

**DETERMINACIÓN DEL ESTADO DE ORIENTACIÓN DE FIBRAS CORTAS, MEDIANTE  
PROCESAMIENTO DIGITAL DE IMÁGENES, EN UN COMPUESTO TERMOPLÁSTICO  
POLIPROPILENO/BAMBÚ MOLDEADO POR INYECCIÓN**

**JORGE ISAAC FAJARDO SEMINARIO**

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

**Director:**

**Luis Javier Cruz Riaño, PhD**

**Doctor en Materiales No metálicos**

**Universidad Pontificia Bolivariana**

**Escuela de Ingenierías**

**Maestría en Ingeniería- Área de Nuevos Materiales**

**Medellín**

**2015**

Medellín, Abril de 2015

Jorge Isaac Fajardo Seminario

“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.

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Jorge Isaac Fajardo Seminario', with a large, stylized flourish extending upwards and to the right.

## RESUMEN.

En el presente trabajo se propone una metodología para determinar el estado de orientación de fibras naturales cortas de bambú (subespecie *Guadua Angustifolia Kunth*) reforzando una matriz termoplástica de polipropileno, mediante el uso de técnicas de procesamiento digital de imágenes.

El trabajo fue desarrollado en dos fases. En la primera, se obtuvo el compuesto polimérico mediante procesos de extrusión e inyección y en la segunda fase se desarrolló una metodología para evaluar el estado de orientación de las fibras de refuerzo.

El primer capítulo presenta una revisión bibliográfica sobre los tipos de fibras lignocelulósicas potenciales para refuerzo de termoplásticos. Una amplia variedad de propiedades químicas, mecánicas y físicas fue recopilada. Especial atención se puso en las técnicas de compatibilización entre fibras lignocelulósicas y matrices termoplásticas, dada su incompatibilidad. Se analizaron diferentes técnicas que incluyeron tratamientos alcalinos, tratamientos con MAPP, silanización, tratamientos con isocianatos y tratamientos con permanganatos. Además se revisaron los principales parámetros empleados en el procesamiento de compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales mediante técnicas de extrusión e inyección. Por otra parte, se detallan las bases teóricas que sustentan la determinación del estado de orientación en fibras cortas, en las que se incluyen: la descripción del tensor de orientación, el método de elipses, el parámetro de orientación y el estado de orientación planar. El primer capítulo finaliza con un resumen de trabajos de investigación que han empleado diversas técnicas de microscopía óptica y micro-tomografía para determinar los estados de orientación de fibras cortas.

En el segundo capítulo se detallan las técnicas experimentales empleadas para: caracterizar la materia prima, procesar el compuesto y evaluar el estado de orientación de las fibras. Para el análisis morfológico de las fibras se emplearon técnicas de microscopía óptica de reflexión y microscopía electrónica de barrido (SEM). Además se realizaron análisis químico – físicos de las fibras para determinar su estado inicial. Se encontró un 23% de lignina un 10% de extractivos y un 7% de humedad. La degradación térmica de las fibras fue evaluada mediante termogravimetría (TGA), definiendo la máxima temperatura de procesamiento en 200 °C. Se observó mayor estabilidad térmica en las fibras tratadas, asociada a un ligero incremento en la cristalinidad. Un análisis espectral mediante FTIR-ATR, fue realizado a las fibras y se encontraron los típicos grupos funcionales presentes en la mayoría de fibras lignocelulósicas. La compatibilización se realizó mediante un proceso alcalino al 5% de NaOH. Se establecieron las condiciones óptimas para la inyección del compuesto mediante técnicas de simulación y optimización asistida por computador (Moldflow ®). Finalmente se detalla un procedimiento materialográfico para obtener muestras idóneas, previo al procesamiento de imágenes.

En el tercer capítulo se reportan los resultados de las técnicas de caracterización, procesamiento y evaluación del estado de orientación. Mediante técnicas estadísticas de diseño de experimentos (DOE), se determinó que la variable de mayor influencia sobre la orientación de fibras es el tiempo de inyección. Además se reportan los resultados del pre y post procesamiento de imágenes. Un estado de alta orientación en la dirección del flujo fue encontrado para las fibras a lo largo de la dirección principal y a través de su espesor. Los resultados experimentales sirvieron para validar las simulaciones ya que las tendencias y los valores de orientación mostraron gran coincidencia. Se obtuvieron, mediante ajustes de los datos experimentales y simulaciones, funciones de orientación a lo largo de la región de flujo desarrollado y a través del espesor mediante superficies de respuesta. Finalmente se realizó un análisis del error sistemático mediante un patrón conocido de orientación. Los resultados confirmaron la eficiencia del método. Pequeños errores fueron encontrados menores al 0.5% debido a problemas de pixelación en fibras pequeñas.

Mediante el presente trabajo ha quedado demostrada la efectividad del método propuesto para evaluar el estado de orientación en fibras cortas lignocelulósicas minimizando los errores sistemáticos de pixelación. Por otra parte, el proceso de inyección de fibras cortas induce un alto nivel de orientación en las fibras naturales, tal como lo hace con las fibras de vidrio o carbono. La diferencia radica en que las bajas temperaturas de procesamiento minimizan la aleatoriedad en la región del core, produciendo altas orientaciones aún en esta región. Las propiedades mecánicas 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.

**Palabras Claves:** Compuestos poliméricos, fibras naturales, moldeo por inyección, tensor de orientación, simulación, diseño de experimentos.

A mi querida esposa Paola y mis bellas hijas Paula y Samantha, todo el esfuerzo por  
ustedes.

*Jorge I. Fajardo*

## AGRADECIMIENTOS

A Dios y a mi familia quienes han hecho posible que pueda transitar con éxito este duro pero reconfortante camino.

Quiero expresar mi enorme gratitud al director de la tesis y gran amigo, Luis Javier Cruz Riaño, PhD, por el apoyo y la confianza depositada para el desarrollo de este trabajo, además por estar siempre pendiente de mí, en el plano académico y humano.

También merecen un especial reconocimiento, mis grandes amigos: Piedad Gañán Rojo, PhD; Robin Zuluaga Gallegos, PhD; Jaime Alexis García, Ing; Jorge Velásquez Cock, Mst; Santiago Betancourt Parra, PhD, Cristina Castro, PhD; Daniel Pelaez, Ing; Luis López, Ing; quienes además de sus sabios consejos, colaboraron de forma directa con la ejecución de las caracterizaciones químicas, físicas, térmicas, espectrales y morfológicas.

Reconozco los aportes tanto del docente Gustavo Suarez, PhD; en el asesoramiento que me brindó en el análisis tensorial y de Gregorio Vélez García, PhD; quien me asesoró acertadamente en el uso del método del tensor de orientación y la preparación de muestras previas al procesamiento digital de imágenes.

Como no agradecer a los chicos del grupo de investigación GiMaT, Patricio Albarracín, Javier Castillo, Diego Lasso, Luis Valarezo, Ing; quienes han confiado en mí para colaborar en sus proyectos de pregrado.

Este trabajo de maestría fue realizado en el marco del proyecto de investigación doctoral "*Modelado por elementos finitos del comportamiento mecánico de un compuesto polimérico reforzado con fibras naturales cortas de Guadua Angustifolia*" y del proyecto de investigación "Caracterización mecánica de un compuesto polimérico reforzado con *fibras naturales cortas de Guadua Angustifolia*", financiados por la Universidad Politécnica Salesiana del Ecuador y co-financiado por el Grupo de Investigación sobre Nuevos Materiales de la Universidad Pontificia Bolivariana sede Medellín, a quienes agradezco por la confianza depositada.

Medellín, Abril 2015

## Capítulo 1 Contenido

Lista de tablas .....	ix
Lista de figuras.....	xi
Capítulo 1 .....	1
MARCO TEÓRICO Y ANTECEDENTES.....	1
1.1.    Compuestos poliméricos .....	1
1.2.    Fibras lignocelulósicas.....	1
1.3.    Métodos de compatibilización fibra - matriz .....	4
1.4.    Inyección de compuestos termoplásticos reforzados con fibras cortas de bambú (BsF) 11	
1.5.    Bases teóricas para la determinación del estado de orientación de fibras cortas	15
1.6.    Técnicas de determinación de la orientación de fibras.....	20
1.7.    Antecedentes sobre métodos para determinación de orientación de fibras cortas	28
Capítulo 2 .....	34
MATERIALES Y MÉTODOS .....	34
2.1.    Materiales.....	34
2.1.1.    Fibra .....	34
2.1.2.    Matriz .....	34
2.1.3.    Compatibilizador.....	35
2.2.    Métodos.....	35
2.2.1.    Aislamiento de fibras .....	35
2.2.2.    Compatibilización .....	35
2.2.3.    Caracterización de la materia prima .....	36
2.2.4.    Obtención del compuesto termoplástico .....	39
2.2.5.    Extrusión .....	39
2.2.6.    Inyección .....	40
2.2.7.    Análisis mediante procesamiento de imágenes .....	43
2.2.8.    DOE factorial reducido.....	47
2.2.9.    Análisis de errores.....	47
Capítulo 3 .....	48
RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	48

3.1.	Caracterización de las fibras vegetales.....	48
3.1.1.	Composición química .....	48
3.1.2.	Degradación térmica .....	50
3.1.3.	Morfología de los haces fibrosos de GAK.....	53
3.2.	Obtención del compuesto polimérico .....	54
3.2.1.	Optimización de factores de inyección.....	54
3.2.2.	Diseño de experimentos de efectos sobre esfuerzo de cizallamiento .....	56
3.3.	Procesamiento digital de imágenes .....	57
3.3.1.	Preparación de las muestras .....	57
3.3.2.	Adquisición de imágenes.....	59
3.3.3.	Realce y mejora.....	61
3.3.4.	Extracción de atributos .....	63
3.3.5.	Post- procesamiento de las imágenes .....	64
3.3.6.	Diseño de experimentos. Efectos sobre el estado de orientación .....	74
3.3.7.	Análisis del error sistemático en la medición de orientación .....	77
Capítulo 4	.....	82
	CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS .....	82
4.1.	Conclusiones.....	82
4.2.	Trabajos a futuro .....	84
4.3.	Publicaciones .....	85
A.	Anexo A .....	86
B.	Anexo B .....	87
C.	Anexo C.....	88
D.	Anexo D.....	89
E.	Anexo E .....	92
	Referencias.....	93

## Lista de tablas

Tabla 1.1. Composición química de fibras lignocelulósicas empleadas como refuerzo en compuestos termoplásticos [13].....	3
Tabla 1.2. Propiedades mecánicas de fibras lignocelulósicas de uso como reforzante en compuestos termoplásticos [13].....	4
Tabla 1.3. Efecto del tratamiento con NaOH sobre las propiedades mecánicas de compuestos de polipropileno reforzados con fibras lignocelulósicas.....	5
Tabla 1.4. Efecto del tratamiento con MAPP sobre las propiedades mecánicas de compuestos de polipropileno reforzadas con fibras naturales [13] .....	7
Tabla 1.5. Efectos del tratamiento con grupos silano sobre las propiedades mecánicas de los compuestos de polipropileno reforzados con fibras lignocelulósicas [13] .....	9
Tabla 1.6. Efectos del tratamiento con isocianato sobre las propiedades mecánicas de compuestos de polipropileno reforzado con fibras lignocelulósicas.[13].....	10
Tabla 1.7. Resumen de rutas de procesamiento de compuestos termoplásticos reforzados con fibras lignocelulósicas mediante extrusión – inyección.....	15
Tabla 1.8. Resumen Parámetros y funciones trigonométricas [53]. .....	19
Tabla 1.9. Parámetros y funciones trigonométricas para representar el estado de orientación de fibras cortas [53] .....	23
Tabla 2.1 Dimensiones del culmo de GAK.....	34
Tabla 2.2 Propiedades de Polipropileno Braskem H-306.....	35
Tabla 2.3 Configuración de lotes de extrusión compuesto PP/GAK.....	39
Tabla 2.4 Factores y niveles empleados en el diseño de experimentos.....	41
Tabla 2.5 Parámetros de inyección probetas de PP/GAK.....	42
Tabla 2.6 Parámetros empleados en el proceso de desbaste y pulido espejo .....	45
Tabla 2.7 Configuración del DOE. ....	47
Tabla 3.1 Composición química de fibras de GAK .....	48
Tabla 3.2 Principales bandas infrarrojas observadas en haces fibrosos de GAK sin tratamiento.....	50
Tabla 3.3 Valores fijados como restricción en el proceso de optimización de inyección... ..	54
Tabla 3.4 Factores optimizados para inyección de compuesto PP/GAK. ....	55
Tabla 3.5 Reporte DOE. Influencia de factores de inyección sobre el esfuerzo cortante.. ..	56
Tabla 3.6 Resultados del proceso de preparación materialográfica de las muestras. ....	58
Tabla 3.7 Valores del elemento a11 del tensor de orientación. PP/GAK 30% v/v .....	65
Tabla 3.8 Valores del elemento a11 del tensor de orientación. PP/GAK 40% v/v .....	65

Tabla 3.9 Ángulos promediados de orientación preferente en compuesto PP/GAK 30% v/v.....	70
Tabla 3.10 Ángulos promediados de orientación preferente en compuesto PP/GAK 40% v/v.....	71
Tabla 3.11 Configuración de factores y niveles para DOE factorial reducido. ....	74
Tabla 3.12 Detalle pruebas para el DOE factorial reducido.....	75
Tabla 3.13 Estimación del error en la determinación del elemento $a_{11}$ del tensor de orientación.....	78
Tabla 3.14 Error relativo en la determinación del ángulo de orientación. 200 fibras medidas.....	79

