio del Grupo de Investigación en Biotecnología – CIBIOT de la Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín.

Tabla 3. 4 Normas utilizadas en los análisis de composición química de las fibras de GAK

Componente químico	Norma
Elementos acuosos	ASTM D1110-84
Lignina Klason	TAPPI T222 om-02
Hemicelulosa	Método reportado por Sun & Hughes [81]
Celulosa	Método reportado por Sun & Hughes [81]
Cenizas	UNE 57050:2003

3.2.3 Caracterización mecánica de las fibras de GAK

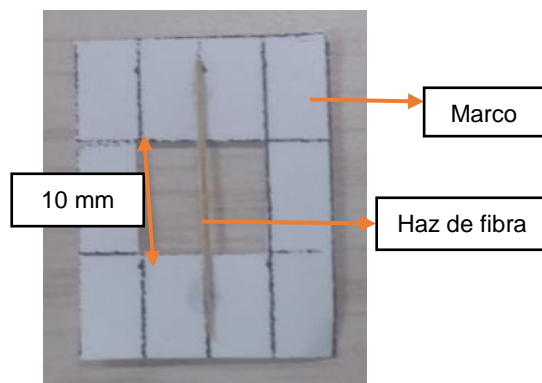
a. Elaboración de las probetas para los ensayos de tracción

Por medio de ensayos de tracción se determinaron las propiedades mecánicas de las fibras de GAK, específicamente la resistencia a la tracción y el módulo de elasticidad. Las probetas y las pruebas fueron elaboradas con base a la norma ASTM D3822-14 [82], la cual fundamenta el procedimiento experimental para realizar ensayos de tracción a fibras naturales. Dado que una sola microfibrilla de celulosa tiene un diámetro muy pequeño (entre 10 y 20 μm), es importante aclarar que las fibras obtenidas mediante los diferentes métodos de extracción son en realidad haces de fibras de GAK (varias microfibrillas de celulosa embebidas en una matriz amorfa de lignina) [83].

Durante la preparación de las probetas, los haces de fibras fueron separados manualmente y secados en un horno a una temperatura de 100°C por un periodo de 12 horas. Luego, éstos se fijaron en los extremos de soportes de papel usando cianocrilato como adhesivo. El soporte de papel fue diseñado con una longitud calibrada de 10 mm como se muestra en la figura 3.6.

El cálculo del diámetro aparente de cada fibra se hizo mediante la técnica del perfil proyectado (asumiendo que el diámetro en la sección transversal de éstas era circular) [84]; para lo anterior, a cada fibra se le realizaron seis mediciones a lo largo de su longitud, sacando finalmente un promedio de los valores obtenidos. Estas medidas fueron tomadas empleando un microscopio óptico marca LEICA con un aumento de 50X y, apoyado del software IQMATERIALS. Este equipo se encuentra ubicado en el Laboratorio de Microdureza de la Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín.

Por último, las probetas se acondicionaron durante 12 horas antes de los ensayos en un ambiente con Humedad Relativa de $69\pm 1\%$ y una temperatura de 21 ± 1 °C según la norma ASTM D1776-15 [85].



**Figura 3. 6 Probeta utilizada durante los ensayos de tracción en fibras de GAK.
Norma ASTM D3822-14**

b. Ensayos mecánicos de las fibras de GAK

En el laboratorio del Grupo de Investigaciones Agroindustriales (GRAIN) de la Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín; se realizaron los ensayos de tracción uniaxial a las fibras de GAK extraídas, determinando específicamente las propiedades de resistencia a la tracción y el módulo de elasticidad. Esta experimentación fue realizada siguiendo el procedimiento descrito por la norma ASTM D3822-14 en un texturómetro marca TAXT plus [82]. Se utilizó una celda de carga de 50 Kgf y el análisis de datos fue realizado mediante el software Exponent. Para cada método de extracción, se fallaron alrededor de 60 probetas de fibra (previamente acondicionadas). Los parámetros usados en estos ensayos se presentan en la tabla 3.5.

Tabla 3. 5 Parámetros utilizados en los ensayos mecánicos realizados a las fibras de GAK

Parámetro	Valor	Unidades
Longitud de calibración	10	mm
Velocidad de ensayo	1.2	mm/min
Escala de desplazamiento	1	mm

Las probetas ubicadas en el texturómetro, fueron sujetadas primero de la mordaza inferior y después de la superior, teniendo cuidado de cortar los extremos del soporte de papel sin rozar la fibra, de tal manera que únicamente fuera aplicada la carga al haz de fibra y no al soporte. La celda de carga fue calibrada en cero y, se inició el ensayo de tracción registrando los datos de esfuerzo y deformación continuamente. En la figura 3.7, se observa el montaje utilizado en los ensayos de tracción.

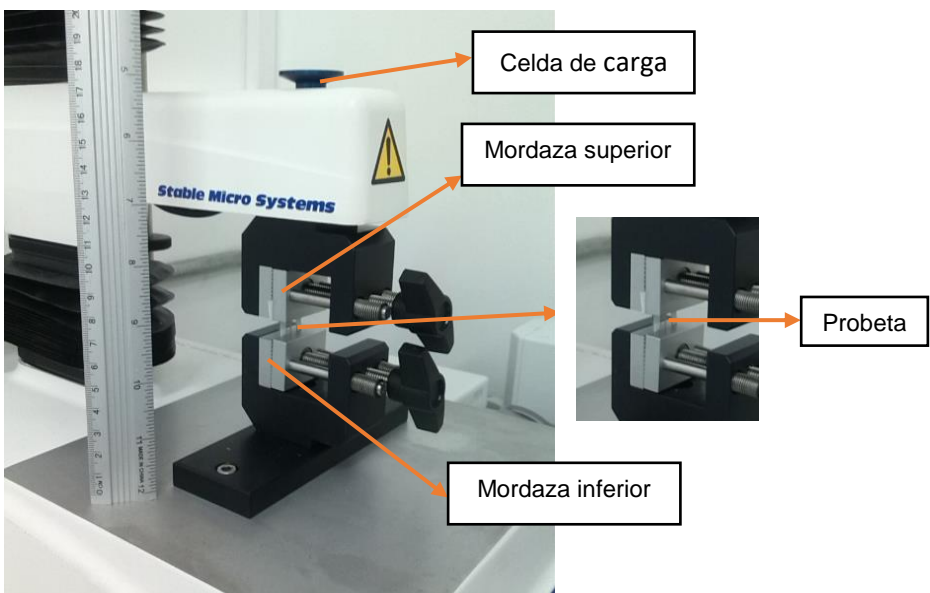


Figura 3. 7 Montaje utilizado en los ensayos mecánicos de las fibras de GAK

3.2.4 Caracterización morfológica de la fibra de GAK

Luego de aislar las fibras de GAK mediante los diferentes métodos de extracción (numeral 3.2.1), se analizó la morfología de éstas en estado aislado empleando un equipo de microscopía electrónica de barrido (SEM - JEOL modelo JCM-6000Plus), con un voltaje de 15 kV en condiciones de alto vacío. Para ello, las muestras fueron cubiertas por una capa conductora de partículas de oro, mediante la técnica de recubrimiento “Sputtering” o pulverización catódica. En este análisis se observaron los microdefectos, la intensidad de éstos y los residuos y/o componentes que quedaron ubicados sobre la superficie de las fibras. Lo anterior, fue fundamental para determinar de manera cualitativa, la estructura final de las fibras obtenida en los diferentes métodos de extracción.

Esta caracterización fue realizada en el equipo SEM ubicado en el Edificio de Laboratorios Monseñor Félix Henao Botero de la Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín.

3.2.5 Procesamiento de la fibra GAK

Después de la caracterización (mecánica, química y morfológica) de las fibras de GAK obtenidas por los diferentes métodos de extracción (numeral 3.2.1) y, definir cuales presentaban las mejores propiedades mecánicas (equipo de Steam Explosion), se procedió a la extracción y procesamiento continuo de las fibras utilizando la metodología descrita a continuación.

Inicialmente, las fibras extraídas se secaron a una temperatura de 105 °C por 2 horas con el fin de remover la humedad que éstas contenían. Posteriormente, se introdujeron en un molino de cuchillas marca RETSCH (velocidad: 1440 rpm, criba: 4 mm); reduciendo el tamaño de las muestras. El material procesado fue clasificado por medio de una tamizadora marca RETSCH. Para la elaboración de los composites, se utilizaron las fibras retenidas en las mallas 60 (250 µm) y 100 (150 µm) según la norma ASTM E11 [86]. En la figura 3.8, se puede observar las fibras cortas de GAK luego del procesamiento.

Esta experimentación fue realizada en el laboratorio PGWOOD perteneciente al Grupo de Investigación en Nuevos Materiales y Procesos de Transformación (GIMaT) de la Universidad Politécnica Salesiana de Cuenca, Ecuador.



Figura 3. 8 Fibras cortas de GAK malla 60 y 100

3.2.6 Elaboración de los materiales compuestos

Esta investigación comprende el estudio del efecto que producen las variables de proceso, específicamente, la concentración de fibras cortas de GAK y de agente de acople (MAPP) en el comportamiento mecánico y térmico de un material compuesto desarrollado a partir de una matriz termoplástica de polipropileno y fibras cortas de bambú de la especie “Guadua Angustifolia Kunth – GAK”, mediante la técnica de moldeo por compresión en caliente. De ahí, dando continuación a lo trabajado por Jorge Isaac Fajardo¹, quien es estudiante de doctorado de la UPB y con base a una revisión bibliográfica previa [76][87][88], se utilizó un diseño de experimentos factorial 3², teniendo como factores controlables la concentración de la fibra de GAK y la concentración de MAPP a tres niveles cada uno y, como variable de respuesta el “módulo de elasticidad” del material compuesto. Para un mejor entendimiento, en la figura 3.9 se ilustra un esquema general del diseño de experimentos que se utilizó.

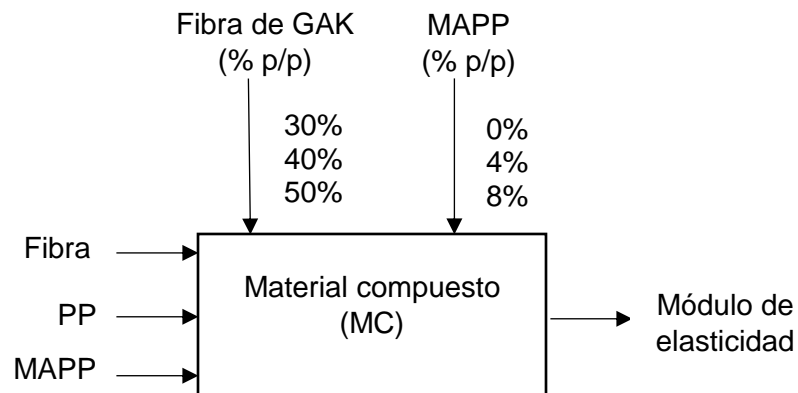


Figura 3. 9 Esquema del diseño de experimentos utilizado en la elaboración de los materiales compuestos

¹Actualmente, se encuentra desarrollando su tesis doctoral relacionada con el modelamiento del comportamiento mecánico de materiales compuestos poliméricos reforzados con fibras cortas de GAK.

Empleando el software estadístico Statgraphics [89], se determinó el orden experimental usado para la elaboración de las diferentes configuraciones de los materiales compuestos y de los ensayos mecánicos y térmicos de los mismos, dichas combinaciones se presentan en la tabla 3.6.

Tabla 3. 6 Orden experimental utilizado en la elaboración de los materiales compuestos

Corrida	Fibra (% p/p)	MAPP (% p/p)
1	30	0
2	40	4
3	50	0
4	30	4
5	50	4
6	40	8
7	50	8
8	40	0
9	30	8
Control	0	0

Previamente a la elaboración de los materiales compuestos, las fibras de GAK y pellets de polipropileno fueron sometidos a un análisis termogravimétrico (TGA) como se muestran en las figuras 3.10 y 3.11. Con lo anterior, se determinó el límite de la temperatura máxima de procesamiento de los composites.

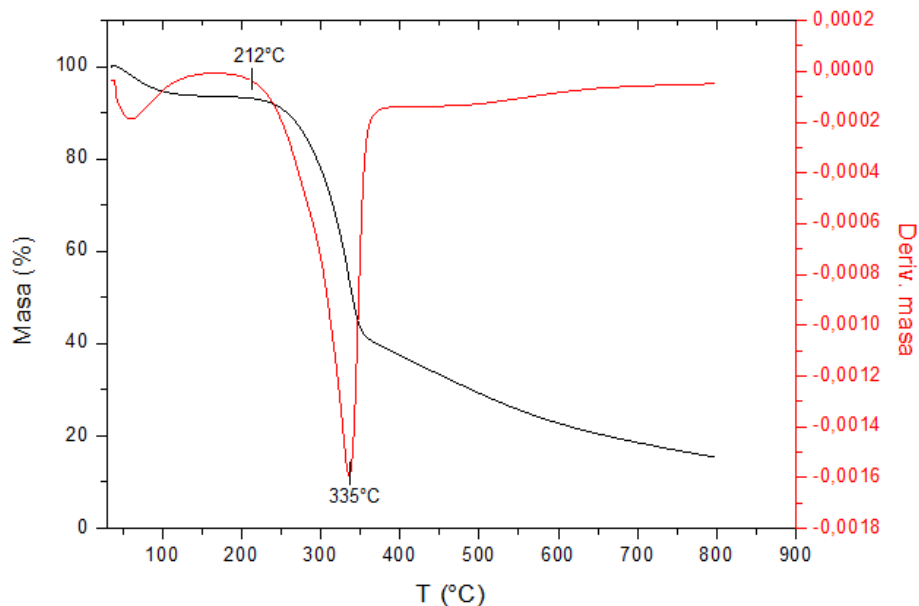


Figura 3. 10 Análisis térmico de la fibra de GAK. Línea negra (TGA), línea roja (DTG)

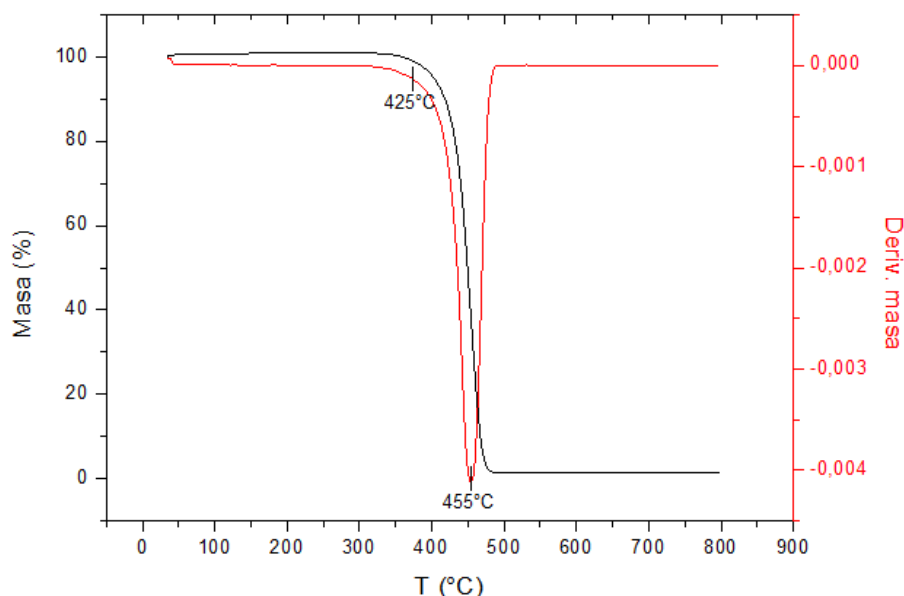


Figura 3. 11 Análisis térmico de los pellets de polipropileno. Línea negra (TGA), línea roja (DTG)

Como se observa en las figuras 3.10 y 3.11, la degradación de las fibras de GAK inicia aproximadamente a los 212°C. De ahí, se determinó que la temperatura máxima que se utilizaría durante el procesamiento de los composites sería de 200°C con el fin de no afectar las propiedades mecánicas del refuerzo, ya que la matriz iniciaba su degradación a una temperatura más alta (alrededor de 425°C). Luego de definir ésto, las materias primas (fibras cortas de GAK, polipropileno y MAPP) fueron secadas a una temperatura de 80°C durante 10 horas y, mezcladas de manera manual siguiendo el orden experimental propuesto en la tabla 3.6, obteniendo aproximadamente 1500 gramos de cada combinación de material compuesto. Las láminas de material compuesto se obtuvieron por medio de las técnicas combinadas de extrusión, pelletización y moldeo por compresión en caliente como se describe a continuación.

a. Extrusión y pelletización de los materiales compuestos

Las materias primas mezcladas manualmente, fueron alimentadas en una extrusora marca Dr. Collin monohusillo, a fin de obtener mezclas homogéneas de las diferentes configuraciones de material compuesto. Este equipo estaba dividido en 4 zonas de calentamiento y su perfil de temperaturas se distribuía de la siguiente manera: 170°C, 180°C, 190°C y 200°C; asimismo, la velocidad de tornillo para dicho procesamiento se fijó en 60 rpm.

Dado que la extrusora era monohusillo, se hizo un proceso de molienda a la mezcla de material compuesto que se había obtenido inicialmente. Para ello, se procedió a extruir por segunda vez los materiales, con una velocidad de tornillo de 40 rpm, garantizando un mayor tiempo de residencia del material dentro de la extrusora. Dicho material (perfil), fue

conectado en línea a una pelletizadora, obteniendo pellets de tamaño uniforme. En la figura 3.12 y 3.13, se muestran los equipos empleados (extrusora, pelletizadora) y el producto final (pellets de material compuesto), respectivamente.

Este procesamiento fue realizado en el Laboratorio de Transformación de Polímeros perteneciente al Grupo de Investigación en Nuevos Materiales y Procesos de Transformación GIMaT de la Universidad Politécnica Salesiana de Cuenca – Ecuador.

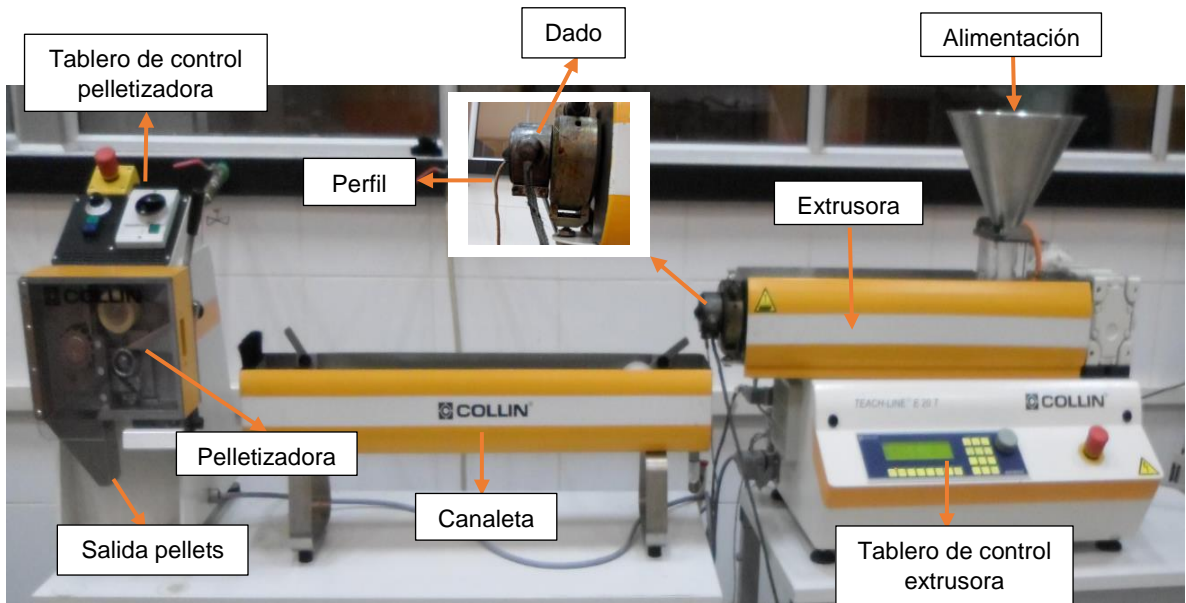


Figura 3. 12 Equipos (extrusora y pelletizadora) empleados durante el procesamiento de los materiales compuestos

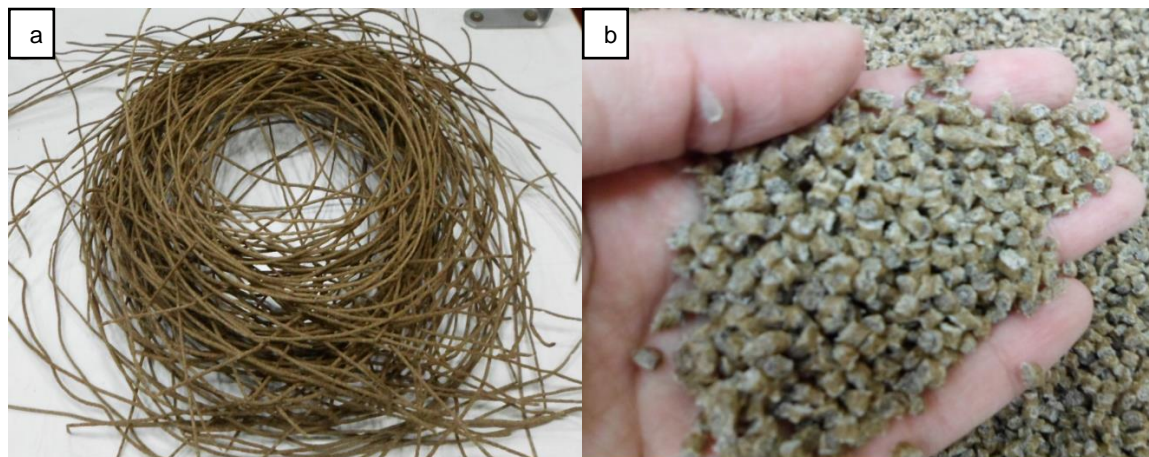


Figura 3. 13 Materiales obtenidos mediante el proceso de extrusión. a) Material compuesto extruido (Perfil). b) Pellets de material compuesto

b. Fabricación de los materiales compuestos mediante moldeo por compresión en caliente

Para la fabricación de las láminas de materiales compuestos, previamente se hizo una revisión bibliográfica relacionada con la técnica de moldeo por compresión en caliente [42][70][76][87][90][91]; con el fin de determinar los parámetros adecuados a utilizar durante el procesamiento de los composites.

Inicialmente, los pellets de material compuesto fueron secados en un horno a 80 °C por un periodo de 12 horas. Después, éstos se depositaron en un molde rectangular con dimensiones 150x100x3 mm³ recubierto con una película de aluminio, evitando que éste se adhiriera a las láminas de material compuesto.

Para la elaboración de cada lámina, el molde fue cargado con aproximadamente 45 gramos de pellets de material compuesto (de las diferentes configuraciones); adicionalmente, dicha cantidad de material fue aumentada un 10%, garantizando un mejor llenado del molde. Posteriormente, el molde fue ubicado en una prensa hidráulica con control de temperatura, en la cual se realizó el proceso de moldeo por compresión en caliente. Este proceso fue ejecutado en varias etapas: primero, se hizo un precalentamiento a 200°C por 6 minutos a 0.75 MPa, con el objetivo de ayudar a fluir la mezcla dentro del molde; luego hubo una liberación de presión inmediata, seguida de una etapa de prensado durante 2 minutos a 10 MPa y, nuevamente una liberación de presión por 1 minuto. A continuación, se hizo otro prensado por 2 minutos a 10 MPa y finalmente, una etapa de enfriamiento por un tiempo de 20 minutos a presión constante de 10 MPa.

Los parámetros de procesamiento empleados durante la elaboración de los composites, fueron elegidos a partir de ensayos previos; que permitieron por inspección visual, verificar cuales de éstos eran los apropiados para obtener láminas sin presencia de burbujas y/o defectos visibles, así como el llenado completo del molde. En las figuras 3.14 y 3.15, se presentan las curvas de temperatura y presión utilizadas en la técnica de moldeo por compresión en caliente y una lámina de material compuesto obtenida en esta experimentación, respectivamente. Este mismo proceso fue empleado en la elaboración de 40 láminas, requeridas para los ensayos mecánicos y térmicos propuestos en esta investigación.

Esta experimentación fue realizada en el Laboratorio de Materiales Poliméricos de Grupo de Investigación de Materiales y Energía – MATyER del Instituto tecnológico Metropolitano (ITM).

Condiciones de temperatura y presión durante el proceso de moldeo por compresión en caliente

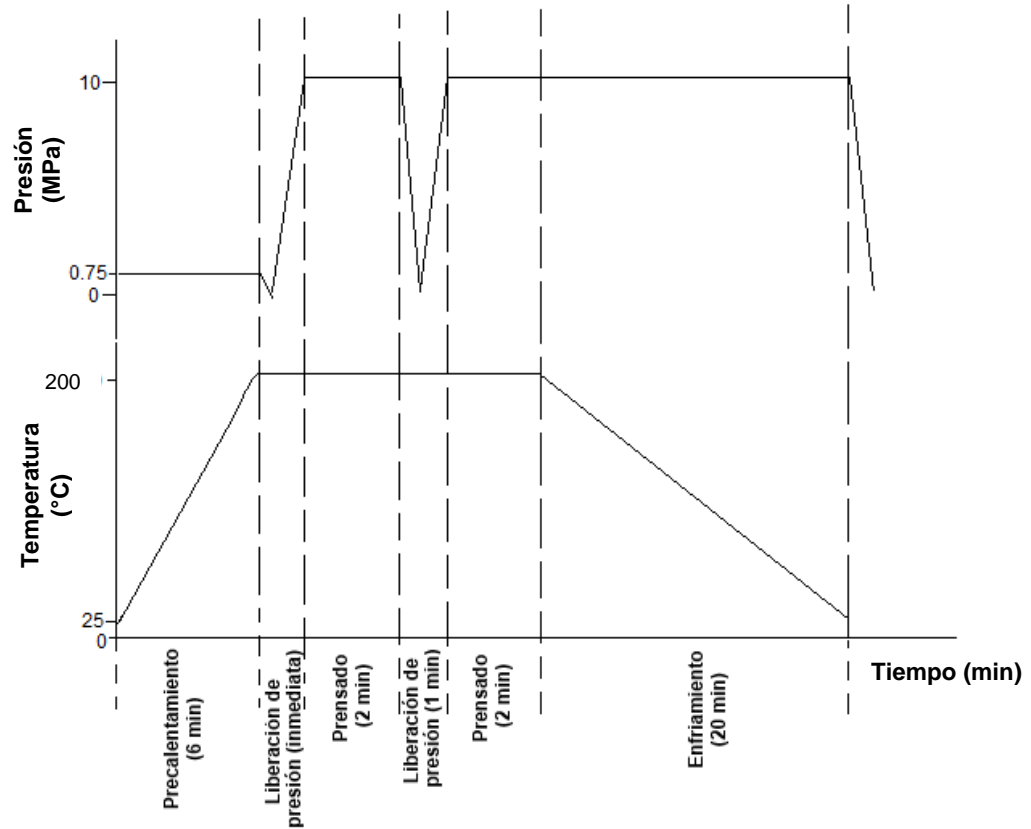


Figura 3. 14 Curvas de temperatura y presión utilizadas en proceso de moldeo por compresión en caliente



Figura 3. 15 Lámina de material compuesto

3.2.7 Fabricación de probetas

El proceso de manufactura de probetas se hizo de acuerdo a lo exigido según las normas ASTM, estipuladas para cada tipo de ensayo mecánico. Los cortes de las probetas se realizaron en una máquina CNC marca MILLTRONICS modelo VM20, perteneciente al Instituto Tecnológico Metropolitano (ITM).

3.2.8 Caracterización mecánica de los materiales compuestos

Las láminas de PP virgen y de materiales compuestos fueron caracterizadas mecánicamente. En concreto, se realizaron ensayos de tracción, flexión, dureza e impacto. Los procedimientos se describen a continuación.

a. Ensayos de tracción

Los ensayos de tracción fueron realizados teniendo en cuenta el procedimiento detallado en la norma ASTM D638-14 utilizando las probetas tipo IV como se muestra en la figura 3.16 [92]. Se ensayaron alrededor de 8 probetas a fin de eliminar los valores obtenidos más alejados del promedio y de esta manera obtener una desviación estándar menor al 10% con respecto a las 5 muestras que exige la norma. Se calcularon, específicamente, las propiedades de resistencia a la tracción, módulo de elasticidad y la elongación máxima.

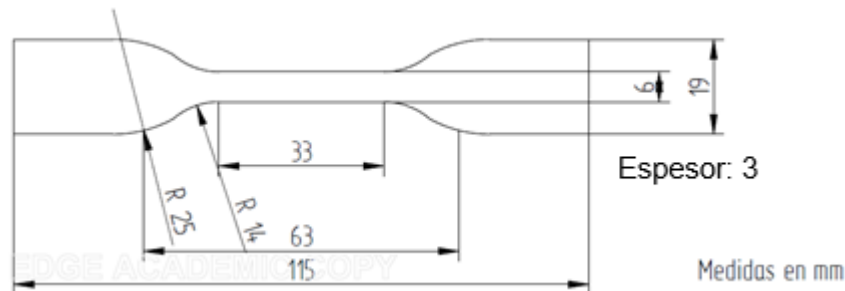


Figura 3. 16 Probeta tipo IV para los ensayos de tracción

Previamente, se hizo un acondicionamiento de las probetas a ensayar, en un ambiente con una humedad relativa de 53% y una temperatura de 21°C, durante un periodo de tiempo de 40 horas según la norma ASTM D618-13 [93]. Los ensayos fueron realizados en una máquina universal de ensayos marca INSTRON 5582 ubicada en el Laboratorio de Resistencia de Materiales de la Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín.

En los ensayos se utilizó el software INSTRON BLUEHILL para registrar los datos, una celda de carga de 30 kN y una velocidad de aplicación de carga de 5 mm/min. La figura 3.17, presenta el montaje utilizado en los ensayos de tracción.

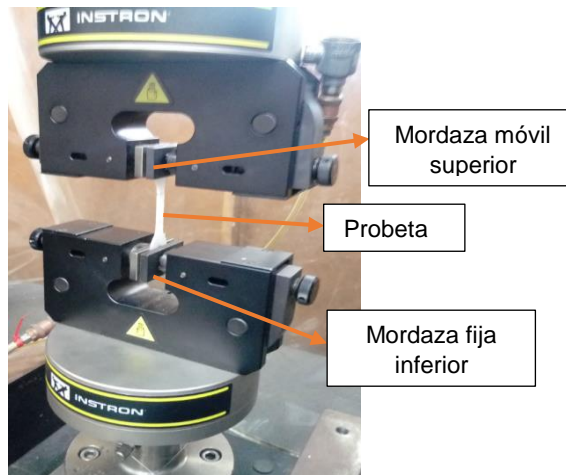


Figura 3. 17 Montaje experimental utilizado en los ensayos de tracción

El criterio de eliminación de datos fue realizado mediante el método estadístico “Grubbs test for Outlying Observations”, descartando el valor T más alto de los datos analizados. Éste se calculó por medio de la ecuación 3.1 [94].

$$T = \frac{|\bar{X}_n - X_i|}{\sigma_n} \quad (\text{Ecuación 3.1})$$

Dónde:

T: Error implicado en la eliminación

\bar{X}_n : Valor medio de las muestras

X_i : Valor de la muestra i

σ_n : Desviación estándar de las muestras

b. Ensayos de flexión a tres puntos

Los ensayos de flexión a tres puntos fueron realizados aplicando el procedimiento A, descrito en la norma ASTM D790-10 [95]. En la figura 3.18, se muestra un esquema de la probeta utilizada durante la experimentación. Se ensayaron alrededor de 8 probetas a fin de eliminar, los valores obtenidos más alejados del promedio y de esta manera obtener una desviación estándar menor al 10% con respecto a las 5 muestras que exige la norma; el criterio de eliminación utilizado, se describe en el apartado a del numeral 3.2.8. Las propiedades que se determinaron fueron la resistencia a la flexión y el módulo de flexión en las diferentes configuraciones de los materiales compuestos.



Figura 3. 18 Probeta utilizada en los ensayos de flexión a tres puntos

Previamente a los ensayos, se acondicionaron las probetas en un ambiente con un porcentaje de humedad relativa de 55% y una temperatura de 21°C durante un periodo de tiempo de 40 horas, según la norma ASTM D618-13 [93]. Éstos fueron realizados en una máquina universal marca INSTRON 5582, ubicada en el Laboratorio de Resistencia de Materiales de Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín. En la figura 3.19, se presenta el montaje experimental utilizado en esta experimentación.

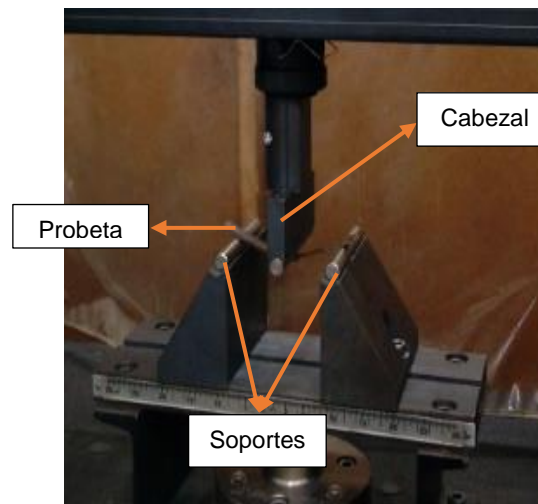


Figura 3. 19 Montaje experimental utilizado en los ensayos de flexión a tres puntos

Se utilizó el programa INSTRON BLUEHILL para registrar los datos y una celda de carga de 30 kN. Asimismo, se determinaron los parámetros de ensayo de acuerdo a lo recomendado por la norma ASTM D790-10; la cual, sugiere una relación entre el espesor de la probeta (d) y la distancia entre apoyos (L) de 16:1, 32:1, 40:1 ó 60:1. Para esta experimentación, la relación utilizada fue de 32:1 y el espesor de las probetas fue de 3 mm. Con base a lo anterior, se calculó la distancia entre apoyos mediante la ecuación 3.2.

$$L = 32 * d = 96 \text{ mm} \quad (\text{Ecuación 3.2})$$

Dónde:

L = Distancia entre apoyos (mm)

d = Espesor de la probeta (mm)

Para el cálculo de la velocidad del cabezal (R) se utilizó la ecuación 3.3 descrita a continuación:

$$R = \frac{ZL^2}{6d} = 5.12 \frac{mm}{min} \quad (\text{Ecuación 3.3})$$

Dónde:

R: Velocidad del cabezal, mm/min

Z: Velocidad de deformación de la fibra exterior, mm/mm/min. Z =0.01 (Valor recomendado según la norma ASTM D790-10)

Finalmente, la deflexión máxima en el ensayo fue determinada de acuerdo a la ecuación 3.4.

$$D = \frac{rL^2}{6d} = 25.6 \text{ mm} \quad (\text{Ecuación 3.4})$$

Dónde:

D= Deflexión máxima (mm)

r= Deformación (mm). r=0.05 (Valor recomendado según la norma ASTM D790-10)

c. Ensayos de dureza

Antes de realizar los ensayos, las muestras fueron acondicionadas en un ambiente con un porcentaje de humedad relativa de 55% y una temperatura de 22°C durante 40 horas, según la norma ASTM D618-13 [93]. Los ensayos de dureza superficial se llevaron a cabo en un medidor de dureza tipo Shore D marca Bareiss, con escala análoga de 0-100, ilustrado en la figura 3.20, según el procedimiento descrito en la norma ASTM D2240-15 [96]. A cada configuración del material compuesto se le realizaron alrededor de 8 indentaciones, sacando finalmente un promedio de estas medidas. Esta experimentación fue realizada en las instalaciones de la empresa ANDERCOL-Medellín.



Figura 3. 20 Durómetro Shore D marca Bareiss de escala análoga

d. Ensayos de impacto

Previamente, las probetas fueron acondicionadas en un ambiente con porcentaje de humedad relativa de 56% y una temperatura de 21°C por 40 horas con base a la norma ASTM D618-13 [93]. Los ensayos de impacto en los materiales compuestos se llevaron a cabo en una máquina de ensayos de péndulo tipo IZOD marca SATEC Systems según la norma ASTM D256-10 [97]. Las probetas se ubicaron en la máquina como una viga en voladizo, en posición vertical de tal manera que la entalla de la muestra quedara ubicada en dirección del impacto.

Se ensayaron alrededor de 8 probetas a fin de eliminar, los valores obtenidos más alejados del promedio y de esta manera obtener una desviación estándar menor al 10% con respecto a las 5 muestras mínimas que exige la norma. El criterio de eliminación utilizado, se describe en el apartado a del numeral 3.2.8. En la figura 3.21 y 3.22, se presenta un esquema de la probeta utilizada en este tipo de ensayo y el montaje experimental, respectivamente.

Estos ensayos fueron realizados en el Laboratorio de Resistencia de Materiales de la Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín.

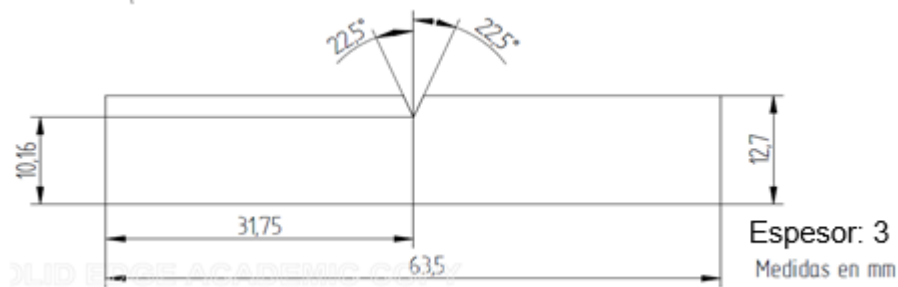


Figura 3. 21 Probeta utilizada en los ensayos de impacto tipo IZOD

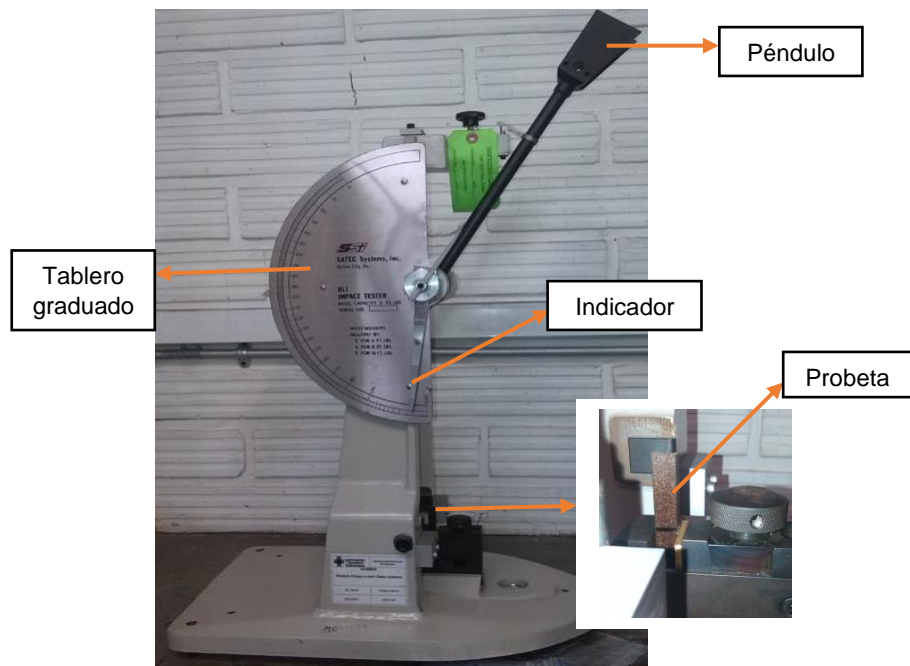


Figura 3. 22 Montaje experimental utilizado en los ensayos de impacto tipo IZOD

3.2.9 Caracterización térmica de los materiales compuestos

Diferentes técnicas de caracterización térmica fueron aplicadas a las láminas de polipropileno virgen y de los materiales compuestos con y sin agente de acople. Éstas se describen a continuación.

a. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

Se determinaron las propiedades térmicas de los materiales compuestos, tales como la temperatura de fusión, la temperatura de cristalización, las entalpías de fusión y cristalización y el porcentaje de cristalización; siendo éstas comparadas con la matriz de polipropileno virgen. Estos ensayos fueron realizados en un analizador DSC marca TA INSTRUMENTS referencia DSCQ2000. El tamaño de muestra utilizado fue alrededor de 6 mg, bajo una atmósfera inerte de nitrógeno a una velocidad de flujo de 50 mL/min y con una rampa de calentamiento de 10°C/min.

b. Análisis termogravimétrico (TGA)

La temperatura máxima de degradación térmica y el porcentaje de residuos de los materiales compuestos, fueron determinados mediante una balanza termogravimétrica TGA/SDTA 851E suministrada por Mettler Toledo. Los ensayos se realizaron a muestras de 9 mg aproximadamente, bajo una atmósfera inerte de nitrógeno a una velocidad de flujo de 50 mL/min. El rango de calentamiento fue desde temperatura ambiente hasta 800°C, con una rampa de calentamiento de 30°C/min.