## Lista de figuras

Figura 1.1 Fibras vegetales empleadas como reforzante de compuestos poliméricos. ....	2
Figura 1.2. Tratamiento alcalino. a) Reacción entre la fibra y el NaOH. b) Efecto del tratamiento alcalino sobre el haz de fibras de celulosa. ....	5
Figura 1.3. Reacción entre la celulosa y el MAPP [11].....	6
Figura 1.4. a) Proceso de hidrólisis y condensación del grupo silano. b) formación de puentes de hidrógeno entre grupos silano y la celulosa. c) injerto superficial, enlaces de hidrógeno sustituidos por enlaces covalentes entre grupos silano y fibras naturales [31] ..	8
Figura 1.5. Formación de enlaces covalentes. a) Entre el m-TMI y el polipropileno. b) Entre el m-TMI-g-PP y la celulosa [33].....	10
Figura 1.6. Reacción entre la celulosa y el permanganato de potasio ( $KMnO_4$ ). Formación de radicales que mejoran adhesión entre fibra y matriz [11] .....	11
Figura 1.7. Esquema de un ciclo de inyección estándar [39] .....	12
Figura 1.8. Esquema de patrones de flujo durante el llenado de una cavidad rectangular. a) Vista superior con frentes de flujo a diferentes tiempos. b) Perfiles de velocidad en la región de flujo completamente desarrollado y el efecto fuente en la región frontal [38]....	13
Figura 1.9. Flujograma del proceso de manufactura extrusión – inyección de compuestos termoplásticos. ....	14
Figura 1.10. Sistema de coordenadas esféricas para describir la orientación de una fibra simple. ....	16
Figura 1.11. Relación entre el parámetro de orientación, el estado de orientación, la elipse de orientación y el tensor de orientación planar [55] .....	18
Figura 1.12. Microfotografía de compuesto reforzado con fibras de vidrio. a) fibras alineadas, b) extremo de fibra, c) fibras inclinadas y d) fibras transversales. [54] .....	20
Figura 1.13. Principales parámetros empleados para caracterizar la orientación de fibras: a) fibra embebida b) definición de parámetros planares [39].....	21
Figura 1.14. Parámetros planares de la imagen elíptica [53] .....	22
Figura 1.15. Definición del problema de ambigüedad y definición del ángulo positivo $\theta$ [53] .....	24
Figura 1.16 Presentación esquemática de la relación entre el ángulo de orientación y los parámetros de la sección transversal. DO (dirección de orientación), P (dirección de la fibra) [56]. ....	25
Figura 1.17. Definición de parámetros para el método de medición mediante microscopía confocal [57] .....	26
Figura 2.1 Flujograma del proceso de aislamiento y acondicionamiento de fibras de GAK .....	36

Figura 2.2 Configuración del extrusor para peletizar compuesto PP/GAK .....	40
Figura 2.3 Flujograma del proceso de optimización de inyección del compuesto PP/GAK. .....	41
Figura 2.4 Molde de inyección a) detalle del molde, b) detalle de probeta ISO -B- 527 ...	42
Figura 2.5 Flujograma del proceso de obtención de muestras para análisis de imágenes	43
Figura 2.6 Detalle del seccionamiento de muestras. a) a lo largo de la dirección de flujo, zonas A, B y C, b) a través de la sección transversal +1, 0 y -1.....	44
Figura 2.7 Flujograma del procesamiento de imágenes.....	46
Figura 3.1 Espectro FTIR de haces fibrosos de GAK sin tratamiento.....	49
Figura 3.2 Análisis térmico de haz fibroso de GAK. Línea negra (TGA), línea roja (DTGA). .....	51
Figura 3.3 TGA fibras de GAK, a) fibras con tratamiento alcalino 5%, b) fibras sin tratamiento.....	52
Figura 3.4 Estructura de la distribución de fibras GAK. a) internodo del culmo, b) sección transversal del internodo, c) distribución de haces fibrosos y d) haz vascular.....	53
Figura 3.5 Micrografías SEM de la sección transversal del culmo de GAK, a) haces vasculares de GAK, b) fibras elementales, c) células de parénquima. ....	54
Figura 3.6 Reporte de ciclo de inyección optimizado. ....	55
Figura 3.7 Probetas ISO-B-527, inyectadas en PP/GAK. a) producto modelado CAD, b) configuraciones 20 y 30 % v/v, c) detalle de producto. ....	56
Figura 3.8 Microfotografía de varios haces de fibras de GAK. Sección elíptica de fibras alineadas. ....	57
Figura 3.9 Fotomicrografía de sección de análisis a través del plano x-y. Se observan las fibras en su totalidad.....	58
Figura 3.10 Adquisición de imagen de compuesto PP/GAK. a) microscopio con muestra, b) campo reducido, c) campo completo de la muestra mediante herramienta MIA, d) principio del modo EFI. ....	59
Figura 3.11 Efecto de imagen con foco extendido. a) captura estándar, b) captura con EFI. Objetivo 5x, escala 1mm.....	60
Figura 3.12 Microfotografías (5x) de muestras probeta A (izquierda) y probeta B (derecha). Compuesto polimérico PP/GAK 30% v/v en la zona 2. ....	61
Figura 3.13 Aplicación de realces y mejoras a la imagen, a) imagen original 5x, b) conversión a escala de grises, c) filtro de suavizado. ....	62
Figura 3.14 Binarización de la imagen. a) imagen original 5x, b) imagen binarizada. ....	62
Figura 3.15 Resultado de clasificación morfológica de las fibras. Microfotografía 5x. Criterio de elipticidad y relación de aspecto. ....	63
Figura 3.16 Proceso de medición de la orientación en fibras flexibles. ....	64
Figura 3.17 Perfiles de orientación de fibras de GAK 30% v/v. Datos experimentales (negro) y simulaciones (rojo). a) zona 1, b) zona 2 y c) zona 3. ....	66
Figura 3.18 Perfiles de orientación de fibras de GAK 40% v/v. Datos experimentales (negro) y simulaciones (rojo). a) zona 1, b) zona 2, c) zona 3 y d) interacción fibras-pared. .....	67

Figura 3.19 Perfil de velocidad de cizalladura para PP/0% GAK, a través de la sección transversal.....	68
Figura 3.20 Perfiles de orientación de fibras de GAK 30 y 40% v/v. Datos experimentales (negro y azul) y simulaciones (rojo y violeta). ....	68
Figura 3.21 Perfiles de orientación de fibras de GAK 30 v/v. Región de flujo de entrada.	69
Figura 3.22 Perfiles de orientación de fibras de GAK 40% v/v. Región de flujo frontal (fuente). ....	69
Figura 3.23 Perfil de velocidad de cizalladura para PP/0% GAK, a lo largo de la dirección de flujo.....	70
Figura 3.24 Ángulos promediados de orientación preferente, a) compuesto PP/GAK 30% v/v, b) compuesto PP/GAK 40% v/v.....	71
Figura 3.25 Plot de la superficie de la función de orientación de fibras a partir de las experimentaciones. a) frontal, b) lateral, c) superior y d) perspectiva.....	72
Figura 3.26 Plot de la superficie de la función de distribución de orientación de fibras a partir de las simulaciones. a) frontal, b) lateral, c) superior y d) perspectiva. ....	72
Figura 3.27 Histogramas de ángulo de orientación promediado PP/GAK 30%. a) $z=1$ , b) $z=0$ y c) $z=-1$ .....	73
Figura 3.28 Histogramas de ángulo de orientación promediado PP/GAK 40%. a) $z=1$ , b) $z=0$ y c) $z=-1$ .....	74
Figura 3.29 Carta de Pareto estandarizada. A: presión de inyección, B: tiempo de inyección, C: switch presión de mantenimiento, D: tiempo de efrimiento. ....	76
Figura 3.30 Reporte de probabilidad normal para identificar los factores más significativos. ....	76
Figura 3.31 Patrón con distribución alineada (entre $-10^\circ$ y $+10^\circ$ ) para validación del sistema de medición. $a_{11}=0.987$ , $a_{22}=0.013$ y $a_{12}=0.0045$ .....	77
Figura 3.32 Procesamiento del patrón con distribución alineada (entre $-10^\circ$ y $+10^\circ$ ) para validación del sistema de medición.....	77
Figura 3.33 Comparación de histogramas de orientación en patrón con mediciones reales y procesadas. 200 fibras medidas. ....	79
Figura 3.34 Detalle de errores al procesar imágenes: a) efecto de pixelación, b) mayor distorsión de eje principal en fibras cortas (hasta $4^\circ$ ), c) menor distorsión en ejes largos.	80
Figura 3.35 Sección de una muestra reforzada con fibras. La sección circular tiene mayor probabilidad de ser contada y medida que la sección elíptica.....	81

# Capítulo 1

## MARCO TEÓRICO Y ANTECEDENTES

### 1.1. Compuestos poliméricos

Un material compuesto es aquel formado por una matriz (metálica, cerámica o polimérica) y un reforzante (fibras, partículas, polvos o tejidos), que combina las propiedades tanto de la matriz como del reforzante, a fin de obtener un mejor comportamiento de dicho material frente a una necesidad específica. Los materiales compuestos, de matriz polimérica reforzada con fibras naturales lignocelulósicas, han tenido un impacto ilimitado en la ingeniería, ya que su procesamiento y el manejo de residuos tienen un menor costo y son amigables con el medio ambiente que aquellos reforzados con fibras de vidrio o de carbono [1]–[3]. Fibras de kenaf, bambú, lino, abacá, etc, han sido las más utilizadas para el desarrollo de estos biocompuestos, gracias a su facilidad de obtención y sus altas propiedades mecánicas [4]. La Guadua Angustifolia Kunth (GAK), conocida como bambú gigante es una especie de la subfamilia de las gramíneas Bambú. Nativa de Venezuela, Colombia, Ecuador y Brasil [5], con una elevada tasa de crecimiento y buenas propiedades mecánicas que no ha sido masivamente explotada [6]. Diferentes matrices termoplásticas [2], [5], [7], han sido utilizadas para el desarrollo de biocompuestos gracias a su bajo costo de obtención y procesamiento [8], [9].

El principal problema en el desarrollo de estos materiales, es la naturaleza hidrofílica de las fibras, frente a la naturaleza hidrofóbica de la matriz [4]. Para ello se han desarrollado distintos tratamientos superficiales que permiten obtener una mejor adhesión entre fibra y matriz, mejorando las propiedades específicas del compuesto.

### 1.2. Fibras lignocelulósicas

Las fibras naturales de mayor aplicación como refuerzo en compuestos poliméricos son las fibras vegetales (lignocelulósicas). Se emplean fibras blandas, de hoja, de semilla de pastos y juncos. La Figura 1. **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, presenta una clasificación de las fibras lignocelulósicas. La celulosa es el principal componente de las plantas y es la responsable de su resistencia.

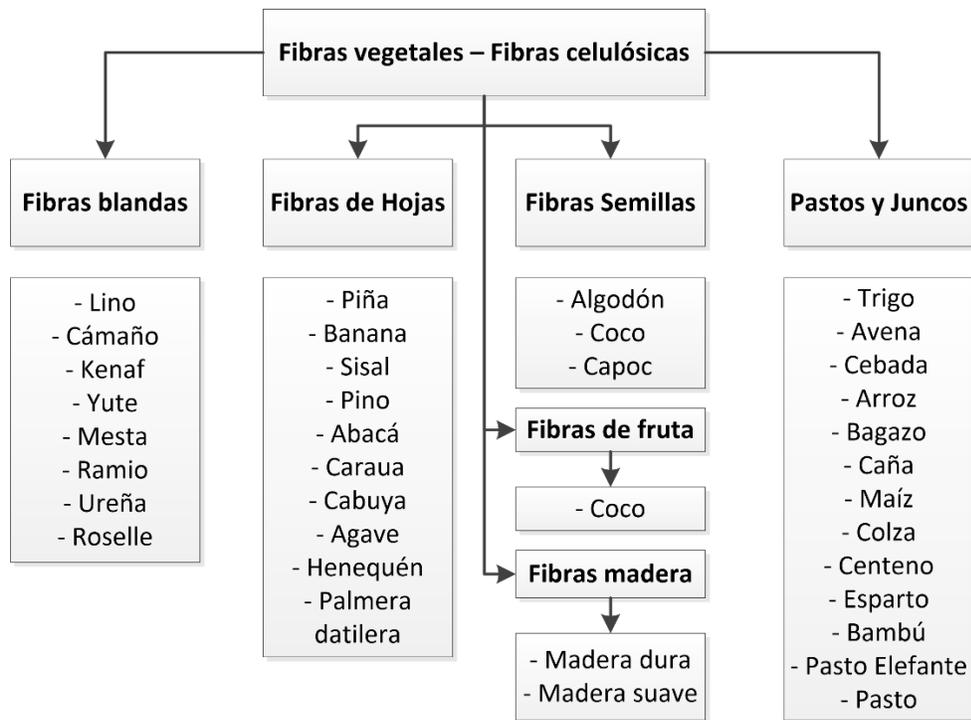


Figura 1.1 Fibras vegetales empleadas como reforzante de compuestos poliméricos.

Las fibras que contienen porcentajes de celulosa entre el 40% y el 95% son preferidas como material reforzante. La Tabla 1.1, presenta la composición química de las principales fibras lignocelulósicas. Los diferentes tratamientos químicos de modificación superficial que se aplican a las fibras lignocelulósicas buscan producir efectos físicos, mecánicos o químicos. El incremento de la rugosidad superficial de las fibras es un efecto mecánico que produce aumento en los puntos de adhesión, permite alojar grupos reactivos y aumenta la energía superficial. La eliminación de ceras es un efecto químico que permite aumentar la eficiencia de la unión fibra–matriz. La disminución de los grupos hidroxilo es otro efecto químico que busca reducir la capacidad de absorción de agua y mejorar la adhesión de las fibras con la mayoría de los polímeros [1], [10], [11]. Algunos tratamientos químicos como el alcalino modifican la estructura de la fibra y mejoran en cierta medida sus propiedades mecánicas [4], [12].