Los análisis DSC y TGA, fueron realizados en el Laboratorio de Análisis Térmico ubicado en el Edificio de Laboratorios Monseñor Félix Henao Botero de la Universidad Pontificia Bolivariana, Sede Medellín

CAPITULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Este capítulo presenta los análisis de resultados obtenidos en cada etapa de procesamiento del material compuesto. Empezando por la caracterización química, mecánica y morfológica de las fibras de GAK aisladas mediante los diferentes métodos extracción, pasando por la elaboración de las láminas de material compuesto empleando el diseño de experimentos factorial 3², hasta la caracterización mecánica y térmica de los composites resultantes.

4.1 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA, MECÁNICA Y MORFOLÓGICA DE LAS FIBRAS DE GAK EXTRAÍDAS MEDIANTE DIFERENTES MÉTODOS

En la tabla 4.1, se presentan los resultados de análisis de composición química obtenidos en las fibras de GAK (haces) a partir de los diferentes métodos de extracción aplicados. Asimismo, fueron comparados con lo reportado en la literatura por otros autores.

Tabla 4. 1 Composición química de los haces de fibras de GAK obtenidos por los diferentes métodos de extracción

Tipo de extracción	Elementos acuosos (%)	Lignina Klason (%)	Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Cenizas (%)	
Extracción mecánica	5.55	22.03	52.36	28.56	2,10	
Extracción mecánica + NaOH	2.00	22.33	63.59	19.85	2,62	
Steam Explosion	1.75	17.43	54.13	22.43	1,89	
Otros autores	Estrada [12]	--	15.21	60.83	10.56	--
	Li [98]	5.19	22.97	47.65	24.85	1.30
	Espinoza [99]	7.24	22.61	--	--	2.66
	Nirmal et al [100]	--	10.2-21.4	48.2-73.8	12.5-73.3	2.3

Se puede observar que los resultados obtenidos en esta experimentación se encuentran dentro de los rangos reportados por otras investigaciones. Sin embargo, existen diferencias entre los resultados alcanzados y los reportados en la literatura científica, dado que éstos son producto de diferentes métodos de extracción de los haces de fibras, lo cual influye de manera importante en la composición final del material [12].

En los métodos de extracción utilizados se puede contemplar que existe un alto contenido de elementos acuosos para los haces de fibras obtenidos mecánicamente; lo anterior, es debido a que no se incluyó ningún otro tipo de tratamiento para esta extracción, conservando así los componentes originales del material. Caso contrario ocurre con los

demás tratamientos: con el proceso mecánico-químico (adición de NaOH a las fibras extraídas mecánicamente) y la extracción termo-mecánica (Steam Explosión), donde se produjo una reducción considerada del contenido de elementos acuosos lo cual es una ventaja al momento de la elaboración de los materiales compuestos dado que son considerados impurezas y además afectan de manera negativa la adhesión interfacial [33][99].

Los componentes de celulosa y hemicelulosa (holocelulosa) indican la porción de material reforzante en los haces de fibras de GAK el cual, para todos los métodos de extracción es mayor al 60%, factores que soportan la alta resistencia mecánica de este tipo de haz de fibra natural [12][83][99]. Asimismo, el porcentaje de lignina para todos los métodos de extracción es alto, lo que complica el aislamiento de las microfibrillas de celulosa y disminuye la resistencia mecánica de éstas, puesto que la lignina es considerada una matriz amorfa natural, en donde las microfibrillas se encuentran embebidas [33][83]. Sin embargo, se puede observar que para el método de extracción mediante Steam Explosion existe una menor cantidad de lignina, lo que facilita el aislamiento de las microfibrillas, exhibiendo una mayor disposición de éstas; y por lo tanto, mejorando la calidad del material de refuerzo. Adicionalmente, el contenido de cenizas es bajo en todos los métodos de extracción, y se encuentra asociado a residuos de la pirolisis de lignina, celulosa y hemicelulosa, así como de minerales propios de la planta formados principalmente de potasio, magnesio y calcio [33][99].

De acuerdo a lo anterior, se puede determinar que los tratamientos (mecánico-químico y por Steam Explosion), son favorables para remover el contenido de grupos hidroxilos y el de impurezas presentes en la superficie de los haces de fibras, lo cual incrementa la relación longitud/diámetro del haz de fibras, aumenta la rugosidad de ésta (mayor área superficial específica) y mejora la compatibilidad entre el material reforzante (carácter hidrofílico) y la matriz de polipropileno (carácter hidrofóbico) [76].

Por otro lado, luego de ser aislados los haces de fibras de GAK por medio de los diferentes métodos de extracción, se procedió a realizar una serie de ensayos mecánicos, definiendo las propiedades de resistencia a la tracción y módulo de elasticidad. La medición de las propiedades mecánicas de los haces de fibras requiere de técnicas especiales de agarre para evitar alterar las muestras y no comprometer las propiedades de interés. Es por ello que la norma ASTM D3822-14 sugiere un procedimiento de agarre mediante un marco de papel, en el cual se sujeta el haz de fibra a ensayar con ayuda de un pegamento [82]. Por lo tanto, se genera un sistema de haz de fibra (mordaza, marco, haz de fibra y pegamento); lo que significa que el deslizamiento del sistema de haz de fibra, así como las deformaciones en el haz son parte del desplazamiento total y proporcionan información a la curva esfuerzo versus deformación generada [101][102].

Es por ello, que para los ensayos mecánicos realizados se aplicó un procedimiento el cual consistía en determinar el desplazamiento sin fibra; con lo anterior, se corrigió el desplazamiento total, y se obtuvo el desplazamiento real de la fibra, con el cual finalmente se calculó el módulo de elasticidad corregido, dado que el módulo de elasticidad inicial reportado no era un dato real (ver anexo 3). Lo anterior se le hizo a cada uno de los haces de fibras.

Posteriormente, se realizó un análisis estadístico a las propiedades mecánicas obtenidas en los diferentes métodos de extracción. Cabe resaltar que los haces de fibras de GAK (por ser un material natural) muestran una variabilidad significativa en sus propiedades de tracción. Debido a ésto, se utilizó un análisis estadístico de Weibull (dos parámetros) empleado comúnmente para analizar la estadística de distribución de este tipo de muestras heterogéneas [103]. Los resultados obtenidos en los ensayos de tracción para los diferentes métodos de extracción de fibra, se presentan en la tabla 4.2; en este caso, se muestran los parámetros de escala (β) y forma (α) de la distribución de probabilidad Weibull, así como la resistencia promedio y la desviación estándar asociadas a este tipo de distribución (ver anexo 4).

Tabla 4. 2 Propiedades mecánicas de tracción de los haces de fibras de GAK obtenidas en los diferentes métodos de extracción

Método de extracción	Resistencia a tracción				Módulo de elasticidad corregido			
	β (MPa)	α	Resistencia a tracción promedio (MPa)	Desviación estándar (MPa)	β (MPa)	α	Módulo de elasticidad correg. promedio (GPa)	Desviación estándar (MPa)
Extracción mecánica	179.92	3.36	161.54	53.05	15.55	2.35	13.78	6.23
Extracción mecánica+NaOH	290.43	4.79	266.00	63.36	18.13	3.35	16.28	5.36
Steam Explosion	348.28	2.98	310.93	113.62	20.68	3.26	18.54	6.26

Donde:

β : Parámetro de escala. Define la extensión de la distribución de los datos, haciendo que se alargue o se comprima la gráfica en la dirección x.

α : Parámetro de forma. Adimensional. Indica la variabilidad de la distribución.

Los resultados obtenidos mediante los diferentes métodos de extracción (tabla 4.2) son similares a los reportados en la literatura [104] y superiores a otros tipos de fibras naturales como coco ($R_T=90$ MPa, $E=2.6$ GPa), piasava ($R_T=131$ MPa, $E=3.8$ GPa) y piña ($R_T=175$ MPa, $E=4-6$ GPa) [80][105]. Por otro lado, comparando las propiedades mecánicas obtenidas, se puede apreciar una alta variabilidad en los resultados; la resistencia a la tracción está en el rango de 161.54 a 310.93 MPa, mientras que el módulo de elasticidad varía desde 13.78 a 18.54 GPa. Esta variación de resultados, está relacionada posiblemente con la composición química y los efectos ocasionados durante los diferentes procesos de extracción [105]; obteniéndose valores más alto con el método de extracción de Steam Explosion para la resistencia a la tracción y para el módulo de elasticidad con valores de 310,93 MPa y 18.54 GPa, respectivamente.

Según Nurain et al [106], lo anterior es debido a que la extracción mecánica por sí sola no remueve componentes no celulósicos y por lo tanto, poseen una estructura amorfa que afecta en gran medida la resistencia mecánica de los haces de fibra de GAK aportando una

mayor cantidad de defectos en la microestructura de la fibra, lo cual disminuye las propiedades mecánicas. Sin embargo, al ser incluido un tratamiento superficial químico en la extracción de los haces de fibras, éstos muestran cambios en la estructura ya que el tratamiento alcalino si remueve componentes no celulósicos. Esto es muy importante porque el haz de fibras se comporta como un material compuesto, en el cual se encuentran las microfibrillas de celulosa embebidas en una matriz amorfa de lignina. Cuando se pierde parte de esta matriz amorfa en el tratamiento químico, la región interfibrilar se vuelve menos densa generando un empaquetamiento compacto de las microfibrillas de celulosa, lo que resulta en una mejor distribución de esfuerzos entre éstas y finalmente un incremento en sus propiedades mecánicas [42][83]. No obstante, el método de Steam Explosion logró remover una mayor cantidad de componentes no celulósicos presentes en las superficies de las fibras, los cuales fueron difíciles de eliminar por parte de la solución alcalina como se muestra en la figura 4.1; produciendo una desfibrilación mecánica adicional y un mayor aumento en las propiedades mecánicas de estos haces de fibras [107].

En la figura 4.1, se pueden observar las imágenes SEM de la sección longitudinal de los haces de fibras de GAK aislados mediante los diferentes métodos de extracción a un aumento de 300X; en donde se muestran las modificaciones que sufre el haz de fibras con cada método de aislamiento aplicado; así como, las fibras elementales quienes constituyen el haz de fibras.

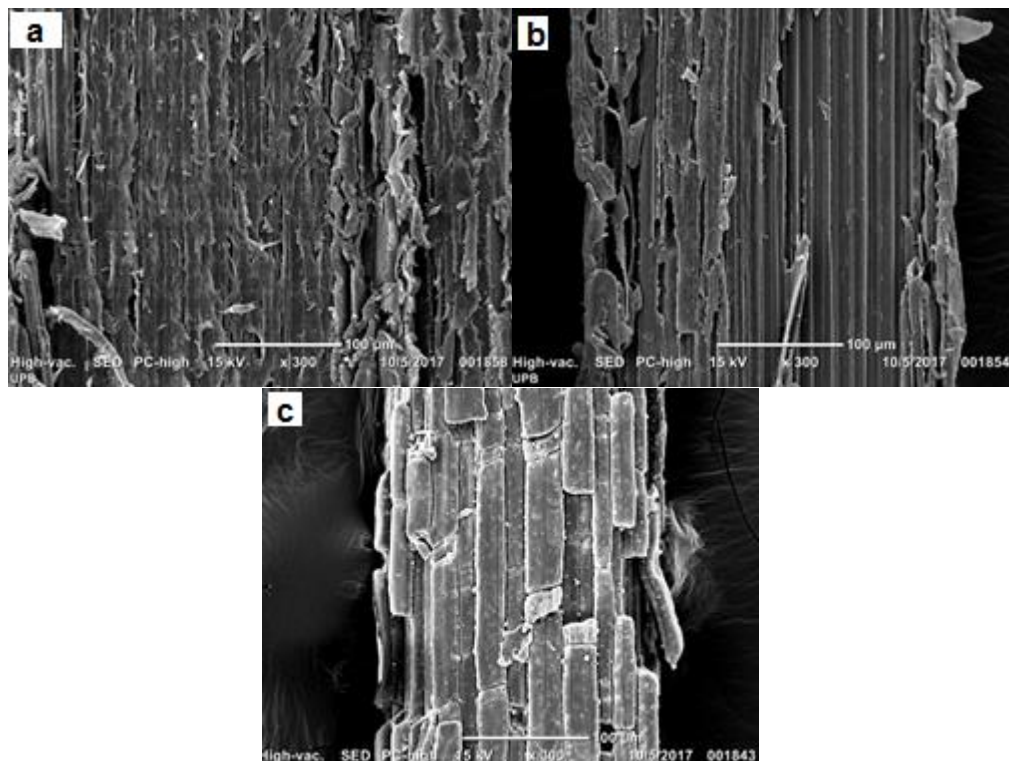


Figura 4. 1 Morfología de los haces de fibras aislados mediante los diferentes métodos de extracción a 300X. a) Extracción mecánica, b) Extracción mecánica + NaOH y c) Steam Explosion

Para el método de extracción mecánica (figura 4.1, apartado a) se puede apreciar como sobre la superficie del haz de fibras se encuentran presentes una gran cantidad de componentes amorfos generados principalmente por constituyentes cementales como la lignina y las pectinas, la estructura de la parénquima e impurezas, quienes no permiten identificar fácilmente las fibras elementales presentes en la muestra [108]. Igualmente, se aprecia tejido desgarrado de la planta sobre el haz de fibras, debido a que en este método de extracción solamente se hizo uso de una herramienta tipo fresa y no hubo disgregación de estos componentes.

Con respecto al método de extracción mecánica complementado con el tratamiento alcalino (NaOH) (figura 4.1, apartado b), se puede observar una reducción del diámetro del haz de fibras proporcionando una mayor relación de aspecto (L/d), resultados positivos para la resistencia mecánica del haz de fibras; asimismo, en este tratamiento se empiezan a observar las fibras elementales ordenadas, lo cual indica el comienzo del proceso de fibrilación y que implica la remoción de pectinas y hemicelulosas presentes en la lamela media que une a las fibras elementales, así como de algunas impurezas presentes sobre la superficie del haz de fibras [42]. No obstante, pese a estos resultados se muestra que todavía quedan impurezas remanentes a lo largo de la muestra [108].

Finalmente, al confrontar los resultados anteriores con lo obtenido mediante el método de extracción por Steam Explosion (figura 4.1, apartado c), es claro que existe una reducción considerable del diámetro del haz de fibras, producida por la remoción de una mayor cantidad de componentes no celulósicos e impurezas. Sin embargo, en el caso de las fibras sin tratar y tratadas con la solución alcalina, la unión de las fibras elementales fue más fuertes en las áreas ricas en lignina. En contraste, la unión de las fibras elementales extraídas mediante el equipo de Steam Explosion fue relativamente débil pero compacta; ya que fue extraída una mayor cantidad de lignina cuando éstas se sometieron a ciclos de altas temperaturas y presiones [109]. Además, se observa la formación de orificios y grietas en el exterior de las muestras, probablemente debido a la remoción de algunas capas fibrosas y de celulosa amorfa reactiva presente en la superficie de éstas, fragilizando la estructura de los haces de fibras y mejorando su resistencia mecánica; lo cual es acorde a lo reportado por Ibrahim et al [110].

De lo anterior, se confirma que el mejor método para el aislamiento de los haces de fibras de GAK es la extracción mediante el equipo de Steam Explosion, resultados coherentes con lo obtenido en las caracterizaciones químicas y mecánicas de éstos. Estos cambios en las superficies de las fibras aumentarán el área de contacto efectiva disponible para la mojabilidad por parte del polipropileno y fortalecerán la unión mecánica entre la fibra y la matriz [108].

4.2 ESTUDIO DEL EFECTO PRODUCIDO POR EL CONTENIDO DE FIBRA CORTA DE GAK Y DE AGENTE DE ACOPLA (MAPP) EN EL COMPORTAMIENTO MECÁNICO Y TÉRMICO DE LOS COMPOSITOS

En este apartado se reportan los resultados obtenidos en los diferentes ensayos mecánicos y térmicos realizados a la matriz de polipropileno virgen y a los materiales compuestos reforzados con y sin agente de acople (MAPP). Asimismo, usando imágenes SEM se realizó un análisis cualitativo de la interface fibra/matriz de los composites luego de ser sometidos a ensayos de tracción, con el fin de identificar posibles fallas y/o defectos.

4.2.1 Análisis morfológico de la superficie de fractura a tracción de los composites elaborados

En la figura 4.2, se presenta la superficie de fractura de los materiales compuestos (30% fibra/0% MAPP y 50% fibra/0% MAPP, respectivamente) luego de ser sometidos a los ensayos de tracción. Como se puede observar, los composites con un menor % de fibra muestran una mejor dispersión de las mismas dentro de la matriz de PP; sin embargo, al aumentar su concentración se percibe una mayor aglomeración del material de refuerzo y una distribución desigual de éste [111]. Lo anterior, dificulta la impregnación completa del polipropileno en las fibras, ocasionando una mojabilidad parcial de éstas, y por lo tanto, una interfase débil entre el refuerzo y la matriz [76]. Estos resultados son acordes a los obtenidos durante los ensayos de tracción; en donde, para los composites reforzados sin agente de acople, la resistencia a la tracción disminuyó con el aumento de la concentración de fibra.

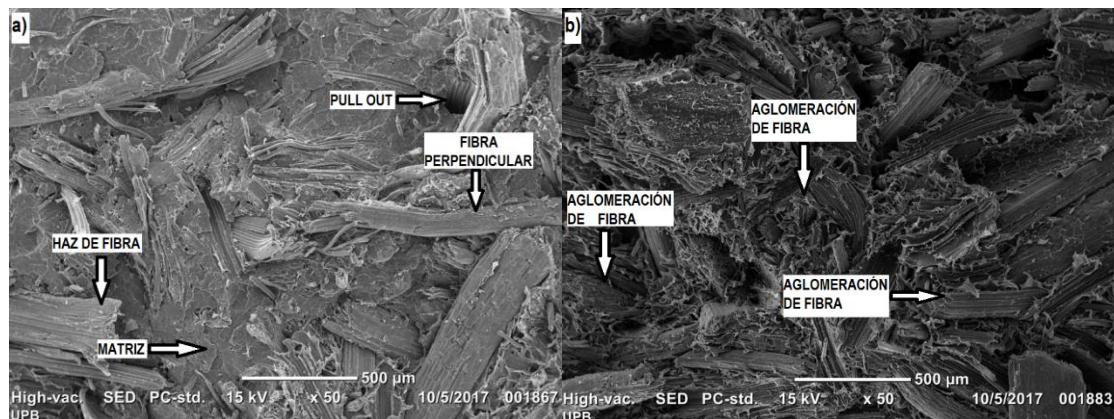


Figura 4. 2 Imágenes de la superficie de fractura obtenida a tracción de los materiales compuestos elaborados: a) 30%F/0%MAPP y b) 50%F/0%MAPP

No obstante, en la figura 4.3 (apartados a y b) se puede observar que al agregar agente de acople en los composites se presenta una mejor impregnación entre la matriz y la fibra. Asimismo, en el apartado c, se muestran residuos de polipropileno en la superficie del refuerzo, lo cual indica el aumento de la mojabilidad de la matriz al adicionar compatibilizante. Según Arbelaz [111], la adición del MAPP modifica la interfase

fibra/matriz, promoviendo el aumento de las interacciones entre las dos fases y, mejorando la transferencia de esfuerzos de la matriz hacia la fibra.