Tabla 1.1. Composición química de fibras lignocelulósicas empleadas como refuerzo en compuestos termoplásticos [13].

Fibra	Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Lignina (%)	Pectina (%)	Ceras (%)	Humedad (%)
Piña	80 – 81	16 – 19	12	2 – 2.5	--	--
Banano	60 – 65	6 – 19	5 – 10	3 – 5	--	10 – 12
Sisal	66 – 78	10 – 14	10 – 14	10	2	10 – 22
Abacá	56 – 63	21	12 – 13	0.8 – 1	--	5 – 10
Henequén	60 – 78	4 – 28	8 – 13	3 – 4	--	--
Coco	32 – 43	0.15 – 0.25	40 – 45	3 – 4	--	8
Kenaf	45 – 57	21.5	8 – 13	3 – 5	--	--
Yute	61 – 71.5	13.6 – 20.4	12 – 13	0.2	0.5	12.5 – 13.7
Trigo	29 – 51	--	16 – 21	26 – 32	--	--
Avena	31 – 48	--	16 – 19	27 – 38	--	--
Cebada	31 – 45	--	14 – 15	24 – 29	--	--
Arroz	28 – 48	--	12 – 16	23 – 28	--	--
Bagazo	32 – 48	30	18 – 26	27 – 32	--	--
Cañamo	26 – 43	--	21 – 31	15 – 26	--	--

Otros tratamientos afectan los mecanismos de enlace entre la fibra y la matriz, mejorando las propiedades del compuesto. La Tabla 1.2, presenta las propiedades mecánicas más importantes de fibras lignocelulósicas en estado original.

Tabla 1.2. Propiedades mecánicas de fibras lignocelulósicas de uso como reforzante en compuestos termoplásticos [13]

Fibra	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	Diámetro (µm)	Longitud (mm)	Elongación (%)	Resistencia a la tracción (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Módulo específico
Kenaf (N)	0.31	18 - 37	0.4 - 1.1	--	--	--	--
Kenaf (Ex)	1.2	12 - 36	1.4 - 11	2.7 - 6.9	295 - 930	--	--
Yute	1.46	5 - 25	0.8 - 6	1.5 - 3.1	187 - 773	10 - 30	7 - 21
Bagazo	0.55 - 1.25	32 - 43	0.8 - 2.8	0.9	20 - 290	2.7 - 17	5 - 14
Bambú	0.6 - 0.8	7 - 27	1.5 - 4.4	2.88 - 3.52	187 - 1152	8 - 150	--
Coco	1.15 - 1.46	0.3 - 3	0.3 - 3	1.5 - 25	131 - 220	4 - 6	2.58 - 4.10
Piña	1.5 - 1.56	8 - 41	3 - 8	1 - 3	170 - 1627	62.182	4 - 53
Banano	1.3 - 1.35	50 - 280	--	3 - 10	529 - 914	7 - 32	5 - 24
Sisal	1.3 - 1.5	7 - 200	0.8 - 8	1.9 - 3	507 - 855	9.4 - 28	7 - 19
Abacá	1.3 - 1.5	17 - 21	--	2.7	400 - 1289	45 - 72	35 - 50
Henequén	1.4	8 - 33	--	3 - 4.7	430 - 580	10 - 16	7 - 11
Glass E	2.56	8 - 14	--	1.8 - 3.2	1400 - 2500	76	30

### 1.3. Métodos de compatibilización fibra - matriz

#### Tratamiento alcalino.

El tratamiento alcalino ha sido uno de los más utilizados para acondicionar fibras naturales. Se lo emplea como un tratamiento final y como pre-tratamiento [4], [13]. El tratamiento alcalino mejora la adhesión entre fibra y matriz mediante la ruptura de los enlaces de hidrógeno en la red estructural de la celulosa, las fibras se dividen en filamentos creando una mayor superficie de contacto que mejora la interacción entre la matriz y la fibra [14]. Por otra parte mejora la calidad de la superficie de contacto debido a que remueve lignina, ceras e impurezas presentes en la fibra, también remueve grupos hidroxilos (responsables del comportamiento hidrófilo de la fibra) [15], [16]. Tal efecto incrementa significativamente las propiedades mecánicas del material compuesto. Las fibras son sumergidas, durante cierto tiempo, en una solución acuosa con un porcentaje de hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH).

El porcentaje óptimo, en términos de propiedades mecánicas, está alrededor del 5% en solución acuosa [17]–[21]. A mayor porcentaje se observa que la resistencia a la tracción decae [16]. Das y Chakraborty [21] reportaron un incremento en la densidad de las fibras de bambú con concentraciones de hasta 5% de NaOH; esto se debe a que durante la remoción de lignina y hemicelulosa las micro fibrillas de celulosa se empaquetan mejor. La densidad disminuye a concentraciones mayores debido a que el tratamiento alcalino

continúa el proceso de remoción de material, creando micro poros [22]. La reacción que se produce, está de acuerdo al esquema de la Figura 1. 2.

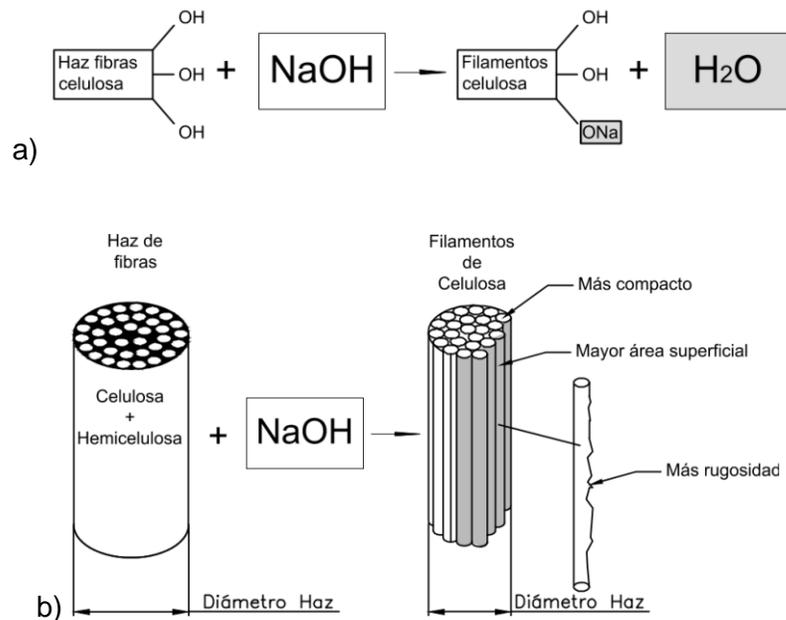


Figura 1.2. Tratamiento alcalino. a) Reacción entre la fibra y el NaOH. b) Efecto del tratamiento alcalino sobre el haz de fibras de celulosa.

El tratamiento alcalino tiene un efecto significativo en las propiedades mecánicas de los materiales reforzados con fibras naturales. Una comparación de las propiedades mecánicas obtenidas luego del tratamiento alcalino se muestra en la Tabla 1.3.

Tabla 1.3. Efecto del tratamiento con NaOH sobre las propiedades mecánicas de compuestos de polipropileno reforzados con fibras lignocelulósicas.

Refuerzo	NaOH (%)	Resistencia a la tracción (MPa)	Resistencia a la flexión (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Ref.
Banano	5	19	---	---	[13]
Lino	5	52	---	---	[17]
Henequén	5	30	65	---	[23]
Kenaf	5	40	43	1.8	[10]
Henequén	40	31	---	1.24	[16]
Henequén	2	26	---	1.6	[22]

## Tratamiento con MAPP

El anhídrido maleico injertado en polipropileno (MAPP), es un agente de acople utilizado para modificar tanto 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 el polipropileno [11]. La Figura 1. 3, muestra la reacción que se produce al utilizar MAPP como agente de acople.

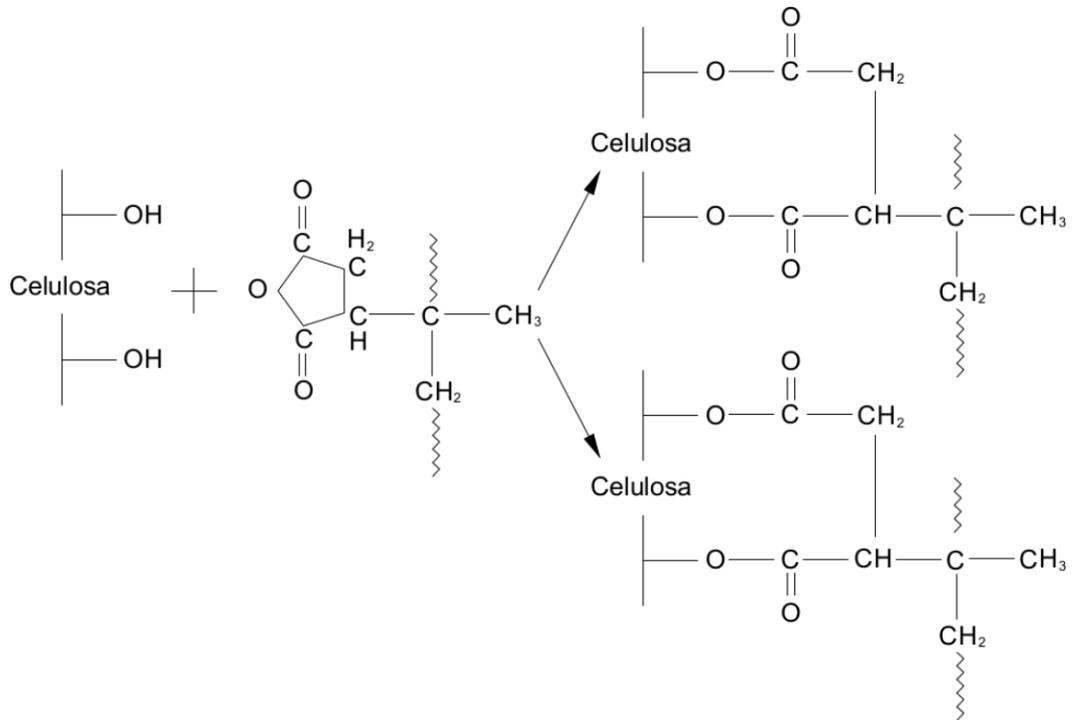


Figura 1.3. Reacción entre la celulosa y el MAPP [11]

El tratamiento puede realizarse utilizando el copolímero de MAPP y un peróxido como iniciador (peróxido de dicumilo disuelto en acetona, por ejemplo) luego mezclarlo con MAPP para combinarlo con la matriz y el refuerzo [18]. Existen también desarrollos experimentales del copolímero. Chen et al. [19] reportan haber desarrollado MAPP para el tratamiento de fibras de bambú. El MAPP se preparó en laboratorio con peróxido de benzoilo como iniciador y con metanol. En la Tabla 1.4, se observa el efecto del MAPP sobre las propiedades mecánicas de compuestos poliméricos reforzados con diferentes fibras lignocelulósicas.

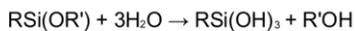
Tabla 1.4. Efecto del tratamiento con MAPP sobre las propiedades mecánicas de compuestos de polipropileno reforzadas con fibras naturales [13]

Refuerzo	MAPP (%)	Resistencia a la tracción (MPa)	Resistencia a la flexión (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Ref.
Kenaf	5	61.2	67.3	5.1	[24]
Kenaf	3.8	45	58	4.85	[1]
Lino	5	25	50	1.8	[25]
Henequén	0.5	35	60	3	[23]
Abeto	5	36	---	4.8	[20]
Lino	2	35	---	4.3	[26]
Lino	6.7	52	---	---	[17]
Yute	2	63	70	2.9	[18]
Cáñamo	8	30	---	1.7	[27]
Henequén	3	28	---	1.1	[22]
Pulpa de papel	6	53	87	4.5	[28]
Aserrín	2	25	---	0.98	[29]

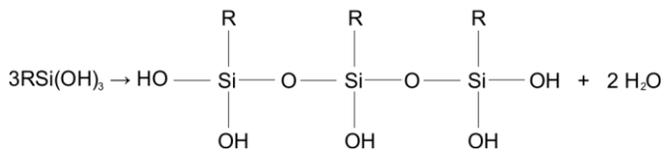
### Tratamiento con silanos

Este tratamiento utiliza diferentes silanos organofuncionales del tipo amino, mercapto, glicidoxi, grupos vinilo o metacriloxi, dependiendo de la matriz polimérica utilizada. Para el polipropileno se recomiendan los grupos vinilo [30]. En este tratamiento el grupo silano reacciona con el grupo hidroxilo de la fibra formando enlaces covalentes estables que se adhieren a la pared celular de la fibra [11]. Los procesos que ocurren entre el grupo silano y la fibra se muestran en la Figura 1. 4.