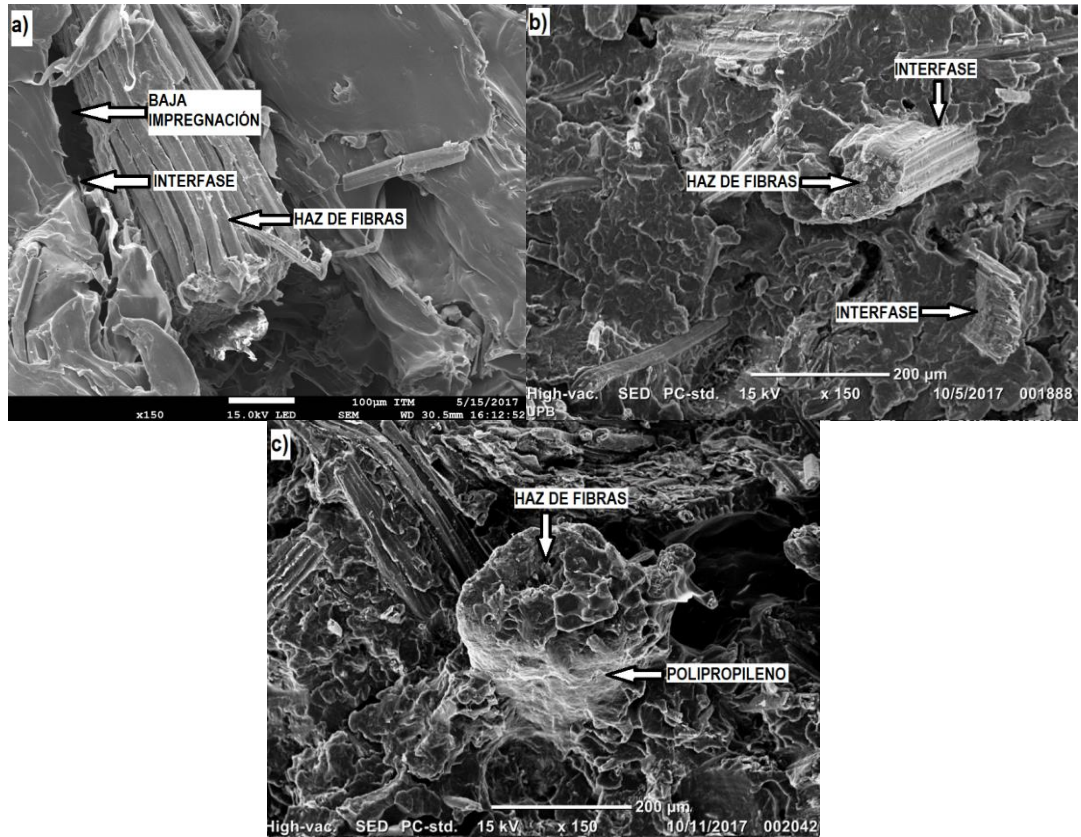


Figura 4. 3 Imágenes SEM de la superficie de fractura a tracción de los materiales compuestos: a) 30%F/0%MAPP, b) 30%F/4%MAPP y c) 50%F/4%MAPP

La figura 4.4, presenta las superficies fracturadas de los composites reforzados al 30%, sin y con agente de acople. De ésta, se observa una mayor cantidad de pull-outs y una baja impregnación entre las dos fases sobre la superficie fracturada sin agente de acople; asimismo se muestra una superficie más lisa cuando se agrega el MAPP y una mejor mojabilidad entre las fibras y la matriz de polipropileno. Lo anterior, explica el mejor desempeño mecánico en los composites compatibilizados [111].

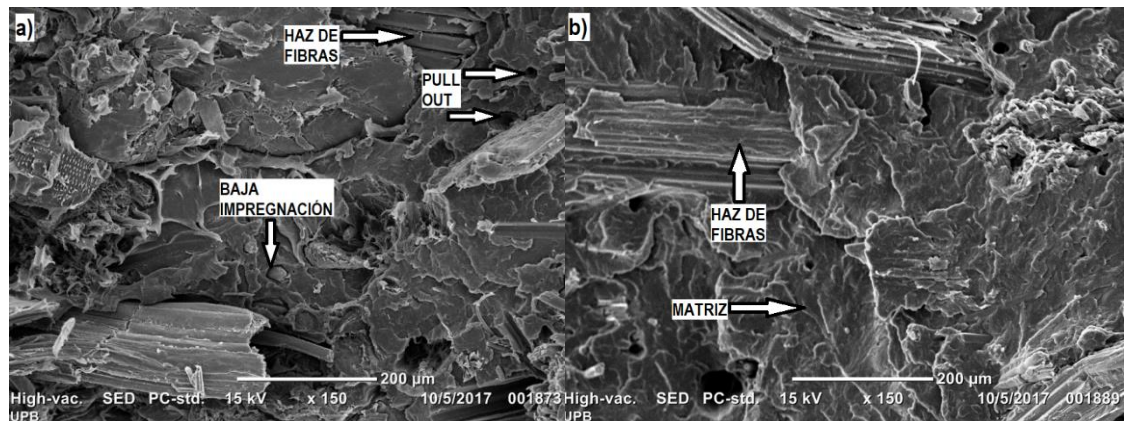


Figura 4. 4 Superficies fracturadas de los composites reforzados al 30% de fibra: a) Sin agente de acople y b) Con MAPP al 4%

Otro aspecto importante a tener en cuenta, fueron las fallas por fibrilación producidas en los ensayos a tracción (ver figura 4.5, apartado a). Esas fallas indica que, en efecto, durante las pruebas de tracción los esfuerzos aplicados fueron transferidos desde la matriz hacia las fibras, generando un deslizamiento entre las fibras elementales que finalmente provocó su separación [42]. Finalmente, en la figura 4.5 apartado b, se muestra que no existió ningún efecto diferente en la superficie de fractura de los composites con agente de acople al 8% en comparación con los acoplados al 4% de MAPP. Lo anterior, resulta coherente con los resultados similares obtenidos durante los ensayos de tracción para ambas concentraciones de MAPP (4% y 8%).

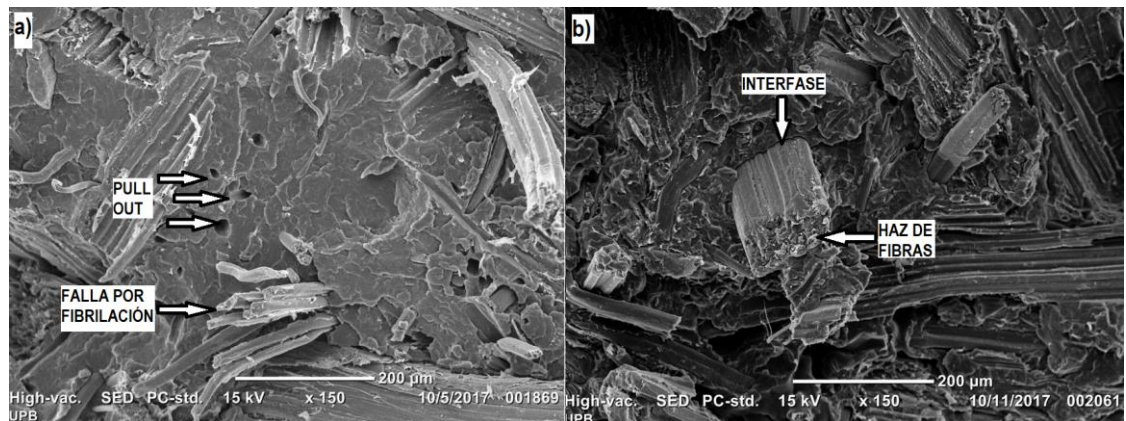


Figura 4. 5 Superficie de fractura a tracción de los composites: a) falla por fibrilación y b) Composite reforzado al 50% de fibra y 8% de MAPP

4.2.2 Estudio del comportamiento mecánico de los materiales compuestos elaborados

Los resultados obtenidos fueron analizados mediante el programa Statgraphics [89], teniendo como factores el porcentaje de fibra (30, 40 y 50 %p/p) y el porcentaje de agente de acople-MAPP (0, 4 y 8 %p/p) y, como variable de respuesta el “módulo de elasticidad”

del material compuesto. A continuación, se presenta en la tabla 4.3 el análisis estadístico ANOVA para el diseño de experimentos propuesto (factorial 3²).

Tabla 4. 3 Análisis estadístico ANOVA para la variable de respuesta "Módulo de elasticidad"

Tabla ANOVA para la variable de respuesta "Módulo de elasticidad"					
<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
EFFECTOS PRINCIPALES					
A: FIBRA	8.79708	2	4.39854	192.02	0.0000
B: MAPP	14.8482	2	7.42409	324.10	0.0000
INTERACCIONES					
AB	2.15065	4	0.537663	23.47	0.0000
RESIDUOS	0.824633	36	0.0229065		
TOTAL (CORREGIDO)	26.6205	44			

De la tabla 4.3, se puede observar que los valores-P de los factores (A: % de fibra y B: % de MAPP) y de su interacción (AB) son menores a 0.05; con lo cual, se concluye que si existen efectos estadísticamente significativos de dichos factores en la variable de respuesta "módulo de elasticidad" a un nivel de confianza del 95%. Conclusión válida luego de verificar los supuestos de normalidad. Además, de la razón F se aprecia que el factor B tiene un efecto mucho más importante, seguido por el efecto del factor A y un efecto en menor proporción de su interacción AB.

En el gráfico de interacciones (ver figura 4.6) se muestra que el porcentaje de fibra con el que se alcanza un mayor aumento en el módulo de elasticidad es al 50%. Asimismo, las concentraciones de agente de acople al 4% y 8% presentan un aumento similar, dado que ambos intervalos LSD (50%fibra/4%MAPP y 50%fibra/8%MAPP) se solapan; no obstante, para efectos prácticos y económicos (menor cantidad de polipropileno y MAPP) se sugiere elegir la primera opción.

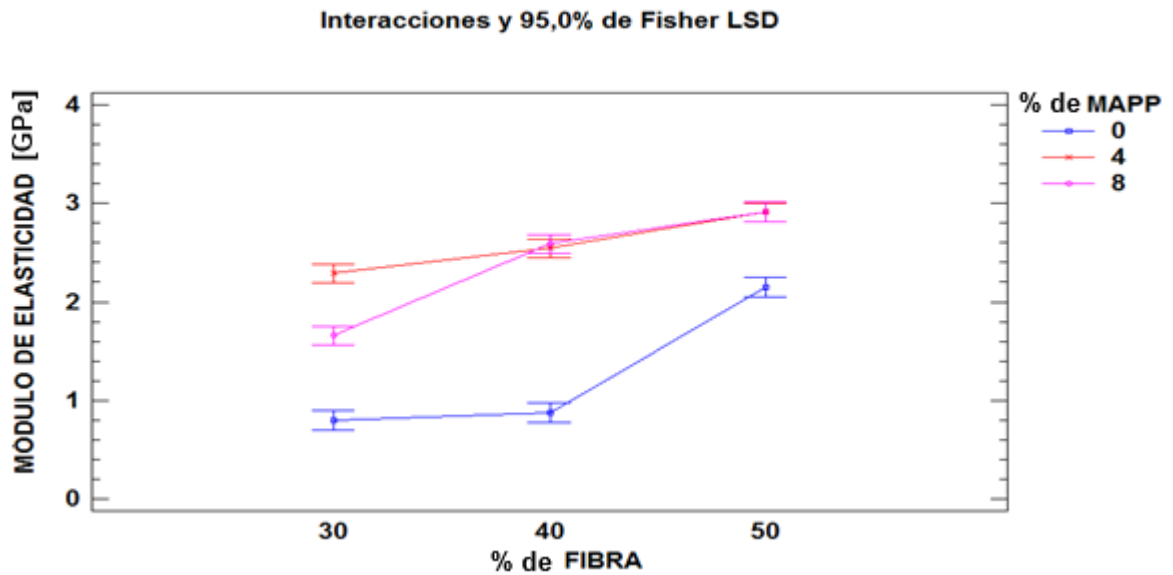


Figura 4. 6 Gráfico de interacciones para la variable de respuesta "Módulo de elasticidad"

Los resultados anteriores, apoyan la idea de que existe un incremento en la variable de respuesta "módulo de elasticidad". Cuantificando este aumento con respecto al polipropileno virgen (0.69 GPa), dicha propiedad aumenta aproximadamente un 212% (2.15 GPa) con un 50% de fibra sin agente de acople y hasta un 322% (2.91 GPa) con la adición del MAPP al 4% a la misma concentración de fibra como se muestra en la figura 4.7, resultados coherentes con lo reportado por Arbelaiz [111] y Karnani [112], en donde atribuyen esta mejoría a la contribución del carácter rígido de la fibra y el alto contenido de las mismas dentro del composite, ya que esta propiedad es fuertemente dependiente de la fracción del refuerzo.

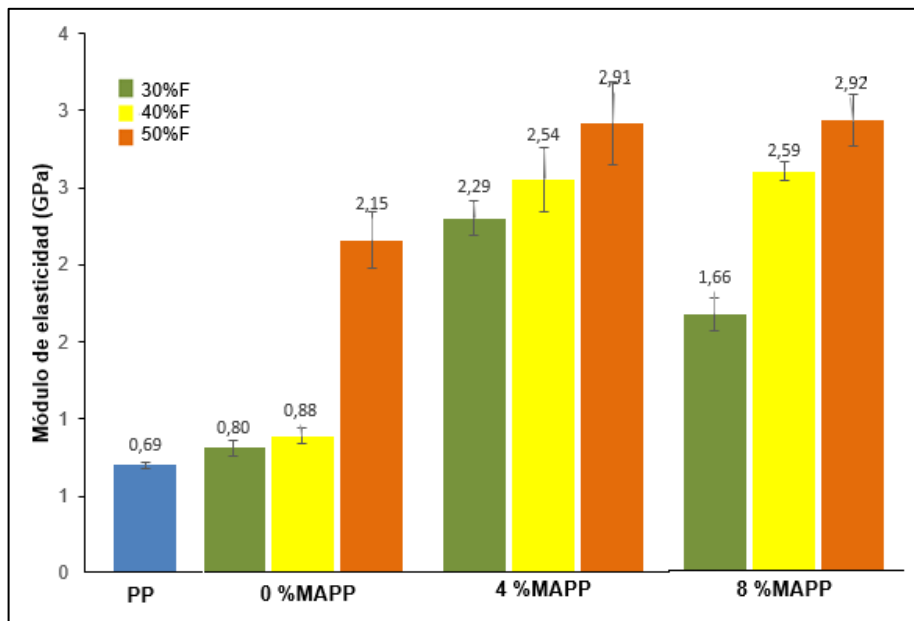


Figura 4. 7 Módulo de elasticidad de los materiales compuestos elaborados

Además, la incorporación del agente de acople proporciona una mejor dispersión de las fibras en la matriz generando mayores valores de módulo elástico con respecto a los composites sin compatibilizante, formando enlaces covalentes entre los grupos anhídridos del MAPP y los grupos hidróxilos de las fibras de GAK, así como enlaces del grupo no polar del MAPP con el polipropileno virgen. De esta manera, se produce una mejor adhesión interfacial entre la fibra y la matriz y, por lo tanto, una transferencia de esfuerzos más eficiente de la matriz hacia las fibras [113].

Sin embargo, pese a los resultados positivos que se tienen por parte de la adición del MAPP, éste al ser incrementado al 8% no produce ningún efecto y por el contrario puede disminuir ligeramente dicha variable. Este comportamiento también fue encontrado por Fuqua & Ulven [114], quienes explican que al aumentar el porcentaje de MAPP, la superficie de la fibra es saturada y queda parte del agente de acople remanente en la matriz. Debido al bajo peso molecular promedio del MAPP, la interacción entre el polipropileno y el MAPP restante se ve dominada principalmente por las fuerzas de Van der Waals, ya que la unión entre estos dos es virtualmente imposible, por lo que afecta de manera negativa las propiedades mecánicas de los compuestos.

En la figura 4.8 se muestran los resultados de la resistencia a la tracción del polipropileno virgen y los materiales compuestos con y sin agente de acople reforzados al 30, 40 y 50 % p/p. Nótese que el máximo valor para dicha propiedad es de 34.35 MPa, el cual es alcanzado por el polipropileno virgen. Por otro lado, los compuestos reforzados presentan una mínima reducción de aproximadamente un 45.94% (18.57 MPa) con un 30% en fibra sin agente de acople y mínimo un 27.72% (24.83 MPa) con la adición del MAPP al 4% y una concentración del 50% de refuerzo.

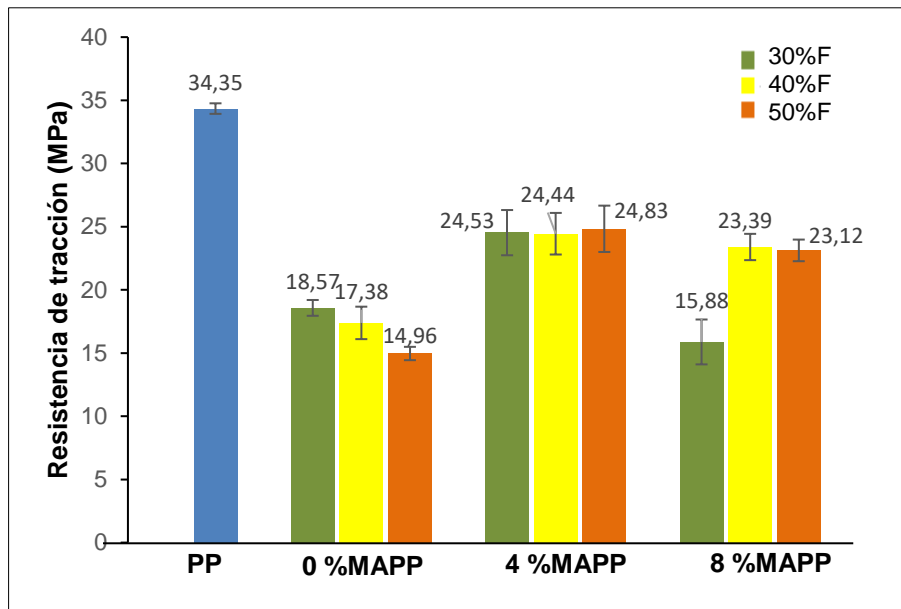


Figura 4. 8 Resistencia a la tracción de los materiales compuestos elaborados

La resistencia a la tracción de los composites sin agente de acople tiende a disminuir a medida que aumenta el porcentaje de refuerzo; ya que por ser de naturaleza hidrofílica las fibras naturales y de carácter hidrofóbico la matriz de polipropileno existe una incompatibilidad entre dichos materiales generando una débil adhesión interfacial, que se intensifica con el aumento en el refuerzo [13]. Además, el alto porcentaje de fibras propicia la aglomeración de las mismas y la formación de vacíos debido a la incompleta mojabilidad o unión con el polipropileno durante el proceso de fabricación (ver figura 4.2); lo anterior, conlleva a la producción de fracturas en la interfase y por lo tanto, a una disminución de la resistencia mecánica [76][90]. Igualmente, al no existir en los composites una dirección preferencial (en este caso aleatoria) en el refuerzo, las fibras que no se encuentran orientadas en la dirección del esfuerzo no pueden actuar como elementos de carga en la estructura de la matriz sino que se vuelven potencialmente defectos, los cuales pueden causar fallas en los composites [74].

No obstante, al adicionarle agente de acople (4% MAPP) a los composites se observa una mejoría con respecto a los reforzados incompatibilizados. Como se mencionó anteriormente, éste proporciona una mejor adhesión interfacial fibra/matriz, generando un aumento en la resistencia a la tracción; sin embargo, al ser incrementado (8%) no produce ningún efecto y, por el contrario, tiende a disminuir ligeramente esta propiedad [114]. Adicionalmente, para el composite de configuración 30% de fibra y 8% de MAPP es notable una disminución muy pronunciada con respecto a lo obtenido en los composites reforzados y compatibilizados al 8%. De acuerdo al análisis morfológico realizado a dicha configuración (ver figura 4.9), se puede observar que en este arreglo se produjeron defectos internos dentro de la matriz generados durante el procesamiento del composite, debido a la eliminación de gases, volátiles y humedad de las fibras [90][115]. Pese a lo anterior, se alcanza a apreciar un comportamiento similar a los composites compatibilizados al 4%.

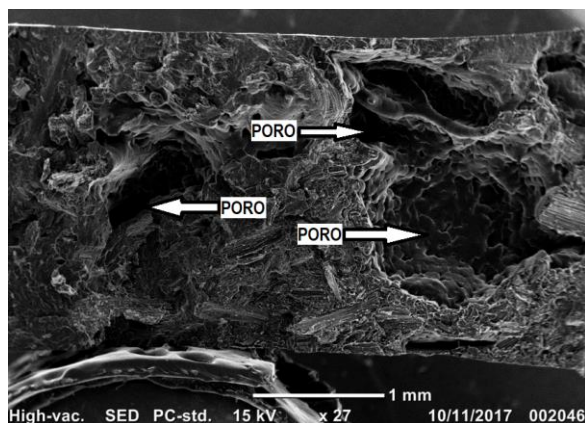


Figura 4. 9 Formación de defectos sobre la superficie fracturada a tracción del composite 30%F/8%MAPP

Ningún composite (reforzado, con y sin agente de acople) alcanza el valor en la resistencia a la tracción logrado por el polipropileno virgen. Lo mismo es reportado por otros autores, quienes atribuyen este comportamiento a la presencia de fibras que se encuentra distribuidas de manera aleatoria en la matriz y a la relación de aspecto final de la fibra (longitud/diámetro) luego del procesamiento de las mismas. Durante este procesamiento, las fibras sufren un alto nivel de rotura provocado por los esfuerzos de cizallamiento en las máquinas (extrusora, molino), produciendo como resultado fibras de longitudes más cortas, las cuales impiden la eficiente transferencia de esfuerzos en el composite [111][116].

Según Nahar et al [70], la longitud crítica del sistema bambú-PP es alrededor de 3.5 mm; valor superior al implementado en esta experimentación como se indica en la metodología (capítulo 3, apartados 3.2.5 y 3.2.6); esto se debe, a que se desean publicar resultados en donde se comparen las propiedades mecánicas de los materiales compuestos reforzados con fibras de GAK obtenidos mediante las técnicas de moldeo por compresión en caliente y moldeo por inyección. Debido lo anterior, era importante respetar las condiciones de las fibras utilizadas en ambos métodos de procesamiento y así, tener parámetros fijos de referencia.

Los resultados para la deformación máxima a la rotura se muestran en la figura 4.10. Se puede observar que para la matriz neta de polipropileno virgen existe una gran deformación; no obstante, al agregar el refuerzo se presenta una alta disminución del porcentaje de deformación para los composites generados. Este comportamiento se remarca con la adición del agente de acople.

De acuerdo a lo reportado en la literatura, cuando la fractura de los composites toma lugar a bajos niveles de deformación se indica que el material es bastante frágil, pero que puede presentar una buena adhesión interfacial, lo cual es coherente con el aumento considerable del módulo de elasticidad de los materiales compuestos elaborados [70][90]. Asimismo, al incrementar la concentración de fibras se reduce la cantidad de matriz polimérica disponible para la deformación, esto además sugiere que la naturaleza dúctil del polímero disminuye fuertemente con la adición de las fibras de GAK [117].

También, es posible observar que al incorporar el agente de acople a la matriz reforzada, el porcentaje de deformación continua disminuyendo en comparación de los composites sin MAPP; según El-Fattah et al [118], pese a que esta propiedad es fuertemente influenciada por el contenido de fibra, ya que las fibras le proporcionan rigidez y fragilidad a la matriz, al adicionar MAPP se mejora la adhesión interfacial entre la fibra y la matriz, generando por lo tanto, que se requiera una menor energía para iniciar la fractura y así, ocasionar una menor deformación.

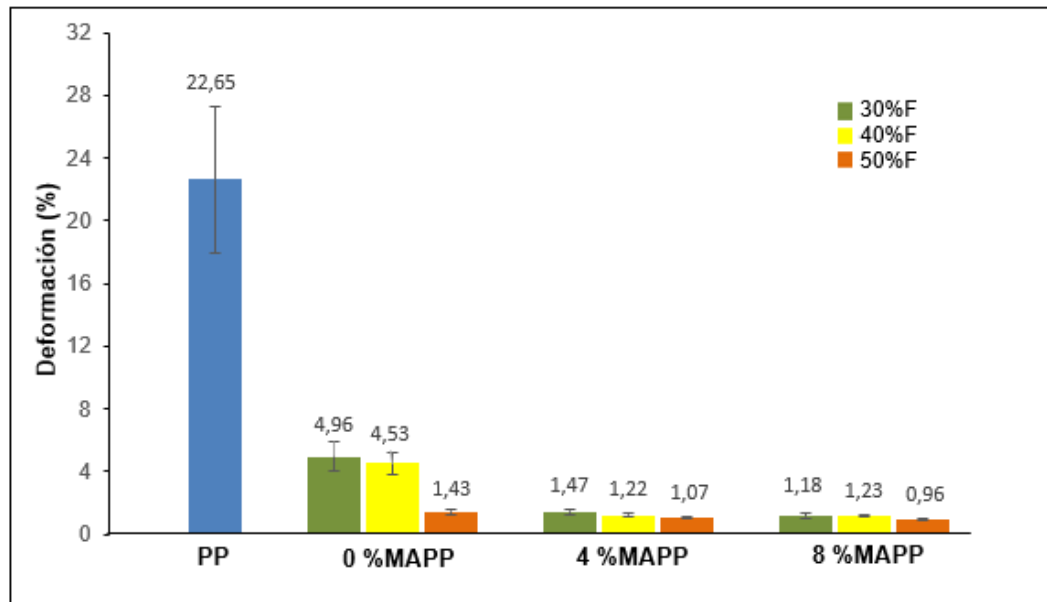


Figura 4. 10 Porcentaje de deformación de los materiales compuestos elaborados

A continuación, se presentan los resultados obtenidos para los materiales compuestos en los ensayos de flexión a tres puntos. En la figura 4.11, se muestran los resultados de la resistencia a la flexión del polipropileno virgen y de los materiales compuestos con y sin agente de acople (4% y 8% p/p), reforzados al 30%, 40% y 50% p/p de fibra de GAK. Se puede apreciar que el valor máximo alcanzado en esta propiedad es de 33.98 MPa con un 40% de fibra y 4% de MAPP. Con respecto a los composites reforzados sin agente de acople existe un aumento máximo en dicha propiedad del 11.46% (24.70 MPa) al 30% de fibra y de un 53.34% (33.98 MPa) con la adición de MAPP al 4% y una concentración del 40% de refuerzo.

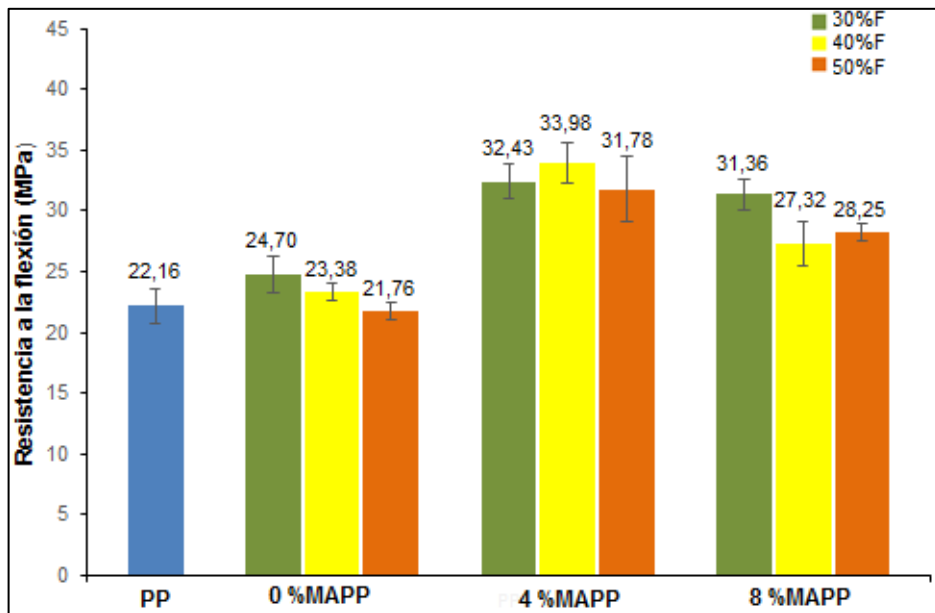


Figura 4. 11 Resistencia a la flexión de los materiales compuestos elaborados

El comportamiento de resistencia a la flexión mejora cuando se aumenta el porcentaje de fibra sin compatibilizar la matriz; sin embargo, éste tiende a disminuir cuando se agrega gran cantidad de fibra (>40%), lo mismo es reportado por otros autores, quienes atribuyen este comportamiento a la incompatibilidad que existe entre la matriz (hidrófoba) y el refuerzo (hidrófilo) [13], y en especial a una distribución menos uniforme de las fibras en la matriz con el aumento de las mismas. Caso contrario ocurre cuando se compatibiliza la matriz; observándose una mejora importante con la adición de MAPP, dado que éste permite una transferencia de esfuerzos más eficiente a lo largo de la interfase fibra/matriz y, por lo tanto, una mejor adhesión interfacial entre éstos como lo mencionan Chattopadhyay et al [113]. Cuando se adiciona el agente de acople al 8%, la resistencia a la flexión tiende a disminuir, al igual que la resistencia a la tracción; Fuqua & Ulven [114], atribuyen este comportamiento a los enlaces débiles que se forman entre el agente de acople remanente y la matriz de polipropileno, induciendo una más fácil fractura del composite.

En cuanto al módulo de flexión, en la figura 4.12, se muestran los resultados logrados en las diferentes configuraciones para esta propiedad. Como se puede observar existe un aumento máximo de dicha propiedad en los composites sin agente de acople y con agente de acople de aproximadamente 83.5% (1.89 GPa) y 154.4% (2.62 GPa), respectivamente, con respecto al polipropileno virgen (1.03 GPa).

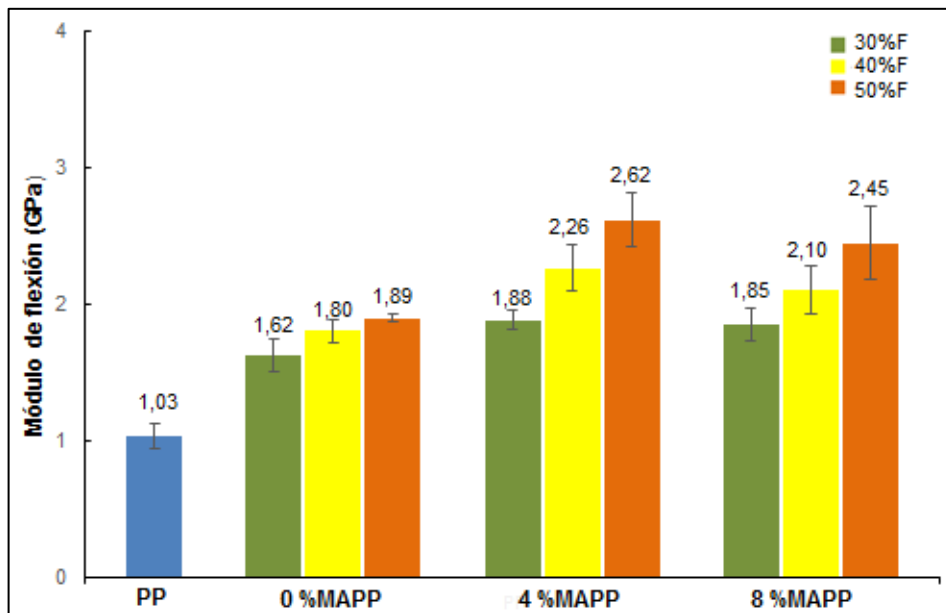


Figura 4. 12 Módulo de flexión de los materiales compuestos elaborados

Es importante resaltar el mejoramiento producido en el módulo de flexión por la adición del refuerzo y, que mejora tremendamente con la utilización del agente de acoplamiento. Según Karnani [112], el comportamiento del módulo de flexión es similar al módulo de elasticidad, y tiende a aumentar importantemente con el uso del MAPP; de lo anterior, se deduce que estas propiedades dan un mayor reflejo del mejoramiento en la adhesión interfacial entre las fibras de GAK y el polipropileno.

Wang et al [119] observaron una tendencia semejante; indicando una mejor transferencia de esfuerzos desde la matriz hacia la fibra y un aumento en la rigidez del composite, debido a que las fibras de GAK poseen un alto módulo y, por lo tanto, mayores porcentajes de refuerzos demandan un mayor esfuerzo para el mismo nivel de deformación. No obstante, como se ha mencionado anteriormente, el agente de acople al 8% no proporciona un efecto positivo en los resultados. Esto es atribuido a las moléculas de MAPP que no se unieron covalentemente entre las fibras y la matriz [120].

La figura 4.13, representa los valores obtenidos para la resistencia al impacto de las diferentes configuraciones de material compuesto. El valor máximo es de 47.18 J/m, alcanzado con un 50% de fibra y 0% de MAPP. Este valor corresponde a un aumento del 50% aproximadamente con respecto al polipropileno virgen (31.45 J/m). Este aumento en dicha propiedad mecánica, es debido al mejoramiento de la adhesión interfacial, permitiendo una transferencia de esfuerzos más eficiente entre ambos materiales y, su incremento lineal con el incremento de la carga se atribuye a la disponibilidad de una mayor área interfacial [113]. Asimismo, con la adición del refuerzo, se absorbe mayor cantidad de energía, la cual es promovida por los mecanismos de fractura, que implican desprendimiento, deslizamiento y fragmentación de la fibra y una parte de la fractura del material no reforzado [121][122].

Sin embargo, es claro que los composites compatibilizados (4% MAPP) presentan una resistencia al impacto ligeramente menor a la alcanzada por los composites sin agente de acople. Según Rodríguez [123], esa disminución es consecuente con el aumento de la interacción y adhesión fibra/matriz. Al aumentar esta interacción, se presenta un mejor enlace entre las dos fases y, por lo tanto, la falla ocurre a más bajo impacto. Asimismo, la deformación plástica de la matriz es el principal proceso de absorción de energía en el impacto; el cual, disminuye con el aumento en el porcentaje de fibra y el mejoramiento de la adhesión interfacial.

Además, los altos contenidos de MAPP, no conducen a un mejor rendimiento en la resistencia al impacto. Según Zhou et al [14], el exceso de agente de acople puede formar una capa de macromoléculas dentro del composite, lo que resulta en un contacto menos uniforme entre fibra/matriz y por lo tanto, una adhesión interfacial débil.

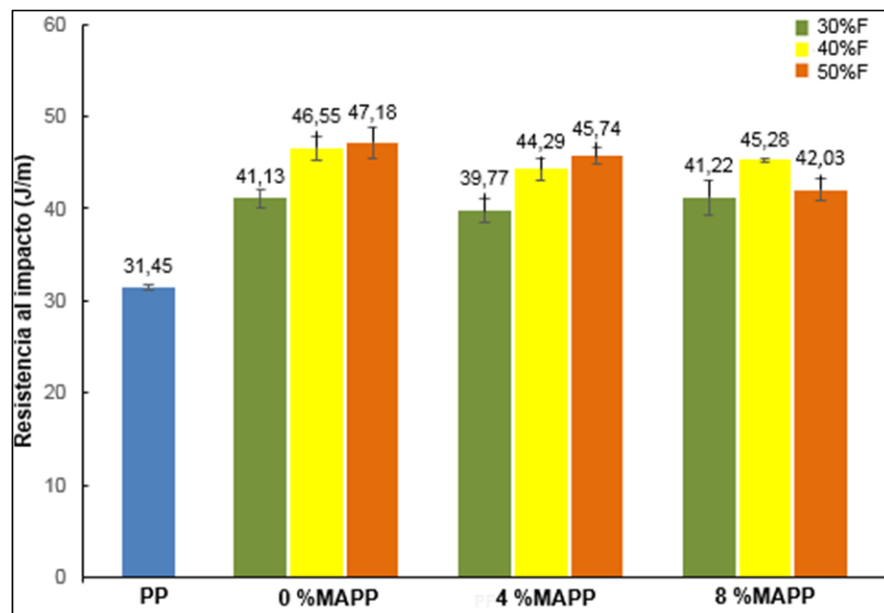


Figura 4. 13 Resistencia al impacto de los materiales compuestos elaborados

Finalizando el análisis de las propiedades mecánicas, en la figura 4.14, se presentan los ensayos de dureza para los composites elaborados. En ésta se observa que existe un aumento de aproximadamente del 5% (78.13 Shore D) cuando la matriz es reforzada al 50% y de hasta un 7% (79.38 Shore D) cuando es adicionado al composite el agente de acople (8%) con respecto al polipropileno virgen (74.13 Shore D). Dicha propiedad presenta un ligero incremento con el aumento en la concentración de fibra y de compatibilizante; pero, proporciona valores semejantes al determinado por la matriz. Lo anterior, se atribuye a que el mayor componente está representado por el polipropileno, en donde las fibras de GAK se encuentran embebidas y, al momento de tomar los datos en la superficie del composite se evidencian resultados cercanos a los del polímero virgen. No obstante, el leve aumento que se observa con la adición del agente de acople; es posiblemente por una mejor dispersión y adhesión de las fibras y la matriz [76].

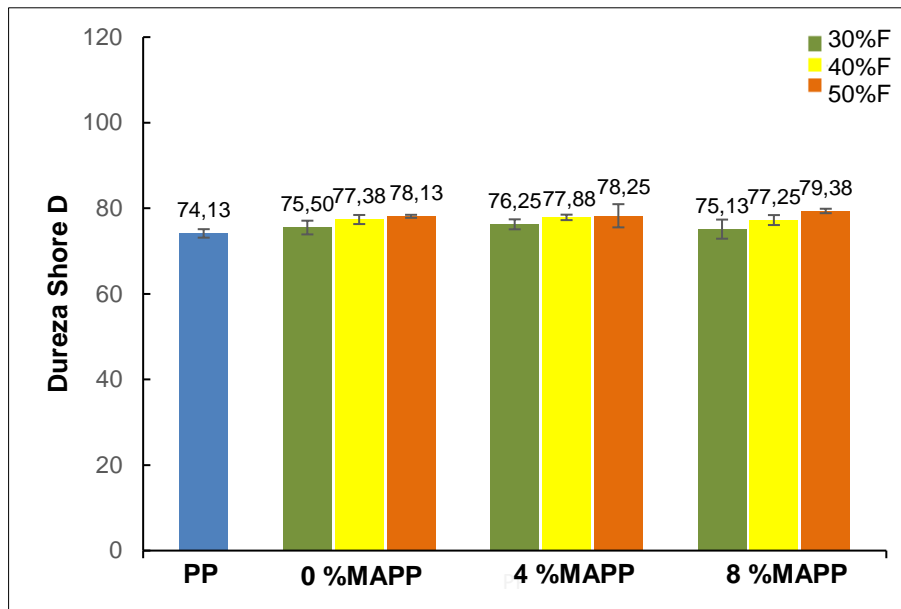


Figura 4. 14 Dureza de los materiales compuestos elaborados

4.2.3 Estudio del comportamiento térmico de los materiales compuestos elaborados

En la figura 4.15, se presentan las curvas obtenidas en los ensayos DSC para los materiales compuestos elaborados teniendo como punto de comparación el polipropileno virgen. Estas curvas pertenecen a los composites reforzados al 30%, 40% y 50% p/p de fibra de GAK y compatibilizados al 0%, 4% y 8% p/p de MAPP. Se determinaron las propiedades de temperatura de fusión (T_f), temperatura de cristalización (T_c), sus respectivas entalpías (ΔH_f y ΔH_c) y el grado de cristalinidad (X_c) de los composites, verificando la influencia del refuerzo y el agente de acople en la estabilidad térmica de los materiales.