Hidrólisis

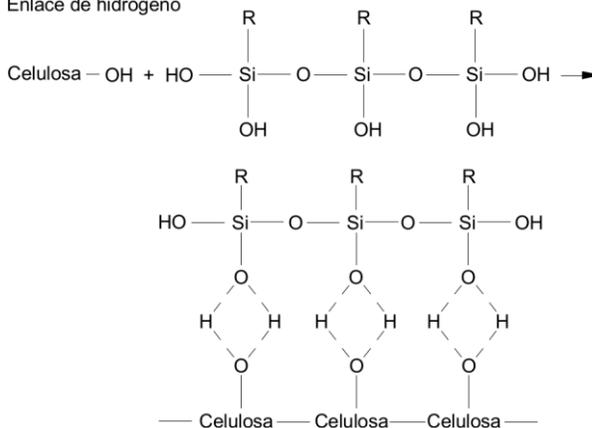


Condensación



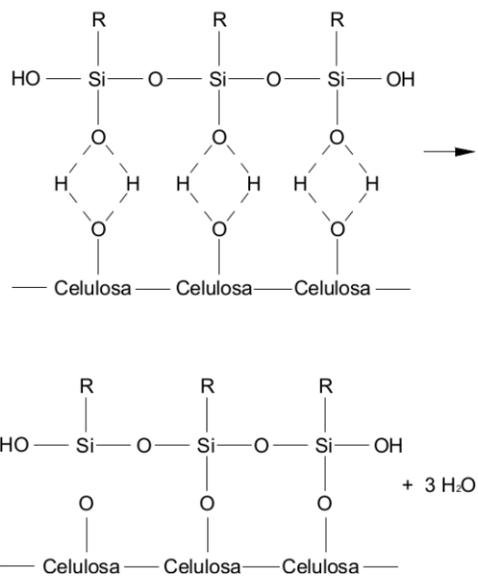
a)

Enlace de hidrógeno



b)

Injerto superficial



c)

Figura 1.4. a) Proceso de hidrólisis y condensación del grupo silano. b) formación de puentes de hidrógeno entre grupos silano y la celulosa. c) injerto superficial, enlaces de hidrógeno sustituidos por enlaces covalentes entre grupos silano y fibras naturales [31]

Se recomienda realizar un pre-tratamiento a las fibras; ya que los grupos OH de la celulosa y la lignina son de poca accesibilidad [30]. La Tabla 1.5, resume el incremento de las propiedades mecánicas con la inclusión de silanos.

*Tabla 1.5. Efectos del tratamiento con grupos silano sobre las propiedades mecánicas de los compuestos de polipropileno reforzados con fibras lignocelulósicas [13]*

Refuerzo	Tipo de silano	Resistencia a la tracción (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Ref.
Lino	3% silano MPS	24.4	1.02	[30]
Yute	2% g-glycidoxypropyl trimethoxy silane	37	2.2	[32]
Kenaf	50% aminopropiltriethoxisilano	45	3	[10]

### **Tratamiento con isocianatos**

El tratamiento con isocianatos se basa en la reacción del grupo funcional  $-N=C=O$  con la lignina de la fibra y actúa como agente de acople. Con la ruptura los grupos hidroxilos de la fibra; se producen enlaces covalentes entre el grupo funcional y la celulosa. Por otro lado los anillos de benceno permiten la creación de enlaces con la matriz polimérica debido a sus fuertes interacciones. A pesar que el tratamiento con isocianatos se ha utilizado en matrices de PVC y poliestireno (PS), se han reportado buenos resultados en polipropileno cuando se utiliza el tipo m-isopropenil- $\alpha$ ,  $\alpha$ -dimetil bencil-isocianato (m-TMI). La Figura 1. 5, muestra la reacción que se produce entre el m-TMI, la celulosa y el polipropileno. [33]

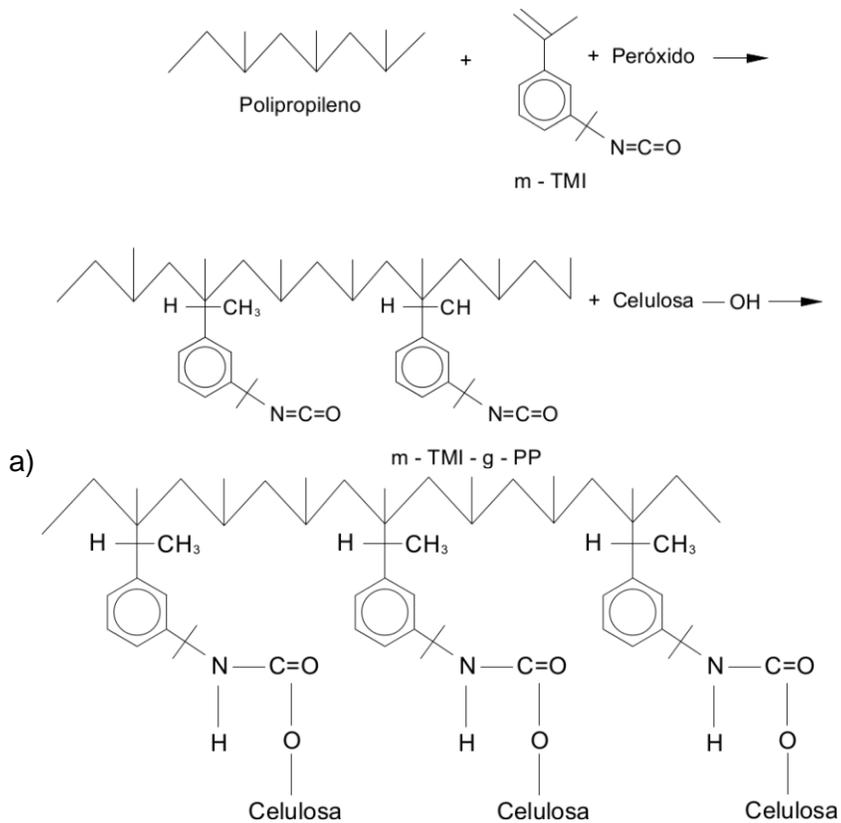


Figura 1.5. Formación de enlaces covalentes. a) Entre el m-TMI y el polipropileno. b) Entre el m-TMI-g-PP y la celulosa [33].

La Tabla 1.6, muestra el incremento en las propiedades mecánicas cuando se utilizan isocyanatos como agentes de acople.

Tabla 1.6. Efectos del tratamiento con isocianato sobre las propiedades mecánicas de compuestos de polipropileno reforzado con fibras lignocelulósicas.[13]

Refuerzo	Isocianato (%)	Resistencia a la tracción (MPa)	Resistencia a la flexión (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Ref.
Madera de Eucalipto	10%	44	90	1.6	[34]
Madera de Pino	5% MDI	38.2	62.8	2.24	[35]
Yute	2% Disocianato de Tolueno	60	68	2.8	[18]
Yute	10% m-TMI	60	70	6.5	[33]



unidad de cierre). La etapa de refrigeración ocurre en paralelo con las etapas de llenado, empaquetamiento y mantenimiento lo que reduce el tiempo del ciclo.

Al inyectar compuestos reforzados con fibras cortas, la plastificación y el llenado del molde son las etapas más influyentes en el patrón de orientación de las fibras [38], [39]. Las demás etapas tienen efectos secundarios sobre la orientación de las fibras. Durante el proceso de plastificación se produce un efecto de rotura gradual de fibras llamado atrición. Este efecto se debe a la interacción entre fibra-fibra, fibra-polímero y fibra-molde [40]. En general se desestima el efecto de la atrición de fibras sobre la orientación.

En la etapa de llenado del molde se inducen altas velocidades de cizallamiento, para polímeros puros está en el orden de  $100 - 10000 \text{ s}^{-1}$ . La presencia de fibras de refuerzo aumenta la viscosidad del polímero fundido y por tanto es más difícil su llenado. Cuando el material fundido ingresa en la cavidad de moldeo se producen tres regiones de flujo: flujo de entrada, flujo totalmente desarrollado y flujo frontal. En la región de entrada se produce una combinación de flujo de elongación y cortante. A medida que la cavidad se llena, el tipo de flujo cambia debido a los fuertes efectos cortantes producidos al predominio de la velocidad axial. El frente de flujo, el cual está en contacto con el aire de la cavidad, presenta una superficie libre que cambia el fenómeno de flujo. La parte central del fluido se mueve a una velocidad máxima mientras que en los bordes (junto a la pared del molde) la velocidad es cero (o mínima), debido al rápido enfriamiento del material, lo que provoca una rápida desaceleración. En flujos incompresibles se produce una velocidad transversal que fluye hacia afuera de la pared desarrollando un perfil frontal conocido como frente de flujo. Papathanasiou [38], [41], atribuye al frente de flujo una alta contribución en la orientación de fibras en la región cercana a las paredes de la cavidad. La Figura 1. 8, describe los patrones de flujo durante el llenado de una cavidad rectangular.

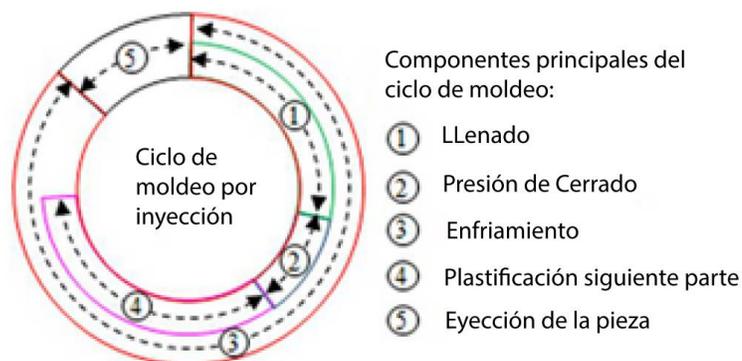


Figura 1.7. Esquema de un ciclo de inyección estándar [39]

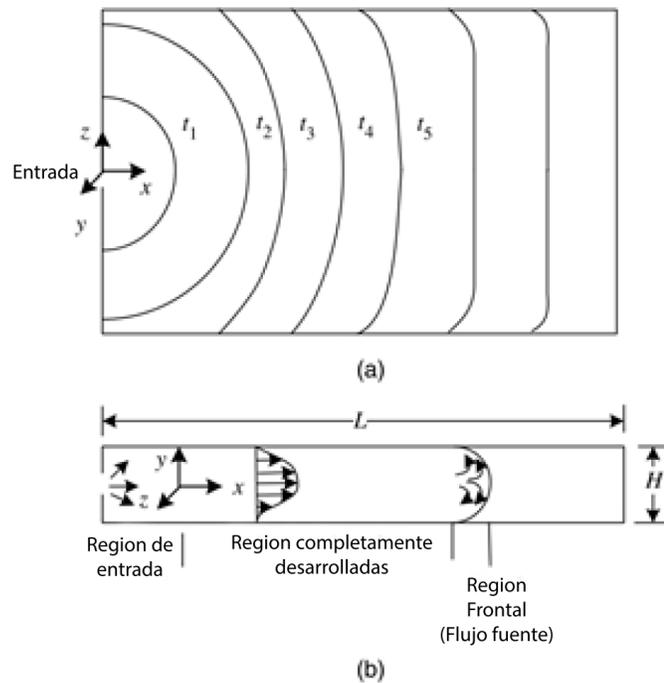


Figura 1.8. Esquema de patrones de flujo durante el llenado de una cavidad rectangular. a) Vista superior con frentes de flujo a diferentes tiempos. b) Perfiles de velocidad en la región de flujo completamente desarrollado y el efecto fuente en la región frontal [38]

El campo de flujo al interior de la cavidad induce la orientación de las fibras en una estructura de copas. Una descripción detallada es presentada por Papathanasiou [38]. Se presentan diferentes estructuras de láminas a través del espesor. Se produce una capa skin que contiene una orientación aleatoria planar determinada por el flujo frontal. La siguiente estructura multicapa denominada shell-core, genera una orientación paralela (debida al flujo cortante) y transversal (debida al flujo extensional). Se atribuyen la orientación en el core al tipo de entrada de inyección, velocidad de inyección, solidificación en la pared, espesor de la cavidad, temperatura en la pared de la cavidad y reología del fundido [38], [39], [42].

### Procesos previos al moldeo por inyección de compuestos termoplásticos reforzados con fibras naturales.

Previo al moldeo por inyección de compuestos, se requiere una fase de peletizado que involucra extrusión y acondicionamiento térmico. En la Figura 1. 9, se presenta el flujograma del proceso para desarrollar compuestos termoplásticos mediante extrusión y moldeo por inyección.

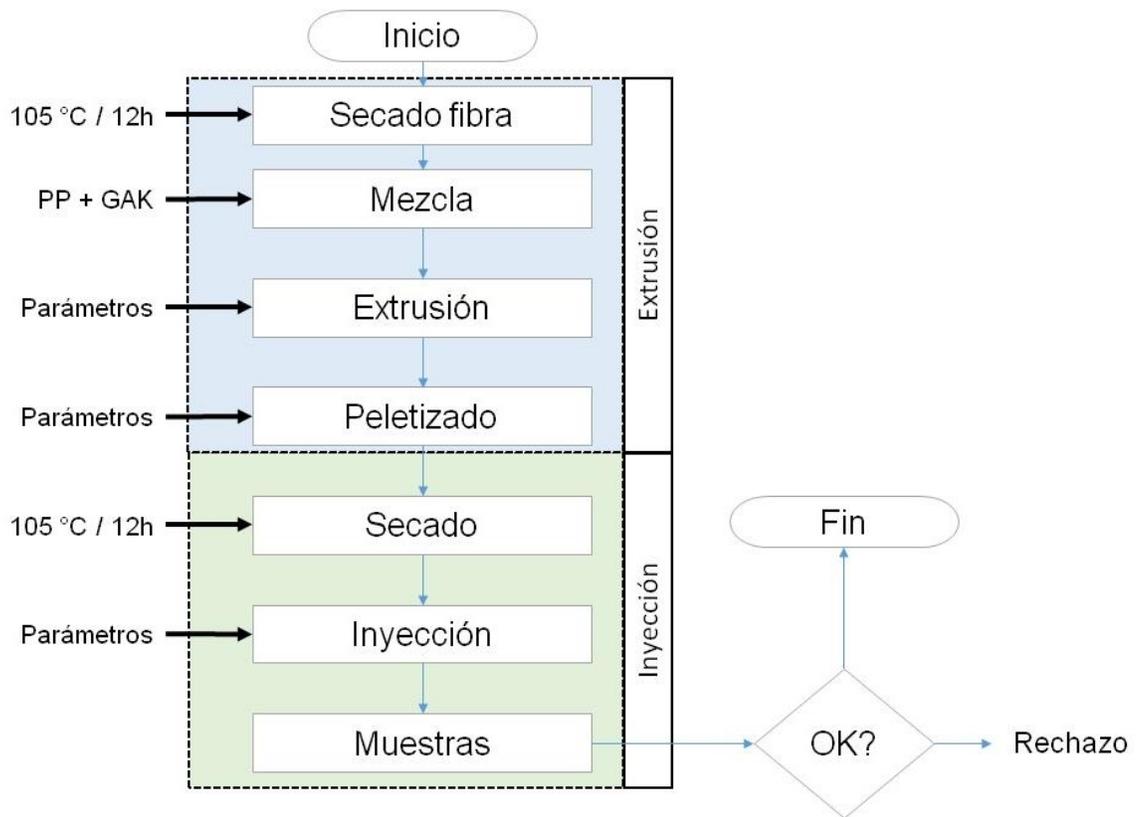


Figura 1.9. Flujograma del proceso de manufactura extrusión – inyección de compuestos termoplásticos.

En la etapa de extrusión peletizado, la literatura reporta varias rutas de procesamiento que incluyen el uso de extrusores monohusillo, doble husillo y mezcladores por lotes. Considerando la naturaleza hidrofílica de las fibras lignocelulósicas, procesos de secado de fibras y pellets son requeridos. La Tabla 1.7, resume los parámetros de diferentes rutas de procesamiento empleadas para manufacturar compuestos termoplásticos reforzados con fibras lignocelulósicas.

Tabla 1.7. Resumen de rutas de procesamiento de compuestos termoplásticos reforzados con fibras lignocelulósicas mediante extrusión – inyección.

Matriz	Refuerzo [%w/w]	Aditivo [%w/w]	Proceso de secado [°C/h]	Equipo de mezcla	Tipo de extrusor	Perfil de temperaturas	Velocidad husillo [rpm]	Ref.
(PP)/ (PLA)	Bambú [35]	MAH-g-PP	80/24	Mixer	-	Cte.	80	[43]
PP	Bambú [20- 60]	MAPP	80/2	Mixer	-	-	-	[19]
PP	Bambú [40-60]	MAPP	120/3	-	-	-	-	[44]
PP	Bambú/E-glass [10-40]	MAPP	-	Mixer	-	Ascen.	50	[45]
PP	Lino, hemp, sisal [30- 50]	MAPP	-	Mixer	-	-	50 - 100	[35]
PP	Kenaf [30- 40]	MAPP	90/60	Mixer	DH-Contr	Ascen.	-	[46]
PP	Lana [15-30]	MAPP	75/48	DH-Contr <sup>A</sup>	DH-Contr	Ascen.	8	[47]
HDPE	Aceite de palma [30- 40]	MAPP	85/24	DH-Contr	DH-Contr	Ascen.	70	[27]
LDPE	Doum [ 5-30]	-	23/24	-	DH-Corot <sup>B</sup>	Des.	-	[48]
PP	Kenaf [30]	MAPP	80/12	Mixer	DH-Corot	Ascen.	150	[49]
PP	Curaua [20]	-	100/1	-	DH-Corot	Ascen.	250-500	[50]
HDPE	Corcho [5-30]	MAPP	80/24	-	DH-Corot	Ascen.	150-300	[51]
PP	Corcho [5-75]	Acido esteárico	-	-	-	-	-	[51]

<sup>A</sup> Extrusor doble husillo contrarrotante.

<sup>B</sup> Extrusor doble husillo corrotante.

Cte.= perfil de temperatura constante.

Ascen.= perfil de temperaturas ascendente.

Descen.= perfil de temperaturas descendente.

### 1.5. Bases teóricas para la determinación del estado de orientación de fibras cortas

Las bases teóricas para el modelamiento matemático del estado de orientación de fibras cortas fueron descritas por Advani y Tucker en 1987 [52]. Las fibras fueron asumidas como cilindros rígidos, con sección circular uniforme a lo largo del eje y de longitud constante. Con estas hipótesis, el estado de orientación de fibras puede ser estudiado mediante la función de distribución de probabilidad de orientación  $\psi(\theta, \phi)$ . Esta función describe la probabilidad de encontrar una fibra orientada entre los ángulos  $(\theta_1)$  y  $(\theta_1 + d\theta)$  y  $(\phi_1)$  y  $(\phi_1 + d\phi)$  y está definida por:

$$P(\theta_1 \leq \theta \leq \theta_1 + d\theta, \phi_1 \leq \phi \leq \phi_1 + d\phi) = \psi(\theta_1, \phi_1) \text{sen} \theta_1 d\theta d\phi \quad (1)$$

La orientación puede ser descrita asociando a un vector unitario  $\mathbf{p}$  con la dirección de una fibra simple, como se muestra en la Figura 1. 10. Por lo tanto, la función de distribución puede ser escrita como una función del vector  $\mathbf{p} = \psi(\vec{p})$ .

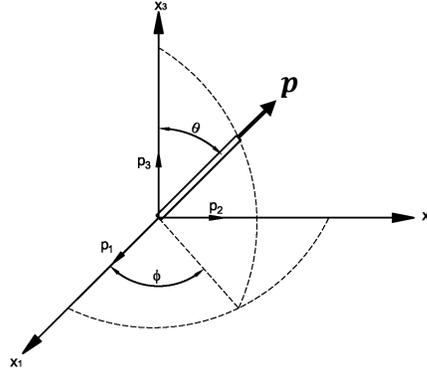


Figura 1.10. Sistema de coordenadas esféricas para describir la orientación de una fibra simple.

En base a la Figura 1. 10, los componentes del vector unitario  $\mathbf{p}$  están relacionados con los ángulos de elevación ( $\theta$ ) y azimutal ( $\phi$ ) como:

$$\begin{aligned} p_1 &= \text{sen} \theta \cos \phi \\ p_2 &= \text{sen} \theta \text{sen} \phi \\ p_3 &= \cos \theta \end{aligned} \quad (2)$$

En notación indicial, la longitud ajustada del vector  $\mathbf{p}$ , ( $p_i p_j = 1$ ), es el conjunto de todas las posibles direcciones del vector y corresponden a la esfera unitaria. Para evaluar todas las posibles direcciones de  $\mathbf{p}$ , se lo integra sobre la superficie de la esfera unitaria, y se define por,

$$\oint d\vec{p} = \int_{\phi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\pi} \psi(\theta, \phi) \sin \theta d\theta d\phi = \int_{\phi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\pi} \sin \theta d\theta d\phi \quad (3)$$

La función  $\psi(\theta, \phi)$ , debe satisfacer algunas condiciones tales como, periodicidad, normalización y condición de continuidad. La solución de estos modelos requiere mucho costo computacional.

Si se toma en cuenta la simetría de la función de distribución, un conjunto de tensores de orientación puede ser definido mediante la formación de productos diádicos del vector  $\mathbf{p}$  [52]. Integrando los productos diádicos con la función de distribución, todos los tensores de orden impar son cero. Solamente los tensores de orden par son calculados, siendo los de mayor interés los tensores de orientación de segundo y cuarto orden. La calidad de la descripción está relacionada con el orden del tensor.

$$a_{ij} = \oint p_i p_j \psi(\vec{p}) d\vec{p} \quad (4)$$

$$a_{ijkl} = \oint p_i p_j p_k p_l \psi(\vec{p}) d\vec{p} \quad (5)$$

Al expandir el tensor de segundo orden, se tiene para  $i, j = 1, 2, y 3$  una matriz simétrica. Debido a la condición de normalización, la traza del tensor de segundo orden es igual a la unidad, en otras palabras la suma de las fracciones de orientación debe ser 1.

Para considerar materiales compuestos reales, cada fibra discreta es medida y los componentes del tensor son calculados mediante una sumatoria [53],

$$a_{ij} = \frac{\sum (p_i p_j) L_n F'_n}{\sum L_n F'_n} \quad (6)$$

Donde  $F'_n$  representa la función de ponderación de la *nésima* fibra.

Un estado de orientación planar considera que todas las fibras permanecen en un solo plano. Este hecho es ampliamente usado para estudiar materiales compuestos debido a su cercanía con la orientación planar [52]. El tensor de orientación planar de segundo orden es definido por:

$$a_{ij} = \frac{\sum (p_i p_j) L_n F'_n}{\sum L_n F'_n} \quad (7)$$

El tensor de orientación planar de segundo orden es usado para describir el estado de orientación en la dirección principal de flujo. Realizando la sumatoria de N fibras,  $a_{ij}$  es rescrito como sigue [54],

$$a_{ij} = \frac{1}{N} \left( \sum_{n=1}^N p_i^n p_j^n \right) = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \quad (8)$$

Por tanto, si:

$a_{11} < 0.35$  es considerado perpendicular a la dirección de flujo.

$a_{11} > 0.7$  es considerado paralelo a la dirección de flujo.

$0.5 < a_{11} < 0.6$  es considerado una orientación aleatoria.

La Figura 1. 11, presenta la relación entre el parámetro de orientación, el estado de orientación, la elipse de orientación y el tensor de orientación planar.

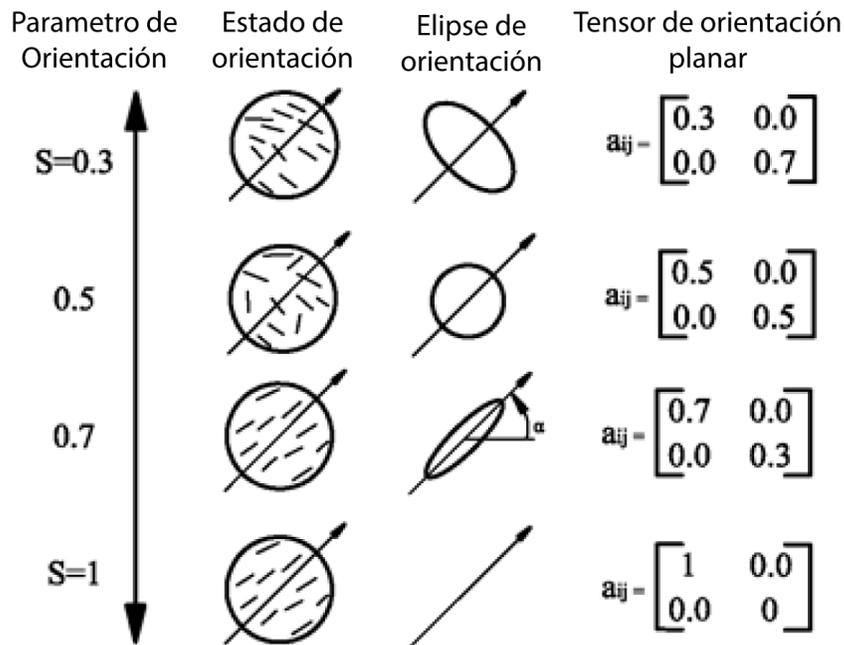


Figura 1.11. Relación entre el parámetro de orientación, el estado de orientación, la elipse de orientación y el tensor de orientación planar [55]

Considerando un estado de orientación planar, los componentes principales del tensor para los ejes  $x_1$  y  $x_2$ , como muestra la Figura 1. 11, pueden ser determinados por,

$$a_{11} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N \cos^2 \phi \quad a_{12} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N \cos \phi \sin \phi \quad (9)$$

$$a_{11} + a_{22} = 1 \quad (10)$$

$$a_{12} = a_{21}$$

En donde  $N$  es el número total de fibras en el compuesto,  $\phi$  es el ángulo de orientación planar de cada fibra. Para calcular el ángulo preferido de las fibras, Yasuda et al. [55], proponen la siguiente ecuación:

$$\tan 2\alpha = \frac{2a_{12}}{a_{11} - a_{22}} \quad (11)$$

Queda claro que la suma de los porcentajes de orientación debe ser uno. En la Tabla 1.8, se resumen los parámetros trigonométricos y los productos diádicos que representan el estado de orientación.

Tabla 1.8. Resumen Parámetros y funciones trigonométricas [53].

Producto diádico de $p_i$ y $p_j$ en la $n$ -ésima fibra	Representación con funciones trigonométricas
$(a_{11})_n$	$\text{sen}^2\theta\text{cos}^2\phi$
$(a_{12})_n = (a_{21})_n$	$\text{sen}^2\theta\text{cos}\phi\text{sen}\phi$
$(a_{13})_n = (a_{31})_n$	$\text{sen}\theta\text{cos}\theta\text{cos}\phi$
$(a_{22})_n$	$\text{sen}^2\theta\text{sen}^2\phi$
$(a_{23})_n = (a_{32})_n$	$\text{sen}\theta\text{cos}\theta\text{sen}\phi$
$(a_{33})_n$	$\text{cos}^2\theta$

Una representación gráfica conveniente para definir el estado de orientación es a través del parámetro de orientación [55]. Se elabora una elipse de orientación, los dos eigenvalores del tensor de orientación corresponden a las longitudes de los ejes mayor y menor de la elipse de orientación. La dirección del eje mayor corresponde a la dirección preferida del ángulo de orientación. El eigenvalor mayor se llama parámetro del orden de orientación, a partir de él se determina el grado de orientación como se mostró en la Figura 1. 12.

## 1.6. Técnicas de determinación de la orientación de fibras

### Método de las elipses

La mayoría de las técnicas desarrolladas para determinar la orientación planar de fibras reforzando termoplásticos están basadas en el método de las elipses (MoE). El método hace varias suposiciones para análisis en dos dimensiones (2D). Las fibras son asumidas como cilindros rígidos, con sección circular uniforme a lo largo del eje y longitud constante. Estas suposiciones no aplican para fibras de carbón o kevlar ya que son fibras semiflexibles.