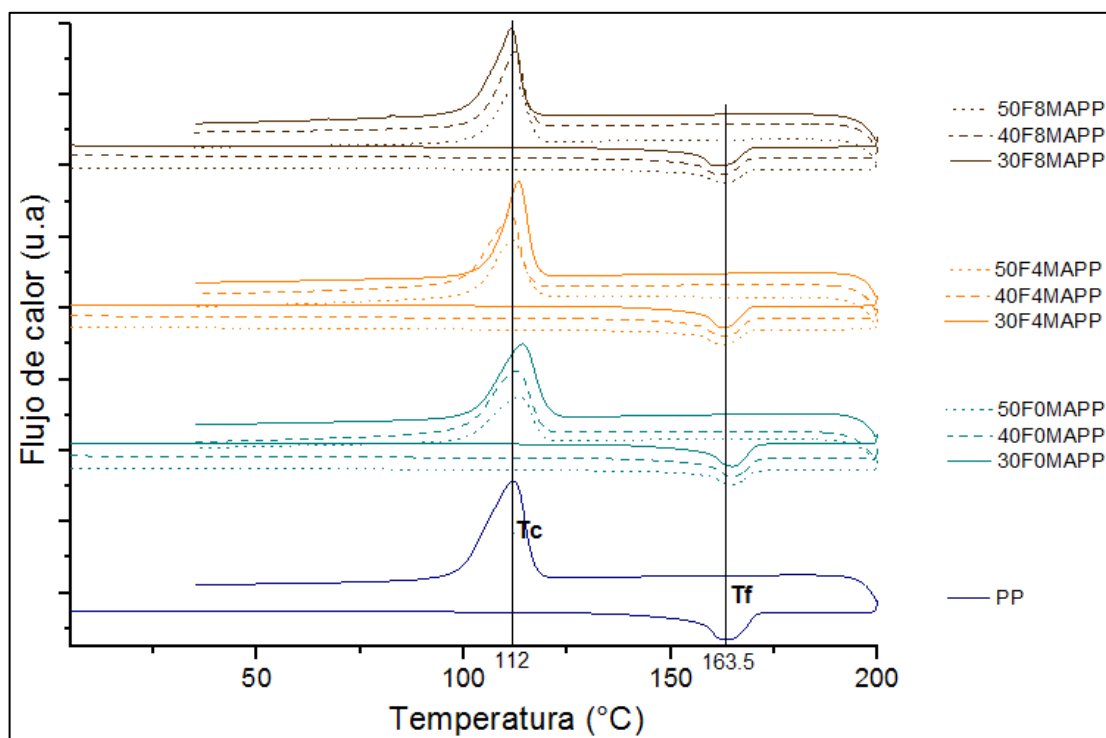


Figura 4. 15 Curvas DSC para los materiales compuestos elaborados

La temperatura de fusión del polipropileno virgen fue observada alrededor de los 163,5 °C. Al adicionar el refuerzo (fibras de GAK) y el agente de acople en la matriz, no se evidencian cambios importantes en la temperatura de fusión con respecto a lo encontrado en el polipropileno. De ahí, esta propiedad en los composites mejoró ligeramente (aproximadamente 2 °C) comparado con la matriz. El leve aumento que se reporta es debido a que las fibras tienen una mayor capacidad de absorción de calor en comparación con el polímero; sin embargo, la adición del MAPP al 4% y 8% no presentaron algún efecto en esta propiedad [119], [124], [125].

No obstante, como se muestra en la tabla 4.4, la entalpia de fusión para los composites disminuye, cuando se aumenta la cantidad de refuerzo, ya que las fibras actúan como cargas inertes [90]. Además, dado que la cantidad de polipropileno disminuye al aumentar el porcentaje de reforzante es necesaria una menor cantidad de energía para fundir los composites.

A pesar de esto, dicha propiedad térmica para los composites compatibilizados con MAPP al 4% es mayor en comparación con las otras concentraciones (0% y 8%); lo cual indica que a esta concentración se aumentan las interacciones entre la fibra y la matriz, mejorando la estabilidad térmica de los composites. Al adicionar agente de acople al 8%, el MAPP remanente disminuye la estabilidad térmica, puesto que éste es un tipo de cera que posee una menor temperatura de fusión por debajo de la del polipropileno virgen [111][124].

Tabla 4. 4 Entalpía de fusión de los materiales compuestos elaborados

Configuración del composite	Entalpia de fusión (J/g)
PP	114.50
30% fibra sin MAPP	79.95
40% fibra sin MAPP	65.32
50% fibra sin MAPP	55.11
30% fibra 4% MAPP	75.95
40% fibra 4% MAPP	72.69
50% fibra 4% MAPP	77.80
30% fibra 8% MAPP	72.04
40% fibra 8% MAPP	71.94
50% fibra 8% MAPP	58.94

En referencia a la temperatura de cristalización, en la figura 4.15, se puede observar como el aumento en el porcentaje de fibra incrementa ligeramente la temperatura de cristalización ya que las fibras actúan como sitios de nucleación heterogénea, acelerando el proceso de cristalización [119][126]. Simultáneamente, cuando se añade una mayor cantidad de fibras de bambú el volumen libre de las moléculas del polímero se reduce, cristalizando el composite a una mayor temperatura en el ciclo de enfriamiento [127]. Al adicionar MAPP a los materiales compuestos, la temperatura de cristalización aumenta ligeramente comparados con los composites sin agente de acople. Además, al incrementar la cantidad de refuerzo (>40%) se comienza a obstaculizar el proceso de cristalización del polipropileno, ocasionando que la temperatura de cristalización tienda a disminuir.

Algo similar le ocurre a la entalpía de cristalización quien comienza a reducirse, resultado atribuido a la poca cantidad de polipropileno en los composites con mayores porcentajes de refuerzo como se muestra en la tabla 4.5 [124]. Para los materiales compuestos compatibilizados al 4% es posible observar un comportamiento similar a lo encontrado en la entalpía de fusión, éste es un indicativo del mejoramiento de la adhesión interfacial entre las fibras y la matriz. Al 8% de MAPP se tiene la misma tendencia encontrada en la entalpía de fusión.

Tabla 4. 5 Entalpía de cristalización de los materiales compuestos elaborados

Configuración del composite	Entalpia de cristalización (J/g)
PP	104.00
30% fibra sin MAPP	78.16
40% fibra sin MAPP	75.44
50% fibra sin MAPP	51.70
30% fibra 4% MAPP	71.21
40% fibra 4% MAPP	83.39
50% fibra 4% MAPP	72.90
30% fibra 8% MAPP	81.51
40% fibra 8% MAPP	60.96
50% fibra 8% MAPP	49.88

Con respecto al porcentaje de cristalinidad, en la figura 4.16 se muestra que al aumentar el contenido de fibra, la cristalinidad tiende a disminuir; según Wang & Ying [119], este comportamiento se debe a que las fibras no solo actúan como centros nucleantes sino también como sitios de restricción para la cristalización del polipropileno; es decir, el incremento en el contenido de refuerzo en la matriz afecta la formación de segmentos de esferulitas de PP ordenadas.

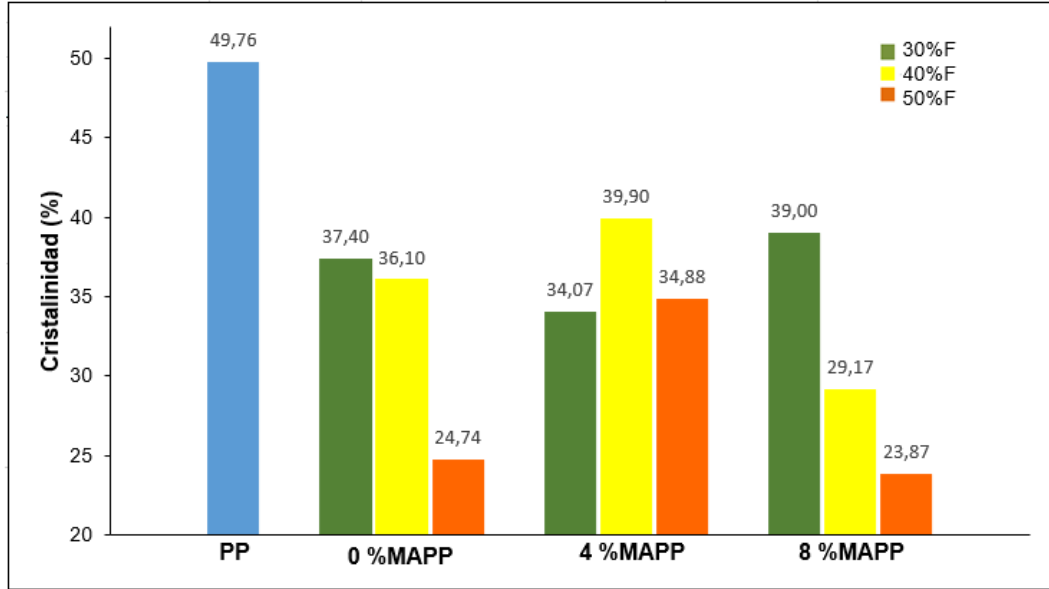


Figura 4. 16 Porcentaje de cristalinidad de los materiales compuestos elaborados

En la figura 4.17, se presentan los DTG de los termogramas correspondientes a los ensayos de TGA, realizados a una lámina de polipropileno (blanco) y a los composites reforzados con y sin agente de acople a una misma velocidad de calentamiento (30°C/min).

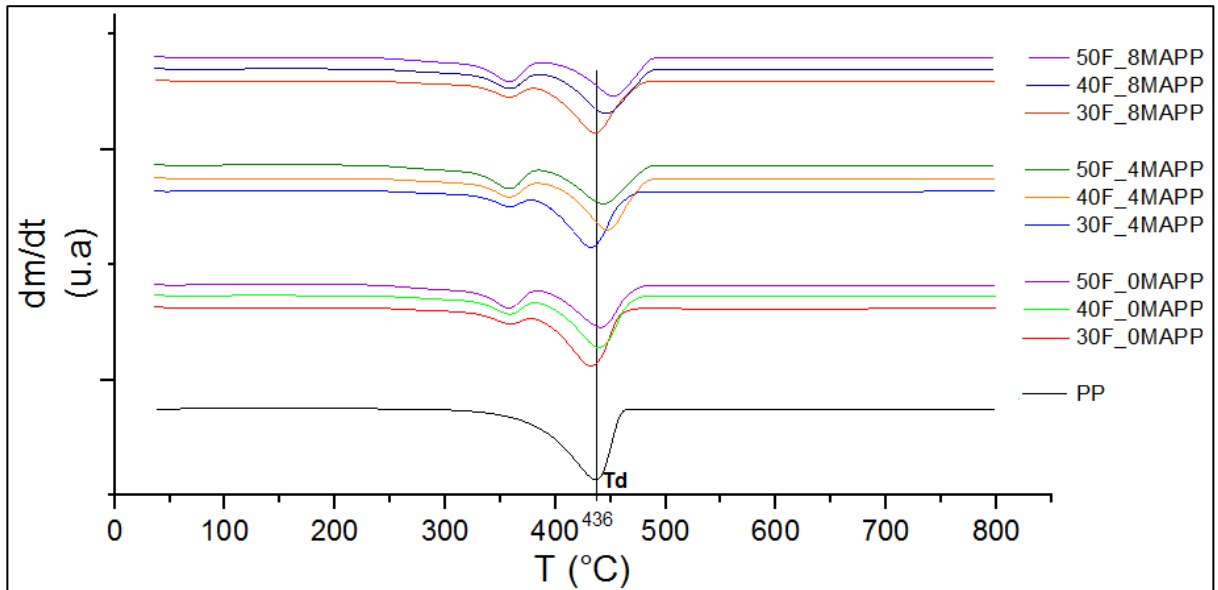


Figura 4. 17 Curvas DTG para los materiales compuestos elaborados

La lámina de polipropileno se descompone en una sola etapa, iniciando su desgriegación alrededor de los 365°C y degradándose aproximadamente a los 436°C. Al adicionar fibras de bambú, es posible percibir una segunda etapa previa a la de la lámina de polipropileno, la cual corresponde a la degradación del material de refuerzo. Esta segunda etapa se vuelve más pronunciada a medida que se aumenta el nivel de refuerzo, debido a la descomposición de los constituyentes de bajo peso molecular de las fibras naturales, tales como la celulosa y hemicelulosa, quienes tienen una mayor presencia en altos porcentajes [124]. No obstante, como se observa en la gráfica y como se ha mencionado anteriormente, un mayor porcentaje de fibra incrementa ligeramente la estabilidad térmica de los composites [119][124].

Por otra parte, las temperaturas de degradación de los composites reforzados con y sin agente de acople son ligeramente mayores al ser comparadas con la del polipropileno virgen registrando una degradación térmica más lenta, dada la capacidad de absorción de calor del agente de refuerzo. Ésta es superior en los composites reforzados con agente de acople, lo cual es indicio de la mejora en la adhesión interfacial de los composites al ser compatibilizados [124][126].

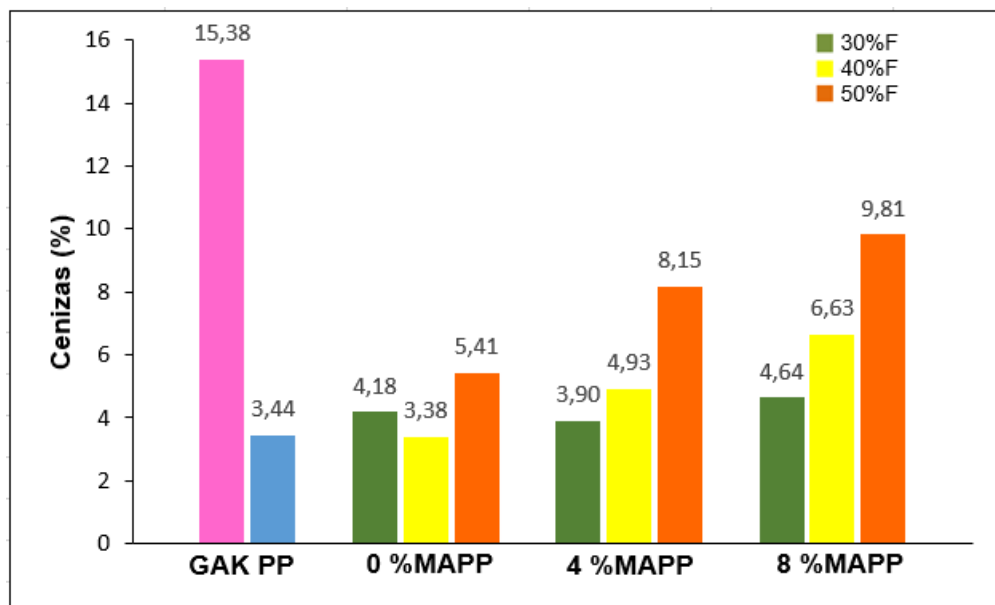


Figura 4. 18 Porcentaje de cenizas en los materiales compuestos elaborados

En la figura 4.18 se puede observar el porcentaje de cenizas para la GAK, el polipropileno y los composites reforzados con y sin agente de acople. La GAK presentan un alto contenido de cenizas (15,38%) correspondiente a los residuos de la pirólisis de la lignina, celulosa y hemicelulosa, así como de minerales propios de la planta tales como potasio, magnesio y calcio [33][99], en contraste con la lámina de polipropileno quien representa un porcentaje de cenizas muy bajo, posiblemente producido por residuos orgánicos que a dicha temperatura no alcanzaron a degradarse. Por otro lado, como se puede observar en los composites, el contenido de cenizas incrementa con el porcentaje de refuerzo; esto es, por el aumento lineal en la concentración de fibra. Además, al incorporar MAPP a los composites se muestra un incremento adicional de cenizas, probablemente, por las

interacciones que se presentan entre las fibras y la matriz, quienes mejoran la adhesión interfacial y, por lo tanto, los componentes requerirán una mayor cantidad de energía para romper los enlaces covalentes formados y así, lograr una degradación completa del material.

La adición de las fibras de GAK y del agente de acople (MAPP) al polipropileno, modificó el comportamiento mecánico de la matriz obteniéndose materiales más rígidos, con una mayor resistencia a la flexión y mayor absorción de la energía de impacto. Respecto a los resultados obtenidos en esta experimentación, la mejor configuración de material compuesto es el adaptado con 50% de fibra y 4% de MAPP; dado que, las propiedades térmicas y la incorporación de mayores porcentajes de agente de acople (8%) no demostraron cambios importantes. Asimismo, para efectos prácticos y económicos (menor consumo de polipropileno y de agente de acople) se concluye que dicha configuración es la más idónea.

Hoy en día, la industria automotriz se encuentra en una transición, en cuanto a la utilización materiales biodegradables dentro de la estructura de los automóviles modernos. Fabricantes de vehículos como Mercedes Benz, Audi, Ford, Toyota y Volkswagen han incluido dentro de sus autopartes materiales reforzados con fibras naturales para aplicaciones en donde los composites reforzados con fibras de vidrio era lo usual, trayendo entre muchos resultados sobresalientes, la disminución de los costos en el procesamiento de los materiales, el aligeramiento de las piezas del vehículo, la reducción del consumo de combustible y el cuidado del medio ambiente [128].

Dado a lo anterior y de acuerdo a los resultados obtenidos en esta investigación, se sugiere el posible uso del material obtenido en aplicaciones de componentes semiestructurales a nivel interior, entre los que se encuentran: paneles de puertas, respaldos de asientos, revestimiento de cajuelas, charola de pisos y tableros [129]–[131].

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES

En este trabajo de investigación, se analizó el efecto que producían la variación del porcentaje de refuerzo y de agente de acople en el módulo de elasticidad de los materiales compuestos elaborados; así como, la caracterización (mecánica, química y morfológica) de las fibras de GAK y un completo estudio de las propiedades mecánicas y térmicas de los materiales compuestos elaborados mediante el diseño de experimentos factorial 3^2 . De acuerdo a los resultados obtenidos en este trabajo, se presentan las siguientes conclusiones:

El empleo de un buen método de extracción es fundamental para la obtención de un material reforzante de buena calidad; para esta investigación, el aislamiento de las fibras de GAK mediante el equipo de Steam Explosion resultó ser la mejor opción, consiguiendo fibras naturales de GAK con propiedades mecánicas superiores, con valores para la resistencia a la tracción de 310.93 MPa y el módulo de elasticidad de 18.54 GPa. Estos resultados mostraron un aumento en dichas propiedades del 93% y 34% respectivamente, en comparación con las propiedades mínimas obtenidas mediante extracción mecánica. Adicionalmente, el Steam Explosion provee una efectiva remoción de componentes no celulósicos y una mayor relación de aspecto, logrando aumentar el área superficial de contacto, la transferencia de esfuerzos entre ambos materiales y mejorar la compatibilidad entre las fases fibra y matriz.

El moldeo por compresión en caliente es un método de procesamiento ideal para obtener materiales con propiedades isotrópicas; lo cual, es una característica fundamental en las piezas para interiores de autopartes. No obstante, si al material elaborado se le desea aplicar carga en cierta dirección preferencial, es importante que estos materiales tengan orientadas las fibras en esa dirección para que exista una transferencia de esfuerzos efectiva.

A partir del análisis estadístico ANOVA, se determinó que las variaciones de los factores % de fibra y % de MAPP dentro de la matriz de polipropileno virgen, presentaron diferencias estadísticamente significativas en la variable de respuesta "módulo de elasticidad". Al cuantificar estos resultados, se observó un aumento de un 212% con un 50% de fibra sin agente de acople y de hasta un 322% con la adición del agente de acople al 4%.

La resistencia a la tracción y la deformación máxima a la rotura de los composites elaborados disminuyen con el aumento de la concentración de fibra. Debido a que éstas fueron fuertemente influenciadas por el estado de orientación y la relación L/d de las fibras en la resistencia mecánica y, por el carácter rígido del refuerzo en la deformación máxima a la rotura.

La resistencia a la flexión de los composites sin compatibilizante presenta un aumento máximo del 11.5% y al adicionar agente de acople un incremento importante del 55.3% con respecto a la matriz virgen. Asimismo, el módulo de flexión tuvo un aumento en los composites sin y con agente de acople de aproximadamente 85.5% y 154.4%,

respectivamente. Lo anterior, sugiere que la adición del MAPP al 4% presenta efectos positivos en ambas propiedades mecánicas.

La resistencia al impacto de los materiales compuestos elaborados se incrementó hasta un 50% con la adición del agente de refuerzo (50% fibra/0% MAPP) con respecto al polipropileno virgen. Este resultado es atribuido a la absorción de una mayor cantidad de energía durante el desarrollo de los mecanismos de fractura que se generan en la interfase fibra/matriz. A pesar de esto, la adición del agente de acople en cualquiera de las concentraciones utilizadas (4% y 8%), no tienen una gran influencia en dicha propiedad, ya que al aumentar la interacción fibra/matriz se presenta un mejor enlace entre las dos fases, demandando una menor cantidad de energía para iniciar alguna fractura dentro del composite.

La dureza Shore D de los composites desarrollados con y sin agente de acople, presentan un ligero aumento (<10%) con respecto a la matriz virgen. Lo anterior, se encuentra relacionado con la toma de los datos en las muestras, puesto que la superficie indentada se encontraba principalmente constituida por polipropileno y por lo tanto, es razonable encontrar valores semejantes a los de la matriz.

Las temperaturas de fusión de los materiales compuestos sin y con agente de acople presentaron un leve aumento (aproximadamente 2°C) con respecto a la reportada por el polipropileno virgen ($T_f=163.5^\circ\text{C}$). Además, para los composites modificados, dicha propiedad térmica no tuvo ningún cambio y continuó presentando prácticamente el mismo valor de polipropileno virgen. Caso contrario, ocurre con la entalpía de fusión de los mismos, la cual disminuye con el aumento de la concentración de refuerzo y la adición de MAPP, produciendo una menor estabilidad térmica en la matriz polimérica.

La temperatura de cristalización aumenta ligeramente con el aumento del porcentaje de fibra (alrededor de 3°C), debido a que las fibras actúan como sitios de nucleación. Sin embargo, la entalpía de cristalización disminuye al incrementar la concentración de fibra puesto que las fibras funcionan como un material inerte y la cantidad de polímero para cristalizar se reduce.

Al aumentar la concentración de fibra, el porcentaje de cristalinidad disminuye ya que durante la formación de esferulitas de polímero ordenadas, las fibras actuaron como sitios de restricción para la libre constitución de cadenas moleculares.

Las temperaturas de degradación del polímero muestran un ligero aumento con la adición de las fibras de GAK y del MAPP; dado que, las fibras tienen una capacidad de absorción de energía mayor y el agente de acople mejora la adhesión interfacial entre ambas fases, lo que contribuye a una demandar energética mayor para la degradación del polímero.

La adición de una mayor concentración de fibras genera un mayor porcentaje de cenizas; las cuales, aumentan con la adición del agente de acople.

En términos generales, para porcentajes mayores de MAPP (8%), no se observa ningún efecto importante tanto en las propiedades mecánicas y térmicas, por lo que se determina que la concentración ideal de agente de acople es al 4%.

Finalmente, de acuerdo a los resultados conseguidos en esta investigación y, para efectos prácticos y económicos se concluye que el mejor composite obtenido, derivado de los diferentes tratamientos planteados en el diseño de experimentos 3², es el composite con un porcentaje de fibra del 50% y de agente de acople al 4%. Este material se sugiere emplearlo en autopartes (a nivel interior) para la industria automotriz tales como: paneles de puertas, respaldos de asientos, revestimiento de cajuelas, charola de pisos y tableros, quienes han sido en algunas compañías automovilísticas fabricadas únicamente con polipropileno. Cabe resaltar que, el reforzamiento de estas piezas mejorará el desempeño mecánico de las piezas respecto a la matriz virgen (aumento en el carácter rígido, una mayor cantidad de energía absorbida ante un impacto, mayor resistencia a un esfuerzo de flexión), así como el aligeramiento del automotor.

RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS

A partir de los resultados obtenidos en esta investigación, se recomienda considerar en trabajos futuros los siguientes aspectos:

Calcular la composición química de las fibras GAK, extraídas mediante métodos de aislamiento físicos y biológicos, así como realizar una caracterización mecánica, determinando si efectivamente el equipo de Steam explosión es el mejor método de extracción.

Determinar de manera cuantitativa el esfuerzo de unión entre la fibra y la matriz mediante ensayos de pull-out, para de esta manera calcular la longitud crítica de este sistema y poder aprovechar al máximo la transferencia de esfuerzos.

Estudiar los efectos de otro tipo de agentes de acoplamiento como, por ejemplo, la acetilación y el empleo de silanos.

Definir cuál sería la pieza más idónea del sector automotriz que se podría fabricar con este material y desarrollar a su vez, un prototipo de dicha pieza para realizarle un seguimiento de su desempeño en uso.

Crear alianzas con empresas ensambladoras de vehículos, con las cuales se puedan desarrollar proyectos de investigación, relacionados con la implementación de composites reforzados con fibras naturales para la elaboración de piezas semiestructurales (a nivel interior) en automotores.

ANEXOS

ANEXO 1. Ficha técnica del polipropileno



January, 2013

HOPELEN H1500

PP HOMOPOLYMER

General Information

Description

H1500 is homo polymer resin produced through the polymerization of propylene. This grade is designed to be processed in conventional injection molding equipment and offers high stiffness, heat stability, scratch resistance and high surface gloss.

Applications

- ◆ Home appliances, Food container, Watercloset cover
- ◆ Small-sized E&E parts

Physical Properties¹

Physical	Test Method	Nominal Values			
Melt Flow Index	ASTM D1238	12	g/10min		
Density	ASTM D792	0.90	g/cm ³		
Mechanical					
Tensile Stress (Yield)	ASTM D638	350	kgf/cm ²	34	MPa
Tensile Strain (Break)	ASTM D638	>100	%	>100	%
Flexural Modulus	ASTM D790	15,000	kgf/cm ²	1,470	MPa
Impact					
Notched Izod Impact Strength (23°C)	ASTM D256	3.0	kgf-cm/cm	29	J/m
Notched Izod Impact Strength (-10°C)	ASTM D256	2.5	kgf-cm/cm	25	J/m
Thermal					
Heat Deflection Temperature (4.6kgf/cm ²)	ASTM D648	115	°C		
Additional Properties					
Flammability	UL94	HB			

NOTE

ISO 9001, 14001, ITS 18248

¹ Physical Properties : these are not to be construed as specifications

ANEXO 2. Ficha técnica del Anhídrido Maléico injertado en polipropileno (MAPP)

SIGMA-ALDRICH

sigma-aldrich.com

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: www.sigmaaldrich.com

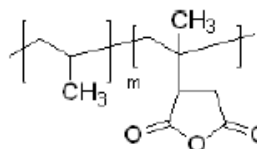
Email USA: techserv@sial.com

Outside USA: eurtechserv@sial.com

Product Specification

Product Name:
Polypropylene-graft-maleic anhydride - average M_w ~9,100 by GPC, average M_n ~3,900 by GPC, maleic anhydride 8-10 wt. %

Product Number: 427845
CAS Number: 25722-45-6
MDL: MFCD00212584
Formula: C7H8O3



TEST	Specification
Appearance (Color)	Conforms to Requirements
Yellow or Tan	
Appearance (Form)	Beads or Pellets
Viscosity	150 - 700 cps
Acid Value	40.0 - 55.0
mg KOH/g	
Specification: PRD.0.ZQ5.10000038283	

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

ANEXO 3. Procedimiento para la corrección del módulo de elasticidad en las fibras de GAK [102]

Durante el ensayo de tracción en las fibras, la elongación real de las fibras no puede ser registrada. La medida registrada en la curva de esfuerzo vs deformación, es el desplazamiento del sistema (mordaza, marco, haz de fibra y pegamento), registrando una deformación no real del haz de fibras.

Para determinar la deformación real que sufre el haz de fibras se debe generar la curva esfuerzo vs deformación corregida para cada haz de fibras como se describe a continuación.

- 1) Calcular el módulo estimado (E_{est}): a partir de los datos de módulo de elasticidad obtenidos para varias longitudes de ensayo, se grafica $1/\text{longitud del ensayo}$ vs E . A este gráfico se le realiza una regresión lineal, obteniéndose finalmente un módulo estimado.
- 2) Se calcula el desplazamiento de la fibra ($\Delta_{fibra,i}$) y también, el factor que comprende los efectos adicionales que ocurren durante el desplazamiento de cada haz de fibras (α_i) en todas las longitudes de ensayo, mediante las siguientes ecuaciones:

$$\Delta_{fibra,i} = \frac{\sigma_i * \text{long del ensayo}}{E_{est}}$$

$$\alpha_i = \frac{\Delta_{total,i} - \Delta_{fibra,i}}{F,i}$$

- 3) Se grafica la longitud de ensayo vs α_i y se hace una regresión lineal, obteniéndose un α global para cada longitud de ensayo ($\alpha_{global,i}$).
- 4) Se calcula la deformación corregida de acuerdo a:

$$\epsilon_{correg} = \frac{\Delta_{total,i}}{\text{long del ensayo}} - \frac{(\alpha_{global,i}) * F,i}{\text{long del ensayo}}$$

- 5) Se grafica nuevamente la curva esfuerzo vs deformación corregida para cada muestra. El módulo calculado en esta nueva gráfica es el módulo corregido.

ANEXO 4. Distribución de probabilidad Weibull de dos parámetros [132]

En algunas situaciones, existen justificaciones teóricas para la pertinencia de la distribución Weibull (como en el caso de las fibras naturales con datos muy dispersos), pero en muchas aplicaciones simplemente proporciona una concordancia con los datos observados con valores particulares de β y α (datos característicos de la distribución Weibull). Donde:

β : Parámetro de escala. Define la extensión de la distribución de los datos.

α : Parámetro de forma. Adimensional. Variabilidad de la distribución.

Una vez calculados dichos parámetros, se procede al cálculo de los valores de media (μ) y desviación estándar (σ) característicos de dicha distribución, empleando las siguientes ecuaciones:

$$\mu = \beta \Gamma\left(1 + \frac{1}{\alpha}\right)$$
$$\sigma = \sqrt{\beta^2 \left\{ \Gamma\left(1 + \frac{2}{\alpha}\right) - \left[\Gamma\left(1 + \frac{1}{\alpha}\right) \right]^2 \right\}}$$

Donde:

Γ : Es la función Gama.

REFERENCIAS

- [1] D. R. Askeland, "Materiales compuestos," in *Ciencia e ingeniería de los materiales*, 3rd ed., 1998, pp. 508–551.
- [2] W. J. Callister, "Introducción," in *Ciencia e ingeniería de los materiales 1*, 2017, pp. 1–6.
- [3] C. Gonzáles, J. Del Campo, P. Cardín, J. . Fernández, and P. García, "Relaciones composición-propiedades en materiales compuestos de matriz poliolefínica reforzados con fibras de celulosa," in *Materiales Compuestos*, 2003, pp. 103–111.
- [4] D. E. Askeland and P. P. Fulay, "Introducción a la ciencia e ingeniería de materiales," in *Fundamentos de Ingeniería y Ciencia de Materiales*, 2010, pp. 1–19.
- [5] F. Ramón, W. J. Mora, and B. A. Ramón, "Desarrollo de materiales biocompuestos reforzados con fibras naturales colombianas," *Revista ambiental . Agua, aire y suelo*, vol. 4, no. 2, pp. 1–7, 2013.
- [6] H. P. S. Abdul Khalil, I. U. H. Bhat, M. Jawaid, a. Zaidon, D. Hermawan, and Y. S. Hadi, "Bamboo fibre reinforced biocomposites: A review," *Materials and Design*, vol. 42, pp. 353–368, 2012.
- [7] U. Nirmal, J. Hashim, and M. M. H. Megat Ahmad, "A review on tribological performance of natural fibre polymeric composites," *Tribology International*, vol. 83, pp. 77–104, 2015.
- [8] M. S. Ain U, M. T. H. Sultan, M. Jawaid, C. Francisco, and A. R. A. Talib, "A Review on the Tensile Properties of Bamboo Fiber Reinforced Polymer Composites," *BioResources*, vol. 11, no. 4, pp. 10654–10676, 2016.
- [9] TECA, "Reproducción de la Guadua Angustifolia por el método de Chusquines," 2015. [Online]. Available: <http://teca.fao.org/es/read/3887>. [Accessed: 17-Feb-2015].
- [10] M. George, M. Chae, and D. C. Bressler, "Composite materials with bast fibres: Structural, technical, and environmental properties," *Progress in Materials Science*, vol. 83, pp. 1–23, 2016.
- [11] L. Osorio, E. Trujillo, a. W. Van Vuure, and I. Verpoest, "Morphological aspects and mechanical properties of single bamboo fibers and flexural characterization of bamboo/ epoxy composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 30, no. 5, pp. 396–408, 2011.
- [12] M. Estrada and F. Ramírez, "Extracción y caracterización mecánica de las fibras de bambu (Guadua angustifolia) para su uso potencial como refuerzo de materiales compuestos," Universidad de los Andes. Bogotá, 2010.
- [13] R. Rahman, S. Hamdan, D. Awang, S. Islam, and H. Takagi, "Bamboo Fiber Polypropylene Composites: Effect of Fiber Treatment and Nano Clay on Mechanical and Thermal Properties," *Journal Vinyl & Additive Technology*, pp. 1–6, 2014.
- [14] X. Zhou, Y. Yu, Q. Lin, and L. Chen, "Effects of maleic anhydride-grafted polypropylene (MAPP) on the physico-mechanical properties and rheological behavior of bamboo powder-polypropylene foamed composites," *BioResources*, vol. 8, no. 4, pp. 6263–6279, 2013.
- [15] A. Besednjak, "Matrices para materiales compuestos," in *Materiales compuestos. Procesos de fabricación de embarcaciones*, 2005, pp. 19–33.
- [16] M. P. Groover, "Polímeros," in *Fundamentos de manufactura moderna. Materiales, procesos y sistemas*, 1997, pp. 183–208.
- [17] J. Rodríguez, L. Castro, and J. C. Del Real, "Los materiales en la ingeniería," in *Procesos industriales para no materiales metálicos*, 2nd ed., Madrid, pp. 33–39.

- [18] F. Billmeyer, "Plásticos y elastómeros hidrocarburoados," in *Ciencia de los polímeros*, 2004, pp. 385–408.
- [19] V. K. Thakur and M. K. Thakur, "Processing and characterization of natural cellulose fibers thermoset polymer composites," *Carbohydrate Polymers*, vol. 109, pp. 102–117, 2014.
- [20] A. Besednjak, "Conceptos generales," in *Materiales compuestos. Procesos de fabricación de embarcaciones*, 2005, pp. 15–18.
- [21] J. L. Enciso and D. A. Aldana, "Revista Colombiana de Materiales N°5. Edición Especial Artículos Cortos.," *Simulación de impacto a mallas de fibras de fique y guaguardua como refuerzo de un compuesto polimérico*, pp. 139–144, 2013.
- [22] D. Hull, "Introducción," in *Materiales Compuestos*, 1987, pp. 1–8.
- [23] A. Miravete, E. Larrodé, L. Castejón, R. Clemente, and M. A. Jiménez, "Materias primas," in *Materiales compuestos I*, 1st ed., A. Miravete, Ed. Editorial Reverté, S.A, 2007, pp. 1–40.
- [24] M. Barrera, M. A. Hidalgo, and J. Mina, "Compuestos Laminados De Matriz Polimérica Reforzados Con Fibras Naturales : Comportamiento Mecánico," *Scientia et Technica Año XII*, no. 51, pp. 51–59, 2012.
- [25] M. P. Groover, "Materiales compuestos," in *Fundamentos de manufactura moderna. Materiales, procesos y sistemas*, 1st ed., Pearson. Prentice Hall, 1997, pp. 220–237.
- [26] M. Das and D. Chakraborty, "Evaluation of improvement of physical and mechanical properties of bambu fibres due to alkali treatment," *Journal of applied polymer science*, vol. 107, pp. 522–527, 2008.
- [27] P. Zakikhani, R. Zahari, M. T. H. Sultan, and D. L. Majid, "Extraction and preparation of bamboo fibre-reinforced composites," *Materials and Design*, vol. 63, pp. 820–828, 2014.
- [28] S. Shao, G. Wen, and Z. Jin, "Changes in chemical characteristics of bamboo (*Phyllostachys pubescens*) components during steam explosion," *Wood Science and Technology*, vol. 42, no. 6, pp. 439–451, 2008.
- [29] G. Quintana, J. Velásquez, S. Betancourt, and P. Gañán, "Binderless fiberboard from steam exploded banana bunch," *Industrial Crops and Products*, vol. 29, no. 1, pp. 60–66, 2009.
- [30] C. Cara, E. Ruiz, I. Ballesteros, M. Negro, and E. Castro, "Enhanced enzymatic hydrolysis of olive tree wood by steam explosion and alkaline peroxide delignification," *Process Biochemistry*, vol. 41, pp. 423–429, 2006.
- [31] G. Diosa, J. Velásquez, and G. Quintana, "Binderless fiberboards from *Gynerium Sagittatum*," *Revista Investigaciones Aplicadas*, vol. 8, no. 2, pp. 101–112, 2014.
- [32] F. Billmeyer, "Termoplásticos de heterocadena," in *Ciencia de los polímeros*, 2004, pp. 437–470.
- [33] J. I. Fajardo Seminario, "Determinación del estado de orientación de fibras cortas, mediante procesamiento digital de imágenes, en un compuesto termoplástico polipropileno/bambú moldeado por inyección," Universidad Pontificia Bolivariana. Sede Medellín, 2015.
- [34] S. Gomez, "Diseño De Un Material Compuesto Con Fibra Natural Para Sustituir La Utilización De La Fibra De Vidrio," Universidad EAFIT. Medellín, 2009.
- [35] A. Valadez, "Efecto del tratamiento superficial de fibras de henequén sobre la resistencia interfacial fibra-matriz en las propiedades efectivas de materiales compuestos termoplásticos," Universidad Autónoma Metropolitana, México D.F, 1999.
- [36] "Plasma knowledge: Corona discharge." [Online]. Available: <http://www.thierry->

- corp.com/mx/plasma/conceptos-fundamentales/descargas-de-corona. [Accessed: 15-Nov-2016].
- [37] M. George, P. G. Mussone, and D. C. Bressler, "Surface and thermal characterization of natural fibres treated with enzymes.," *Industrial Crops and Products*, vol. 53, pp. 365–373, 2014.
- [38] D. Ren, Z. Yu, X. Zhang, H. Wang, H. Wang, and Y. Yu, "Quantitative characterization of the interface between bamboo fiber and polypropylene with pull-out test and nanomechanical imaging," *Journal of Materials Science*, vol. 52, no. 3, pp. 1296–1307, 2017.
- [39] S. Gómez and J. Gonzáles, "Materiales compuestos con propiedades a la carta. Diseño de interfases," Universidad Carlos III de Madrid. Leganés, 2008.
- [40] a. Shalwan and B. F. Yousif, "In state of art: Mechanical and tribological behaviour of polymeric composites based on natural fibres," *Materials and Design*, vol. 48, pp. 14–24, 2013.
- [41] J. Felix, "Enhancing interactions between cellulose fibers and synthetic polymers," Chalmers University of Technology. Göteborg, 1993.
- [42] N. Jaramillo, "Efecto del proceso de mercerización en el comportamiento de la fibra de hoja de piña (FHP) como refuerzo en una matriz de polipropileno," Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín, 2016.
- [43] L. Valarezo, "Obtención experimental de un material bicompuesto a base de una matriz polimérica y reforzada con fibras naturales de guadúa angustifolia proveniente del Ecuador," Universidad Politécnica Salesiana. Sede Cuenca, 2013.
- [44] D. Ren, X. X. Zhang, H. K. Wang, W. J. Li, and Y. Yu, "Improving thermo-oxidative degradation resistance of bamboo fiber reinforced polymer composites with antioxidants. Part I: Screening of antioxidants," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 133, no. 46, pp. 1–8, 2016.
- [45] P. Nguyen Tri, A. Guinault, and C. Sollogoub, "Élaboration et propriétés des composites polypropylène recyclé/fibres de bambou," *Matériaux & Techniques*, vol. 100, pp. 413–423, 2012.
- [46] R. Andrade, "Comportamentos, térmico e mecânico, de compósitos de polipropileno e resíduo da hidrólise enzimática do bagaço de cana de açúcar," Universidade estadual paulista. Guaratinguetá, 2014.
- [47] M. P. Groover, "Materiales compuestos," in *Fundamentos de manufactura moderna. Materiales, procesos y sistemas*, 1st ed., P. P. Hall, Ed. 1997, pp. 220–237.
- [48] G. Shirley, B. Enrique, and N. Carlos, "Análisis de laminados de materiales compuestos con precarga en su plano y sometidos a impacto," Universidad Carlos III de Madrid, 2007.
- [49] T. Osswald and J. . Hernández, "Polymer processes," in *Polymer processing. Modeling and simulation*, 2006, pp. 111–168.
- [50] "Moldeado, inyección, extrusión." [Online]. Available: <http://www.textoscientificos.com/polimeros/moldeado>. [Accessed: 10-Jul-2015].
- [51] S. Kalpakjian and S. Schmid, "Moldeo y conformación de plásticos y materiales compuestos," in *Manufactura. Ingeniería y tecnología*, 4th ed., pp. 480–511.
- [52] Laboratorio de producción Facultad de ingeniería Industrial, "Plásticos- protocolo - Curso de procesos de manufactura," p. 29, 2007.
- [53] "Materiales compuestos." [Online]. Available: <https://procesosindustriales2011.wordpress.com/2011/08/30/materiales-compuestos/>. [Accessed: 06-Apr-2016].
- [54] "Moldeo por compresión." [Online]. Available: <http://iq.ua.es/TPO/Tema6.pdf>.