Las muestras son seleccionadas a partir de regiones de interés (ROI's), especialmente de secciones transversales a la dirección del flujo. Posteriormente deben ser embebidas y pulidas metalográficamente. Para mejorar el contraste entre fibras y matriz, la superficie pulida es atacada químicamente con ácido o plasma o mediante sputtering con oro. Posteriormente se realiza la adquisición de imágenes mediante técnicas de microscopía (óptica o electrónica). La Figura 1. 13 muestra una ROI de una muestra de polipropileno reforzado con fibras cortas de vidrio. Para reducir los tiempos de procesamiento el MoE es complementado con técnicas de procesamiento digital de imágenes.

La Figura 1. 12, muestra un conjunto de elipses (que representan fibras inclinadas en diferentes direcciones) y elementos circulares (que representan fibras orientadas en la dirección de flujo). Adicionalmente se podrían observar elementos rectangulares que representan fibras transversales cortadas longitudinalmente.

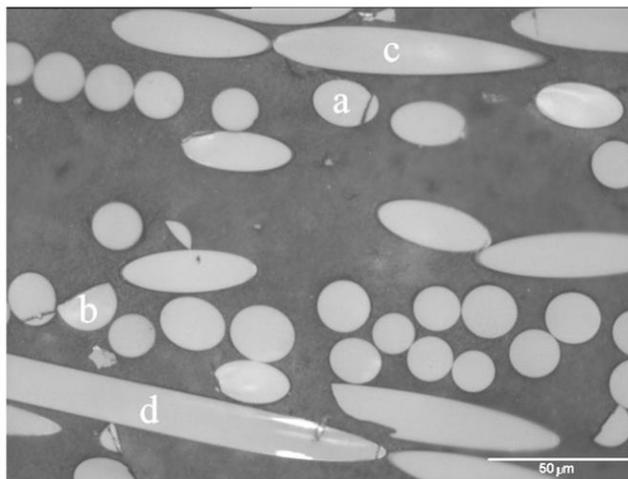


Figura 1.12. Microfotografía de compuesto reforzado con fibras de vidrio. a) fibras alineadas, b) extremo de fibra, c) fibras inclinadas y d) fibras transversales. [54]

Las elipses se emplean para caracterizar tanto la posición como la orientación de las fibras. La Figura 1. 13, ilustra el principio de la metodología. La posición de la fibra es determinada por el centro de masa de la elipse ( $\bar{x}_1, \bar{x}_2$ ). La orientación de la fibra, en esa posición, puede

ser determinada a partir de parámetros geométricos de la elipse, tales como: el eje menor ( $m$ ) y el eje mayor ( $M$ ). El ángulo planar ( $\phi$ ) se define con respecto al eje principal de flujo ( $x_1$ ) y el eje ( $M$ ). En el caso de caracterización tridimensional (3D) el ángulo fuera del plano ( $\theta$  (zenit) está dado por:

$$\theta = \cos^{-1}\left(\frac{M}{m}\right) \quad (12)$$

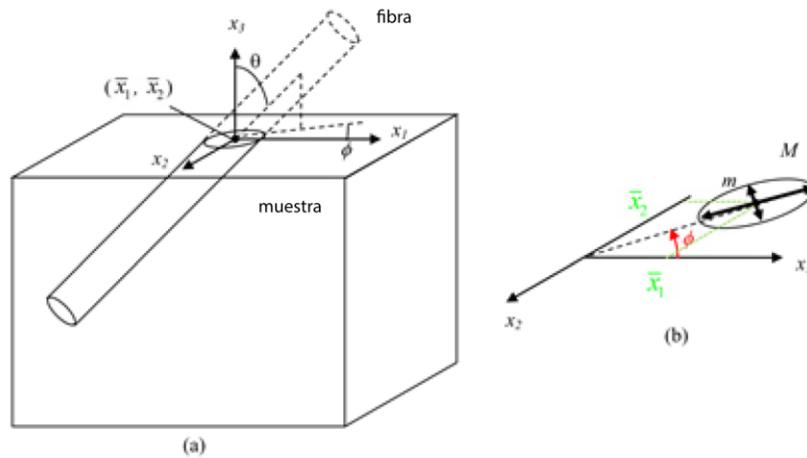


Figura 1.13. Principales parámetros empleados para caracterizar la orientación de fibras: a) fibra embebida b) definición de parámetros planares [39]

Generalmente el plano ( $x - y$ ) ó  $((x_1 - x_2))$  es definido para representar el plano de corte. El tercer eje es normal al plano. Cuando las coordenadas de los extremos de los ejes de la elipse son obtenidas a partir de la imagen, se pueden determinar: la longitud del eje mayor, del eje menor y del centroide fácilmente, por la siguiente expresión:

$$m = \sqrt{(x_3 - x_4)^2 + (y_3 - y_4)^2} \quad (13)$$

La longitud del eje menor  $m$ , sería igual al diámetro de la fibra (Figura 1. 14).

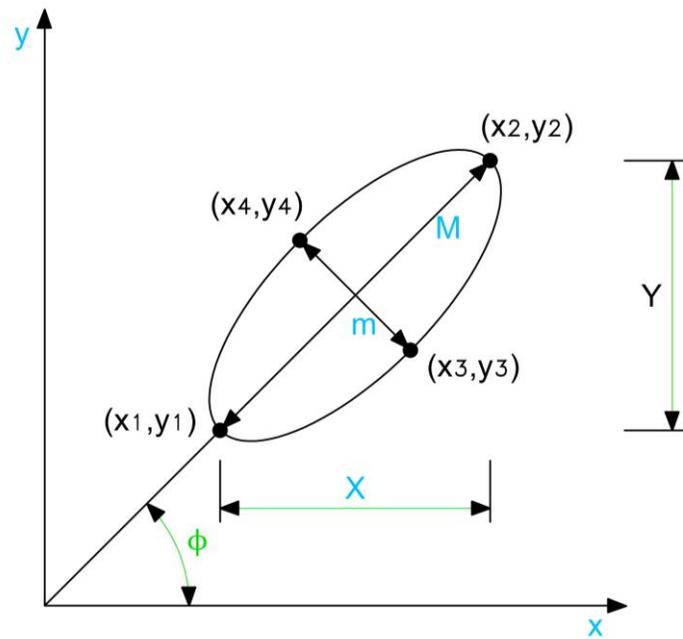


Figura 1.14. Parámetros planares de la imagen elíptica [53]

De forma similar  $(x_1 - y_1)$  y  $(x_2 - y_2)$  son los pares coordenados en el extremo del eje mayor y sus parámetros  $X$  e  $Y$  son:

$$X = x_2 - x_1 \quad (14)$$

$$Y = y_2 - y_1 \quad (15)$$

Por lo tanto, la longitud del eje mayor está dado por:

$$M = \sqrt{X^2 + Y^2} \quad (16)$$

Las relaciones geométricas entre  $\theta$  y  $\phi$  son:

$$\text{sen}\phi = \frac{Y}{M} \quad (17)$$

$$\text{cos}\phi = \frac{X}{M} \quad (18)$$

$$|\cos\theta| = \frac{m}{M} \quad (19)$$

$$\text{sen}\theta = \sqrt{1 - \frac{m^2}{M^2}} \quad (20)$$

Para la construcción del tensor de orientación de segundo orden, a partir de imágenes micrográficas de la sección transversal a la dirección del flujo, se tienen los parámetros y relaciones geométricas en la Tabla 1.9.

Tabla 1.9. Parámetros y funciones trigonométricas para representar el estado de orientación de fibras cortas [53]

Producto diádico de $p_i$ y $p_j$ en la n-ésima fibra	Representación con funciones trigonométricas	Representación con parámetros geométricos adquiridos de la imagen
$(a_{11})_n$	$\text{sen}^2\theta\text{cos}^2\phi$	$Y^2\left(\frac{1}{M^2} - \frac{m^2}{M^2}\right)$
$(a_{12})_n = (a_{21})_n$	$\text{sen}^2\theta\text{cos}\phi\text{sen}\phi$	$XY\left(\frac{1}{M^2} - \frac{m^2}{M^2}\right)$
$(a_{13})_n = (a_{31})_n$	$\text{sen}\theta\text{cos}\theta\text{cos}\phi$	$Y\sqrt{\frac{1}{M^2} - \frac{m^2}{M^2}}$
$(a_{22})_n$	$\text{sen}^2\theta\text{sen}^2\phi$	$X^2\sqrt{\frac{1}{M^2} - \frac{m^2}{M^2}}$
$(a_{23})_n = (a_{32})_n$	$\text{sen}\theta\text{cos}\theta\text{sen}\phi$	$X\sqrt{\left(\frac{1}{M^2} - \frac{m^2}{M^2}\right)}$
$(a_{33})_n$	$\text{cos}^2\theta$	$\frac{m^2}{M^2}$

El método MoE tiene un problema en el caso de la determinación de orientación 3D, dado que el ángulo planar es ambiguo, debido a que una misma elipse puede corresponder a  $(\phi)$  ó  $(\phi + \pi)$ . En la Figura 1. 16 se detalla el problema de ambigüedad. Por definición de los componentes del tensor, la ambigüedad no tiene efecto sobre  $(a_{11})$ ,  $(a_{12})$ ,  $(a_{22})$  y  $(a_{33})$ . Los elementos  $(a_{23})$  y  $(a_{13})$  no pueden ser determinados en base a la imagen de una sola sección transversal de la fibra y requiere de un plano adicional o de técnicas complementarias.

### Método MoE con dos planos de corte

Para determinar los componentes del tensor  $(a_{23})$  y  $(a_{13})$ , la muestra del compuesto puede ser cortada en dos planos paralelos con una ligera separación. Se debe aplicar el método MoE para cada sección y posteriormente correlacionar las elipses en cada imagen. La Figura 1. 15, muestra el principio de medición con éste método.

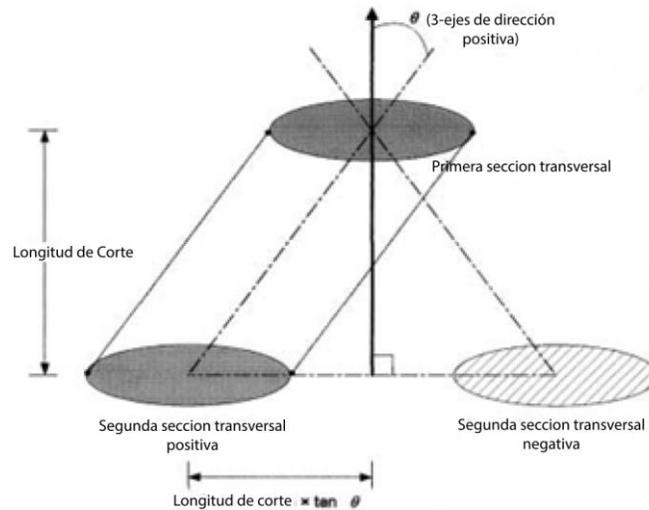


Figura 1.15. Definición del problema de ambigüedad y definición del ángulo positivo  $\theta$  [53]

Otra técnica de evaluación del estado de orientación planar es mediante el parámetro de orientación  $f_p$  de Hermans [56]. Este método describe la orientación planar de fibras en polímeros cristalinos. El parámetro de orientación planar de Hermans se determina por:

$$\text{sen}\theta = \sqrt{1 - \frac{m^2}{M^2}} \quad (21)$$

Donde,

$$\langle \cos^2 \phi \rangle = \frac{\sum_i N(\phi_i) \cos^2 \phi_i}{\sum_i N(\phi_i)} \quad (22)$$

Donde  $\phi_i$  representa el ángulo entre las fibras individuales y el eje principal de flujo  $x_1$  y  $N(\phi_i)$  es el número de fibras con cierto ángulo de orientación  $\phi_i$ . En la Figura 1. 16, se detallan los componentes del método. El parámetro  $f_p$  se normaliza entre cero y uno. Para una distribución planar randómica con  $(\langle \cos^2 \phi \rangle = \frac{1}{2})$ ,  $f_p = 0$ , mientras que para fibras alineadas perfectamente a lo largo del eje de flujo  $(\langle \cos^2 \phi \rangle = 1)$ ,  $f_p = 1$ . Los valores intermedios de orientación corresponden a estados de orientación parcial.

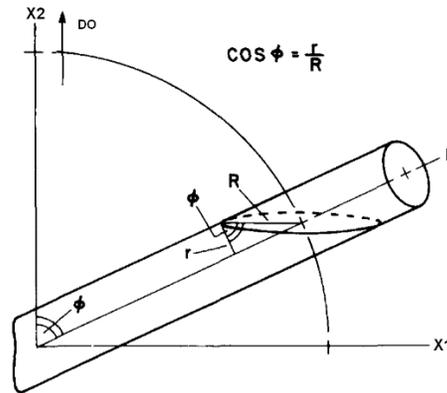


Figura 1.16 Presentación esquemática de la relación entre el ángulo de orientación y los parámetros de la sección transversal. DO (dirección de orientación), P (dirección de la fibra) [56].

### Microscopía confocal

La microscopía confocal laser (CLSM) es una tecnología relativamente nueva dentro de la microscopía óptica. La técnica está habilitada para analizar materiales semitransparentes. Se consiguen secciones paralelas mediante óptica sin destruir la muestra. Se obtienen imágenes a diferentes profundidades con una separación de pocas micras [57]. La orientación de las fibras se calcula a partir de dos planos sucesivos mediante el desplazamiento del centro de cada fibra,  $\Delta x$ ,  $\Delta y$  y  $\Delta z$  en X, Y, Z respectivamente. El vector descrito por los desplazamientos es paralelo a las fibras. Con los datos normalizados del vector se puede construir el tensor de orientación de segundo orden aplicando el MoE (Figura 1. 17).

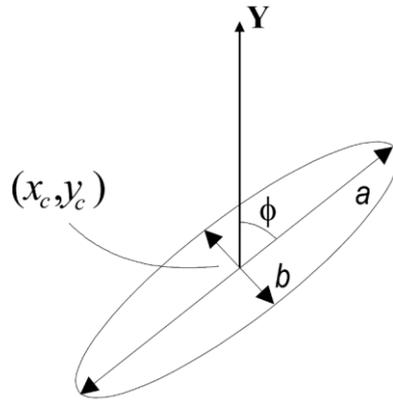


Figura 1.17. Definición de parámetros para el método de medición mediante microscopía confocal [57]

Con este método se evita el problema de ambigüedad y se puede tener una descripción completa del tensor a partir de las siguientes relaciones:

$$x_c = Mx \quad (23)$$

$$y_c = My \quad (24)$$

$$a^2 = 2(M_{XX} + M_{YY}) + 2\sqrt{(M_{XX} + M_{YY})^2 + 4M_{XY}^2} \quad (25)$$

$$b^2 = 2(M_{XX} + M_{YY}) - 2\sqrt{(M_{XX} + M_{YY})^2 + 4M_{XY}^2} \quad (26)$$

$$2\phi = \arctan\left(\frac{2M_{XY}}{M_{XX} - M_{YY}}\right) \quad (27)$$

### Análisis en el dominio de la frecuencia

Los métodos de procesamiento de imágenes descritos anteriormente trabajan en el dominio espacial. Se tienen opciones de procesamiento de imágenes en el dominio de la frecuencia. La mayoría de estos métodos se basan en la transformada discreta de Fourier (DFT).

La forma continua de la transformada de Fourier  $F(u, v)$  de una imagen  $f(x, y)$  se describe como:

$$F(u, v) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) e^{-j2\pi(ux+vy)} dx dy \quad (28)$$

La forma discreta para una imagen cuadrada de N pixeles de tamaño se representa por:

$$F(u, v) = \frac{1}{N^2} \sum_{x=0}^{N-1} \sum_{y=0}^{N-1} f(x, y) e^{-j2\pi \left[ \frac{ux+vy}{N} \right]} \quad (29)$$

Donde  $u, v = 0, 1, 2, \dots, N - 1$ . La imagen transformada F contiene toda la información de la imagen original f, la cual puede ser recuperada aplicando la transformada de Fourier inversa. El espacio de frecuencias F, es complejo y contiene una parte real y otra imaginaria. Generalmente con propósitos de ilustración la magnitud de F es plotada con F (0,0) en el centro de la imagen. Los picos de baja frecuencia se encuentran cerca del origen y los picos de altas frecuencias se ubican gradualmente más alejados. Los cálculos de la transformada de Fourier requieren gran gasto computacional. Por lo tanto se han desarrollado métodos de cálculo optimizados mediante la transformada rápida de Fourier (FFT). Se emplea la siguiente ecuación de convolución:

$$G(u, v) = H(u, v) \cdot F(u, v) \quad (30)$$

Donde F, G y H son las transformadas de Fourier de la imagen original, resultante y el kernel de convolución respectivamente. Esta operación es mucho más sencilla incluso que trabajar en el dominio espacial. Es muy útil si se procesan varias imágenes o en procesamiento en tiempo real.

## 1.7. Antecedentes sobre métodos para determinación de orientación de fibras cortas

### Técnicas de microscopía óptica

Entre los primeros trabajos aplicados a termoplásticos (nylon) reforzados con fibras cortas (de vidrio) mediante procesamiento de imágenes, se encuentra el presentado por Hine, Davison, Duckett y Ward [58] quienes describen la caracterización de la orientación 3D de fibras en una placa rectangular inyectada ( $65mm \times 220mm \times 3mm$ ) con una entrada tipo abanico. Los datos extraídos fueron empleados para predecir las propiedades elásticas del compuesto. Emplearon el método de la elipse (MoE) sobre diferentes secciones transversales. Reportaron que las fibras al interior del compuesto presentan una estructura skin/core/skin, con las fibras orientadas perpendicularmente al flujo en la zona central (core) que ocupa el 50% del espesor de la probeta y las fibras orientadas paralelamente al flujo en la piel (skin). Mediante el sistema de procesamiento de imágenes obtuvieron datos precisos y rápidos que permitieron entender los efectos del proceso de inyección sobre la orientación de fibras y en sus propiedades mecánicas posteriores.

El uso del tensor de orientación para estudiar el efecto de la orientación de las fibras (vidrio al 10 % v/v ) sobre las propiedades de tenacidad en una matriz termoplástica (policarbonato) fue aplicado por Neves, Isdell y Pouzada [59]. Reportan el uso del tensor de segundo orden propuesto por Advani y Tucker, para describir la distribución de orientación de fibras. Las muestras fueron aisladas mediante cortes en diferentes secciones pulidas. Observaron el patrón skin/core/skin, siendo la región del skin la más orientada en la dirección del flujo, mientras que en la región del core las fibras se orientan perpendiculares al flujo. La rigidez a través del espesor fue determinada mediante el método de orientación promediada. Emplearon un análisis por elementos finitos (FEM) para simular el comportamiento de vigas sometidas a flexión en tres puntos y obtuvieron la rigidez a flexión en la dirección principal de flujo y en la dirección transversal. Concluyeron que la variable de procesamiento que más influye en la orientación de las fibras es la velocidad de inyección por sobre la temperatura de la masa. Además demostraron que la rigidez en la dirección del flujo decrece con el incremento de la velocidad de inyección.

Melkush et al. [60] fueron los primeros en utilizar asistencia de procesador de imágenes para investigar la orientación de fibras cortas reforzando una matriz polimérica. Realizaron etapas de pulido de la muestra con la finalidad de tener un excelente contraste en la adquisición de la imagen.

Un nuevo modelo fue desarrollado por Zak et al. [61] para estimar la distribución de orientación de fibras cortas basadas en dos secciones paralelas. Con este método se elimina el problema de ambigüedad y corrige el error de sesgo para ángulos cercanos a  $90^\circ$  producidos por el método MoE convencional. El método sigue siendo destructivo y requiere de dos fases de preparación de las muestras paralelas a una distancia de  $1 \mu m$ . La aplicación fue realizada sobre un compuesto polimérico (SL5170 fotopolímero) reforzado

(fibras de vidrio  $16 \pm 1$  % v/v). El pulido inicial fue realizado mediante fresado a la altura deseada, luego pulido con papel abrasivo húmedo de SiC grado 80 a 2400 y finalmente con polvo de alúmina de  $1\text{-}\mu\text{m}$ . Para la segunda fase de pulido fue utilizado solamente papel abrasivo grado 2400 de SiC y polvo de alúmina de  $1\text{-}\mu\text{m}$ . El control de profundidad en el pulido se controló mediante micrómetro. En el procesamiento de imágenes emplearon scripts programados en Matlab ® y una función de corrección de la observabilidad fue implementada para tomar en cuenta la distribución de longitudes de fibra y el efecto del espesor de capa finita.

Entre los pocos trabajos reportados con fibras naturales se encuentra el de Heidi Peltola et al. [40]. Trabajaron con una matriz de acetato de almidón reforzada con fibras de lino y cáñamo. Evaluaron la influencia del proceso de moldeo por inyección en la rotura de fibras naturales y la variación de la relación de aspecto que se produce. Utilizaron imágenes microscópicas de secciones pulidas de probetas y las trataron mediante software comercial. Pudieron valorar también la dispersión de la orientación de fibras.

Los efectos del llenado y del cambio de fase por solidificación durante la inyección de una cavidad rectangular ( $202\text{mm} \times 25\text{mm} \times 3.2\text{mm}$ ) de Nylon reforzado (fibras de vidrio 43 wt. %) fueron simulados por Oumer et al. [62]. Los dos efectos ocurren de forma simultánea durante el proceso de moldeo por inyección, afectando el flujo de las suspensiones y por lo tanto su orientación. El estudio presenta un análisis numérico para predecir la orientación 3D en una cavidad rectangular considerando llenado simultáneo y cambios de fase en las suspensiones. Se utilizó un modelo de volumen de fluido (VOF) para el seguimiento de la interface suspensión-aire. Para la solución numérica emplearon el modelo de cierre híbrido de Advani y Tucker para aproximar el tensor de cuarto orden durante el cálculo de la orientación de fibras. El modelo fue validado mediante resultados experimentales reportados en la literatura. Los resultados de las simulaciones mostraron un buen acuerdo con los datos experimentales. Concluyeron que se forma una capa cortante cerca a las paredes del molde y un flujo extensional en el plano medio debido a bajos esfuerzos cortantes en esa zona.

Vélez García [39], continúa con la investigación a partir de la información obtenida por Advani y Tucker, mediante tensores de orientación en compuestos poliméricos reforzados con fibras cortas de vidrio. Mediante ponderación obtuvieron los componentes del tensor de orientación de segundo orden por unidad de volumen de material en el área de la muestra, tal como se indica en la siguiente ecuación:

$$A_{ij} = \frac{\sum_n (p_i p_j)_n L_n F_n}{\sum_n (L_n F_n)} \quad (31)$$

Donde, n es la enésima fibra,  $L_n$  es la longitud de dicha fibra y  $F_n$  es la función de ponderación.

En su trabajo Meyer et al. [63] determinaron de forma experimental y mediante simulaciones el estado de orientación de fibras largas (vidrio 30 wt.%) con longitud (13 mm) reforzando polipropileno. En su trabajo desarrollaron un nuevo método para simular la orientación de fibras largas en un disco inyectado mediante simulaciones del bebedero, entradas y molde como un dominio simple. Ellos demostraron que la simulación de la orientación de fibras largas es más sensible a la selección de las condiciones iniciales. Además incluyeron un modelo de fibra flexible (Bead – Rod) para obtener mayor exactitud en sus predicciones. Para el análisis de la orientación de fibras, se fundamentan en el modelo de Folgar – Tucker incluyendo un factor térmico adicional llamado difusión giratoria isotrópica, el cual considera la interacción fibra – fibra en un sistema concentrado de fibras. Utilizan software comercial ANSYS® para evaluar el campo de velocidad y rutinas en MATLAB® para determinar la orientación de fibras. Encontraron que la orientación de las fibras largas de vidrio difiere al inicio y al final del llenado de la cavidad con mayor énfasis en las paredes del molde. Por lo tanto se concluye la necesidad de iniciar los análisis antes del inicio de llenado de la cavidad. El modelo de fibra flexible es más preciso que el modelo de Folgar – Tucker para fibras largas de vidrio.

Mazahir et al. [64] evaluaron la evolución de la orientación de fibras (vidrio) reforzando PBT, en la dirección radial sobre discos inyectados con entrada central. Realizaron simulaciones empleando el modelo de Folgar – Tucker (FT) para suspensiones semi-diluidas de fibras, que atribuye el estado de orientación de las fibras, como una consecuencia de mecanismos de arrastre y de interacciones fibras - fibra. Compararon los resultados analíticos con las mediciones de la orientación en diferentes capas a lo largo del espesor de la muestra (piel, transición y núcleo). Para mejorar el modelo han realizado algunas modificaciones que ralentizan la cinética de orientación en el caso de suspensiones concentradas. El ajuste lo realizaron por medio de la modificación al modelo FT mediante técnicas de cierre de deformación reducida (RSC). Las muestras fueron extraídas a diferentes espesores a lo largo de la dirección radial. Las mediciones fueron realizadas con microscopía óptica empleando muestras rectangulares con un espesor de  $H/6$  y un ancho de  $2L_f$ . Una versión modificada del método MoE fue empleada para caracterizar la evolución radial de la orientación, según el método propuesto por Vélez-García [65]. El segundo tensor de orientación fue calculado y se realizaron estimaciones del error según el procedimiento descrito por Bay y Tucker [66] y Mlekusch [67]. El estado de orientación planar permite simplificar el análisis mediante la discusión de los componentes de la diagonal del tensor ( $a_{ii}$ ). Los mejores ajustes fueron encontrados en la capa externa (piel). En la zona de transición y en el núcleo no fueron correctamente simulados debido a la rápida evolución de la orientación y que se simula mejor con el modelo original de FT.

Para la validación del modelo matemático de la regla de mezclas Hine et al. [68] estudiaron la distribución de orientación de fibras (FOD) y su efecto sobre las propiedades mecánicas de placas inyectadas de polipropileno homopolímero (PP) reforzadas (fibras de vidrio). Evaluaron dos longitudes de fibra (1.35 mm y 2.40 mm). Para la medición de la orientación de fibras aplicaron el método de la sección elíptica 2D y un analizador de imágenes de

diseño personal. La placa estudiada tenía una entrada de inyección central superior. Posterior al análisis se observó en el núcleo (core) un alineamiento circunferencial y en las capas externas (skin) fibras re-alineadas en la dirección del flujo. El estudio aportó dos observaciones importantes. La independencia FOD con respecto a la longitud de las fibras y un elevado empaquetamiento de fibras en la región central. Los resultados experimentales permitieron validar el método inverso para determinar el FOD a partir de la regla de mezclas modificada. Fue observada una relación lineal entre el módulo de tensión y el tensor de orientación de cuarto orden promediado con respecto a la dirección de inyección tal como lo predijo la regla de mezclas modificada. Los resultados analíticos tuvieron alta coincidencia con los valores experimentales basados solamente en la medición del módulo de la matriz, fracción de fibra y longitud de fibra promedio. Las muestras fueron aisladas de diferentes regiones de la probeta, pulidas, erosionadas mediante etching, capturadas mediante microscopía 2D y analizadas mediante un analizador de imágenes de programación propia. Emplearon el método (MoE) para definir el estado de orientación de las fibras. Se construyeron el segundo y cuarto tensor de orientación con respecto a la dirección de flujo. No consideraron correcciones al defecto de ambigüedad debido al análisis con respecto a un eje en particular; por lo tanto el signo del ángulo  $\theta$  no fue necesario.