- [Accessed: 05-Apr-2016].
- [55] R. Tatara, "Compression Molding," in *Applied plastics engineering handbook*, Elsevier, 2011, pp. 289–309.
- [56] A. Besednjak, "Conceptos generales," in *Materiales compuestos. Procesos de fabricación de embarcaciones*, 2005, pp. 15–18.
- [57] L. Brief, "Opportunities in Natural Fiber Composites," 2011. [Online]. Available: <http://www.lucintel.com/LucintelBrief/PotentialofNaturalfibercomposites-Final.pdf>. [Accessed: 12-Feb-2015].
- [58] C. Gonzáles, J. Del Campo, P. Cardín, J. Fernández, and P. García, "Relaciones composición-propiedades en materiales compuestos de matriz poliolefínica reforzados con fibras de celulosa," in *Materiales Compuestos*, 2003, pp. 103–111.
- [59] V. K. Thakur and M. K. Thakur, "Processing and characterization of natural cellulose fibers/thermoset polymer composites," *Carbohydrate Polymers*, vol. 109, pp. 102–117, 2014.
- [60] D. Ren, X. X. Zhang, H. K. Wang, W. J. Li, and Y. Yu, "Improving thermo-oxidative degradation resistance of bamboo fiber reinforced polymer composites with antioxidants. Part II: Effect on other select properties," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 133, no. 46, pp. 1–8, 2016.
- [61] W. Chunhong, L. Shengkai, and Y. Zhanglong, "Mechanical, hygrothermal ageing and moisture absorption properties of bamboo fibers reinforced with polypropylene composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 35, no. 13, pp. 1062–1074, 2016.
- [62] H. Cheng, J. Gao, G. Wang, S. Q. Shi, S. Zhang, and L. Cai, "Enhancement of mechanical properties of composites made of calcium carbonate modified bamboo fibers and polypropylene," *Holzforschung*, vol. 69, no. 2, pp. 215–221, 2015.
- [63] J. T. Kang and S. H. Kim, "Improvement in the mechanical properties of polylactide and bamboo fiber biocomposites by fiber surface modification," *Macromolecular Research*, vol. 19, no. 8, pp. 789–796, 2011.
- [64] N. Z. M. Zuhudi, K. Jayaraman, and R. J. T. Lin, "Mechanical , Thermal and Instrumented Impact Properties of Bamboo Fabric-Reinforced Polypropylene Composites," vol. 24, no. 9, pp. 755–766, 2016.
- [65] M. Abdullah-Al-Mamun, M. Ara, S. B. Ratul, M. O. Hannan, and M. I. Shams, "Physical and mechanical properties of flat pressed polypropylene bonded composite made from bamboo (*Bambusa balcooa* Roxb.)," *Journal of the Indian Academy of Wood Science*, vol. 12, no. 2, pp. 145–148, 2015.
- [66] Z. Ying-Chen, W. Hong-Yan, and Q. Yi-Ping, "Morphology and properties of hybrid composites based on polypropylene/polylactic acid blend and bamboo fiber," *Bioresource Technology*, vol. 101, no. 20, pp. 7944–7950, 2010.
- [67] P. Nguyen Tri and G. Villoutreix, "Non-isothermal Crystallization Kinetics of Short Bamboo Fiber-reinforced Recycled Polypropylene Composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 29, no. 17, pp. 2576–2591, 2010.
- [68] A. Cuéllar and I. Muñoz, "Fibra de guadua como refuerzo de matrices poliméricas," *Dyna*, vol. 77, no. 162, pp. 137–142, 2010.
- [69] J. Ariza and P. Gañan, "Elaboración de un material compuesto a partir de espuma epoxica y fibra de Guadua *Angustifolia* Kunth," Universidad Pontificia Bolivariana. Sede Medellín, 2006.
- [70] S. Nahar, R. a. Khan, K. Dey, B. Sarker, a. K. Das, and S. Ghoshal, "Comparative Studies of Mechanical and Interfacial Properties between Jute and Bamboo Fiber-Reinforced Polypropylene-Based Composites," *Journal of Thermoplastic Composite*

- Materials*, vol. 25, no. 1, pp. 15–32, 2012.
- [71] C. a. Fuentes *et al.*, “Effect of physical adhesion on mechanical behaviour of bamboo fibre reinforced thermoplastic composites,” *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 418, pp. 7–15, 2013.
- [72] S. K. Chattopadhyay, R. K. Khandal, R. Uppaluri, and A. K. Ghoshal, “Influence of Varying Fiber Lengths on Mechanical , Thermal , and Morphological Properties of MA- g -PP Compatibilized and Chemically Modified Short Pineapple Leaf Fiber Reinforced Polypropylene Composites,” *Journal of applied polymer science*, vol. 113, pp. 3750–3756, 2009.
- [73] S. Shaharuddin and E. Zainudin, “A review of the effect of moulding parameters on the performance of polymeric composite injection molding,” *Turkish Journal Engineering Env. Sciences*, vol. 30, pp. 23–34, 2006.
- [74] H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakoo, and M. Trada, “A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 42, no. 4, pp. 856–873, 2011.
- [75] “Estaciones Agrarias, Facultad de Ciencias Agrarias de la Universidad Nacional de Colombia (Medellín, Colombia),” 2016. [Online]. Available: <https://cienciasagrarias.medellin.unal.edu.co/la-facultad/estaciones-agrarias.html>. [Accessed: 25-Jun-2017].
- [76] A. N. Kasim *et al.*, “Effect of Pineapple Leaf Fiber Loading on the Mechanical Properties of Pineapple Leaf Fiber – Polypropylene Composite,” *Jurnal Teknologi*, vol. 77, no. 21, pp. 117–123, Dec. 2015.
- [77] L. Boopathi, P. S. Sampath, and K. Mysamy, “Investigation of physical , chemical and mechanical properties of raw and alkali treated Borassus fruit fiber,” *Composites Part B*, vol. 43, no. 8, pp. 3044–3052, 2012.
- [78] M. Cai *et al.*, “Influence of alkali treatment on internal microstructure and tensile properties of abaca fibers,” *Industrial Crops & Products*, vol. 65, pp. 27–35, 2015.
- [79] D. Londoño, “Asistencia a la investigación en el proyecto: Caracterización mecánica de un compuesto polimérico reforzado con fibras naturales cortas de Guadua Angustifolia Kunth (GAK),” Universidad Pontificia Bolivariana. Sede Medellín, 2014.
- [80] L. Quintero, J. Cruz, D. Londoño, M. Ceballos, and J. Fajardo, “Estudio de las propiedades mecánicas de los haces de fibras de Guadua Angustifolia Kunth ecuatoriana extraída a partir de diferentes métodos,” in *XIII Congreso nacional de corrosión y IV Congreso internacional de Integridad estructural, ASCOR 2016*, 2016, pp. 296–303.
- [81] R. Sun and S. Hughes, “Fractional extraction and physico-chemical characterization of hemicelluloses and cellulose from sugar beet pulp,” *Carbohydrate Polymers*, vol. 36, no. 4, pp. 293–299, 1998.
- [82] ASTM International, “Standard test method for tensile properties of single textile fibers.” pp. 1–10, 2014.
- [83] S. Jain, R. Kumar, and U. . Jindal, “Mechanical behaviour of bamboo and bamboo composite,” *Journal of Materials Science*, vol. 27, pp. 4598–4604, 1992.
- [84] S. N. Monteiro, K. G. Satyanarayana, a S. Ferreira, J. B. Neto, T. G. Portela, and V. Researcher, “Selection of high strength natural fibers,” *Revista Matéria*, vol. 15, no. 4, pp. 488–505, 2011.
- [85] ASTM International, “Standard Practice for Conditioning and Testing Textiles,” pp. 1–4, 2004.
- [86] ASTM International, “Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves.” pp. 1–11, 2016.

- [87] S. . Chattopadhyay, R. Khandal, R. Uppaluri, and A. . Ghoshal, "Bamboo fibre reinforced polypropylene composites and their mechanical, thermal and morphological properties," *Journal of applied polymer science*, vol. 119, no. 2010, pp. 1619–1626.
- [88] C. a. Kakou, F. Z. Arrakhiz, a. Trokourey, R. Bouhfid, a. Qaiss, and D. Rodrigue, "Influence of coupling agent content on the properties of high density polyethylene composites reinforced with oil palm fibers," *Materials & Design*, vol. 63, pp. 641–649, 2014.
- [89] "Statgraphics net." [Online]. Available: <http://www.statgraphics.net/>. [Accessed: 08-Oct-2016].
- [90] I. Baroulaki, O. Karakasi, G. Pappa, P. a. Tarantili, D. Economides, and K. Magoulas, "Preparation and study of plastic compounds containing polyolefins and post used newspaper fibers," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, no. 10, pp. 1613–1625, Oct. 2006.
- [91] A. Agrawal and A. Satapathy, "Mathematical model for evaluating effective thermal conductivity of polymer composites with hybrid fillers," *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 89, pp. 203–209, 2015.
- [92] ASTM Norma, "Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics," *Annual Book of ASTM Standards*, pp. 1–15, 2004.
- [93] ASTM International, "Standard Practice for Conditioning Plastics for Testing." pp. 1–4, 2013.
- [94] J. C. Pérez, "Obtención de compuestos de polipropileno reforzado con fibras de abacá mediante moldeo por compresión," Escuela Politécnica Nacional, 2007.
- [95] ASTM International, "Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials." pp. 1–11, 2015.
- [96] ASTM International, "Standard Test Method for Rubber Property — Durometer Hardness." pp. 1–13, 2017.
- [97] ASTM Norma, "Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of plastics," *Annual Book of ASTM Standards*, pp. 1–20, 2014.
- [98] X. Li, "Physical, chemical, and mechanical properties of bamboo and its utilization potential for fiberboard manufacturing," Louisiana State University, 2004.
- [99] A. J. Espinoza, "Aptitud de Guadua Amgustifolia Kunth en la elaboración de tableros aglomerados con cemento," Universidad Nacional Agraria La Molina. Lima-Perú, 2010.
- [100] U. Nirmal, J. Hashim, and M. M. H. Megat Ahmad, "A review on tribological performance of natural fibre polymeric composites," *Tribology International*, vol. 83, pp. 77–104, Mar. 2015.
- [101] M. Kant and J. Hay, "Measurement of System Compliance Using Template Grip Technique and the Agilent T150. Application Note." pp. 1–4.
- [102] N. Defoirdt *et al.*, "Assessment of the tensile properties of coir, bamboo and jute fibre," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 41, no. 5, pp. 588–595, 2010.
- [103] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bourchak, F. Scarpa, and C. Zhu, "Thermochemical and statistical mechanical properties of natural sisal fibres," *Composites Part B*, vol. 67, pp. 481–489, 2014.
- [104] M. J. John and R. D. Anandjiwala, "Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites," *Polymer Composites*, pp. 187–207, 2008.
- [105] M. E. Alves Fidelis, T. V. C. Pereira, O. D. F. M. Gomes, F. De Andrade Silva, and R.

- D. Toledo Filho, "The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 2, no. 2, pp. 149–157, 2013.
- [106] J. Nurain, A. Ishak, and A. Dufresne, "Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk," *Industrial Crops and Products*, vol. 37, pp. 93–99, 2012.
- [107] B. M. Cherian, A. L. Leão, S. F. de Souza, S. Thomas, L. A. Pothan, and M. Kottaisamy, "Isolation of nanocellulose from pineapple leaf fibres by steam explosion," *Carbohydrate Polymers*, vol. 81, no. 3, pp. 720–725, 2010.
- [108] F. Wang, S. Zhou, L. Li, and X. Zhang, "Changes in the morphological-mechanical properties and thermal stability of bamboo fibers during the processing of alkaline treatment," *Polymer Composites*, pp. 1–8, 2017.
- [109] T. Fujii, "Green composites using bamboo," in *Sustainable composites. Fibers, resins and applications*, 2015, pp. 265–312.
- [110] M. M. Ibrahim, W. K. El-Zawawy, Y. R. Abdel-Fattah, N. A. Soliman, and F. A. Agblevor, "Comparison of alkaline pulping with steam explosion for glucose production from rice straw," *Carbohydrate Polymers*, vol. 83, no. 2, pp. 720–726, 2011.
- [111] A. Arbelaz, "Composites based on renewable natural flax fibres and thermoplastic matrices," Escuela Universitaria Politecnica de Donostia, 2006.
- [112] R. Karnani, "Kenaf-reinforced polypropylene composites," Michigan State University, 1996.
- [113] S. Chattopadhyay, R. Khandal, R. Uppaluri, and A. Ghoshal, "Bamboo Fiber Reinforced Polypropylene Composites and Their Mechanical, Thermal, and Morphological Properties," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 119, pp. 1619–1626, 2011.
- [114] M. . Fuqua and C. . Ulven, "Preparation and characterization of polypropylene composites reinforced with modified lignocellulosic corn fiber," in *American Society of Agricultural and Biological Engineers - ASABE*, 2008, pp. 1–11.
- [115] N. Chand and U. K. Dwivedi, "Effect of coupling agent on abrasive wear behaviour of chopped jute fibre-reinforced polypropylene composites," *Wear*, vol. 261, no. 10, pp. 1057–1063, 2006.
- [116] S. Huda and Y. Yang, "A novel approach of manufacturing light-weight composites with polypropylene web and mechanically split cornhusk," *Industrial Crops and Products*, vol. 30, no. 1, pp. 17–23, 2009.
- [117] T. H. Nam, S. Ogihara, H. Nakatani, S. Kobayashi, and J. Il Song, "Mechanical and thermal properties and water absorption of jute fiber reinforced poly(butylene succinate) biodegradable composites," *Advanced Composite Materials*, vol. 21, no. 3, pp. 241–258, 2012.
- [118] A. A. El-Fattah, A. G. M. El Demerdash, W. A. Alim Sadik, and A. Bedir, "The effect of sugarcane bagasse fiber on the properties of recycled high density polyethylene," *Journal of Composite Materials*, vol. 49, no. 26, pp. 3251–3262, 2015.
- [119] C. Wang and S. Ying, "A novel strategy for the preparation of bamboo fiber reinforced polypropylene composites," *Fibers and Polymers*, vol. 15, no. 1, pp. 117–125, 2014.
- [120] W. Liu, T. Chen, X. Wen, R. Qiu, and X. Zhang, "Enhanced mechanical properties and water resistance of bamboo fiber-unsaturated polyester composites coupled by isocyanatoethyl methacrylate," *Wood Science and Technology*, vol. 48, no. 6, pp. 1241–1255, 2014.
- [121] M. A. Hidalgo, M. F. Munõz, and J. H. Mina, "Influence of Incorporation of Natural

- Fibers on the Physical, Mechanical, and Thermal Properties of Composites LDPE-Al Reinforced with Fique Fibers,” *International Journal of Polymer Science*, vol. 2015, pp. 1–8, 2015.
- [122] N. M. Barkoula, B. Alcock, N. O. Cabrera, and T. Peijs, “Fatigue properties of highly oriented polypropylene tapes and all-polypropylene composites,” *Polymers and Polymer Composites*, vol. 16, no. 2, pp. 101–113, 2008.
- [123] Lady Sepúlveda, “Elaboración de un material biocompuesto a partir de la fibra de plátano,” Universidad Nacional de Colombia. Sede Manizales, 2014.
- [124] S.-Y. Lee, I. -a. Kang, B.-S. Park, G.-H. Doh, and B.-D. Park, “Effects of Filler and Coupling Agent on the Properties of Bamboo Fiber-Reinforced Polypropylene Composites,” *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 28, no. 21, pp. 2589–2604, 2009.
- [125] Nguyen Tri Phuong, C. Sollogoub, and A. Guinault, “Relationship between fiber chemical treatment and properties of recycled pp/bamboo fiber composites,” *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 29, no. 21, pp. 3244–3256, 2010.
- [126] V. Srebrenkoska, G. B. Gaceva, M. Avella, M. E. Ericco, and G. Gentile, “Utilization of Recycled Polypropylene for Production of Eco-Composites,” *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol. 48, no. 11, pp. 1113–1120, Oct. 2009.
- [127] J. Lisperguer, X. Bustos, Y. Saravia, C. Escobar, and H. Venegas, “Efecto De Las Características De Harina De Madera En Las Propiedades Físico-Mecánicas Y Térmicas De Polipropileno Reciclado,” *Maderas. Ciencia y tecnología*, vol. 15, no. 3, pp. 321–336, 2013.
- [128] T. Majewski and A. Bledzki, “Desarrollo y aplicaciones actuales de los plásticos reforzados por fibras naturales,” in *Memorias del XIX Congreso Internacional Anual de la Somim*, 2013, pp. 676–682.
- [129] Y. Wu, C. Xia, L. Cai, A. C. Garcia, and S. Q. Shi, “Development of natural fiber-reinforced composite with comparable mechanical properties and reduced energy consumption and environmental impacts for replacing automotive glass-fiber sheet molding compound,” *Journal of Cleaner Production*, vol. 184, pp. 92–100, 2018.
- [130] J. Holbery and D. Houston, “Natural-fibre-reinforced polymer composites in automotive applications,” *Journal of Minerals, Metals and Material Society*, vol. 58, no. 11, pp. 80–86, 2006.
- [131] T. Majewski and A. Bledzki, “Plásticos reforzados con fibras naturales en el sector automotriz,” *Ideas en Ciencia*, pp. 23–33, 2013.
- [132] J. Devore, “Variables aleatorias continuas y distribuciones de probabilidad,” in *Probabilidad y estadística para ingeniería y ciencias. Séptima edición*, 2008, pp. 130–183.