Por otra parte Meyer et al. [69] emplearon el método de (MoE) para estimar la orientación de las fibras cortas (vidrio) reforzando (PP). Las muestras fueron aisladas metalográficamente de diferentes regiones de una probeta rectangular con entrada tipo "end gate". Utilizaron procesamiento digital de imágenes para obtener los componentes del tensor de orientación a lo largo del espesor normalizado de la muestra. Los datos experimentales fueron comparados con valores simulados de la orientación de fibras mediante un método de simulación de flujo cortante simple. Fue necesaria la aplicación de un modelo de ajuste mediante mínimos cuadrados para conseguir acuerdos entre los experimentos y las simulaciones.

Por otra parte Tekinalp et al. [70] realizaron mediciones del estado de orientación de fibras cortas (carbono) reforzando acrilonitrilo-butadieno-estireno en muestras obtenidas mediante manufactura aditiva 3D y moldeo por compresión. Reportaron un alto nivel de orientación de fibras en la dirección principal de impresión 3D (valores hasta 91.5% en el componente  $a_{33}$ ). Tal nivel de orientación se reflejó en elevadas propiedades de resistencia a la tracción y módulo que se incrementaron hasta un 115% y 700% respectivamente. Para el análisis de la distribución de orientación de fibras emplearon el método del tensor de orientación de segundo orden desarrollado por Bay [66]. Para la preparación de muestras con superficie pulida, siguieron el procedimiento propuesto por Vélez-García [65]. Pudieron establecer claras diferencias entre el procesamiento por impresión 3D (orientación de fibras en las direcciones  $x_3$  y  $x_1$ ) y moldeo por compresión (orientación de fibras en la dirección  $x_3$ ).

## Técnicas tomográficas

Fiadero et al. [71], midieron la orientación de las fibras y la desalineación de ángulo mediante difracción laser. El método se fundamentó en el análisis de los patrones de difracción láser producido por réplicas transparentes de los tejidos de las fibras en la superficie del compuesto. El patrón de difracción obtenido, mediante la transformada de Fourier en dos dimensiones de la superficie, es de forma elíptica con un radio elíptico específico, una orientación y dos ejes que representan el eje mayor (a) y el eje menor (b) de la elipse. Fueron necesarios solamente dos parámetros para representar la orientación de las fibras, las mismas que corresponden al radio de elipticidad del contorno de la elipse, a lo que se le denomina anisotropía de la fibra y la dirección del eje mayor que se denomina ángulo de orientación de la fibra. El método es interesante pero requiere de equipo sofisticado para la obtención de los espectros.

Heggli et al. [72], aplicaron en su investigación X-ray  $\mu$ CT para determinar la estructura tridimensional (3-D) de los objetos. El principio básico de funcionamiento de este método se fundamenta en la medición de datos transmitidos por rayos X de los objetos medidos en diferentes ángulos que permite reconstruir una imagen en sección transversal del objeto. La información micro estructural tridimensional (3-D) fue recuperada mediante la aplicación de un procedimiento de corte por secciones y luego reagrupándolos para reconstruir los cortes independientes. Al ensamblar estas imágenes se aplicó un proceso computacional que permitió obtener de forma analítica y gráfica el estado de orientación de las fibras.

Un trabajo interesante fue desarrollado por Bernasconi et al. [73]. Realizaron un estudio comparativo entre el método MoE y X-ray  $\mu$ CT acoplado con el concepto de intercepción de longitud media (MIL). El análisis se desarrolló sobre probetas rectangulares inyectadas de termoplástico (Poliamida 6) reforzadas con fibras cortas (vidrio tipo E al 30 % w/w). Las muestras presentaron el patrón de orientación de fibras en capas como es usual en piezas inyectadas. Reportaron que las fibras en general estaban alineadas en la dirección (X) de flujo. En la región central, cercana a la raíz de la entalla de la probeta, las fibras mostraron una orientación a lo largo del eje Z. No encontraron orientación a lo largo del eje Y. Encontraron muy buenas coincidencias entre los dos métodos en términos de ángulo preferente. Concluyen que la selección de un método debería tomar en cuenta que la técnica óptica es sencilla, económica pero destructiva mientras la tomografía es más costosa pero no destructiva.

Para el análisis de orientación en compuestos híbridos (partículas y fibras), Lee et al. [74] aplicaron mediciones a partir de micro tomografía computarizada de rayos X (X-ray  $\mu$ CT). El objetivo de éste novedoso estudio fue estimar el módulo elástico de un compuesto híbrido de polímero de cristal líquido reforzado (partículas de talco y fibras de vidrio) en probetas de tracción inyectadas. Mediante micro tomografía observaron la estructura 3D de las fibras. Para evaluar la interacción entre fibras y matriz utilizaron la teoría de esfuerzo-deformación perturbada de Tandon-Weng (las deformaciones medias cerca de las inclusiones difieren

del resto de la matriz por un efecto perturbador causado por las inclusiones). El método de analogía de laminados (LAA) fue empleado para predecir el módulo elástico del compuesto. Mediante predicciones teóricas lograron determinar la calidad de adhesión entre las fibras y la matriz. Para el procesamiento de la imagen emplearon software comercial (Media Cybernetics, Image-Pro Plus 7.0). Encontraron un patrón de distribución de las fibras con orientación aleatoria en las superficies superior e inferior. En el resto de secciones observaron una distribución casi unidireccional en la dirección del flujo. Además observaron una reducción de la concentración de fibras en las regiones cercanas a las paredes del molde (se redujeron de 16.1 vol. % en el core a 12.8 vol. % en el skin). En su análisis, la orientación aleatoria y la reducción de fibras las atribuyen a tres efectos. El primero se debe a severos esfuerzos cortantes desarrollados en la pared del molde durante la etapa de llenado. El segundo efecto, debido a que el frente de flujo causa una rotación de fibras y genera aleatoriedad cerca de las paredes. El tercer efecto se debe a que las partículas se ven impedidas de acercarse a la pared por el efecto de repulsión de pared.

Nagura et al. [75] realizaron evaluaciones tridimensionales (3D) de la orientación y posición de fibras cortas (carbono) en compuestos poliméricos mediante una técnica no destructiva. La (X-ray  $\mu$ CT) fue utilizada. El problema de la técnica es debido a la similitud de la atenuación de rayos X entre las fibras de carbono y la matriz. Emplearon recubrimiento de Ni, como trazadores para identificar las fibras, debido a su gran coeficiente de atenuación de rayos X. Finalmente observaron la misma orientación entre las fibras tratadas y las no tratadas. Además realizaron estudios sobre probetas con líneas de soldadura inducidas y evidenciaron que las fibras se orientaban perpendicularmente al flujo en esa región.

Por su parte, Ayadi et al. [76] desarrollaron un método para predecir las propiedades elásticas de fibras cortas (vidrio) reforzando un termoplástico (poliamida). Combinaron X-ray  $\mu$ CT y elementos finitos. Emplearon una geometría compleja (placa rectangular con agujero central inyectada lateralmente). Las muestras tenían un volumen promedio de ( $3 \times 10 \times 3 \text{ mm}^3$ ). Las imágenes fueron reconstruidas mediante retro proyección utilizando un software de Rx-Solutions. Posteriormente las imágenes fueron procesadas mediante ImageJ. Las imágenes de rayos X (3D) fueron convertidas en elementos finitos usando un voxel (malla estructurada donde el tamaño es igual a la resolución de la imagen). En función del nivel de escala de grises (aproximación lineal de Hashin – Shtrikman), obtenido del X-ray  $\mu$ CT, se evaluaron la variación espacial del módulo de Young y la relación de Poisson. Se analizó el desempeño mecánico del compuesto en relación a microestructuras altamente anisotrópicas causadas por insertos durante el moldeo por inyección. Determinaron el módulo elástico en varias posiciones de una placa inyectada con distribución asimétrica de las fibras. Mostraron que las propiedades efectivas no cambian significativamente alrededor del inserto. El perfil de esfuerzos reveló una estructura de cinco capas casi simétricas lejos del agujero y una estructura de tres capas cerca del inserto. Concluyeron que tal comportamiento es el responsable de la falla del compuesto observada cerca de los insertos cilíndricos.

## Capítulo 2

### MATERIALES Y MÉTODOS

#### 2.1. Materiales

##### 2.1.1. Fibra

Se emplearon fibras de bambú mecánicamente extraídas, género “*Guadua*”, especie “*Ängustifolia Kunth*” (GAK) de alta disponibilidad en el Ecuador y Colombia. Las cañas fueron tomadas de un cultivo propietario de la región de Bucay – Ecuador. El tiempo de madurez de la planta fue de 3.5 a 4.5 años. En la Tabla 2.1, se presentan las dimensiones del culmo de GAK. Las condiciones de la zona de cultivo fueron: altitud 300 m.s.n.m., temperatura 16 – 32 °C, precipitaciones 3500 – 4500 mm/año, luminosidad 1800-2000 horas/luz/año [77].

Tabla 2.1 Dimensiones del culmo de GAK

Factor	Rango [cm]
Longitud	15-30
Diámetro	12-20
Longitud entrenudo	20-30
Espesor de pared	2-5

##### 2.1.2. Matriz

Polipropileno homopolímero H-306, grado inyección y extrusión provisto por Braskem fue empleado como matriz. La Tabla 2.2, presenta las propiedades más destacadas de la matriz.

Tabla 2.2 Propiedades de Polipropileno Braskem H-306

Propiedad	Unidad	Valor
Índice de fluidez (230 °C/2.16 kg)	g/10 min	15
Densidad	g/cm <sup>3</sup>	0.905
Resistencia a la tracción	MPa	33
Módulo de flexión	GPa	1.55
Temperatura de deflexión térmica a 455 KPa	°C	94
Temperatura de deflexión térmica a 1820 KPa	°C	53
Temperatura de reblandecimiento	°C	153

### 2.1.3. Compatibilizador

Pellets comercialmente disponibles de hidróxido de sodio (NaOH) de alta pureza (97%) fueron empleados para preparar la solución alcalina.

## 2.2. Métodos

### 2.2.1. Aislamiento de fibras

El proceso inició produciendo latillas a partir de la caña de GAK sin corteza. Las fibras cortas se aislaron mediante ingleteadora de disco DW715 provista por DEWALT. Posteriormente las fibras fueron clasificadas mediante un tamizador Dura Tap provisto por Advantech según ASTM E-11. Luego del proceso de aislamiento se obtuvieron haces de fibras cortas con un diámetro de  $0.25 \pm 0.1$  mm y distribución de longitud de  $4 \pm 1$  mm. Las fibras utilizadas corresponden a la malla 60 según ASTM E11.

### 2.2.2. Compatibilización

El proceso de compatibilización se realizó mediante tratamiento alcalino. Se preparó la solución alcalina al 5% a una temperatura constante de 30 °C mediante agitador magnético HSC provisto por VELP. Posteriormente se adicionaron las fibras, manteniendo una relación peso de fibra volumen de álcali de 1:50. Se mezclaron por 30 minutos. Luego del tratamiento alcalino, las fibras fueron neutralizadas con agua destilada de pH neutro. Finalmente las fibras fueron secadas a 105 °C hasta obtener peso constante. En la Figura 2.1, se resume el proceso para obtener y acondicionar las fibras de GAK.

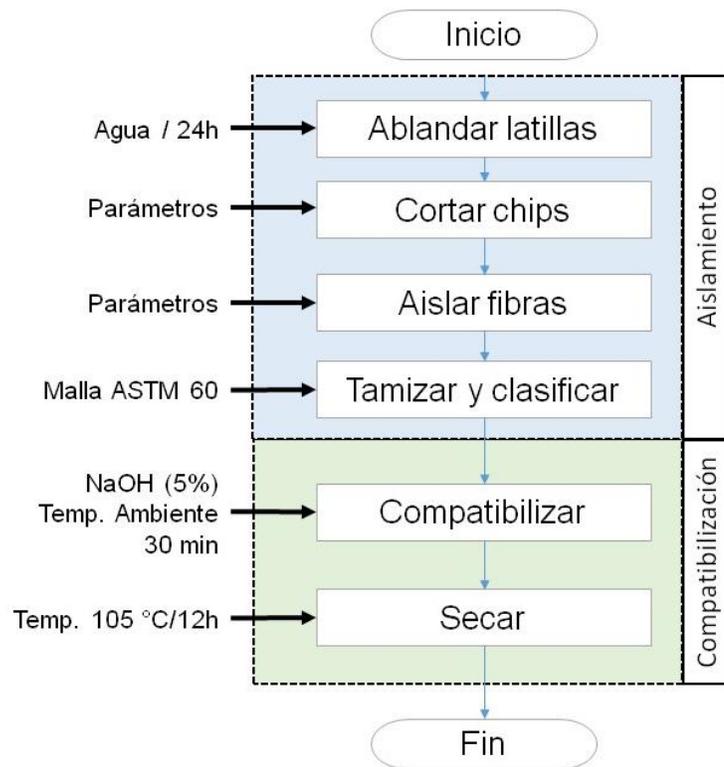


Figura 2.1 Flujograma del proceso de aislamiento y acondicionamiento de fibras de GAK

### 2.2.3. Caracterización de la materia prima

#### Determinación de elementos acuosos

El procedimiento fue realizado según ASTM D1110-84, método B (solubilidad en agua caliente). Permite determinar el porcentaje de elementos solubles en agua, principalmente taninos, gomas, azúcares, colorantes y almidones. Las fibras de GAK, fueron finamente molidas y tamizadas, pasaron malla No. 40 ( $425 \mu m$ ) y se retuvieron en malla No. 60 ( $250 \mu m$ ). 2 g de fibras secadas al aire fueron colocadas en un condensador de reflujo (soxhlet) junto con 100 mL de agua destilada, a temperatura de ebullición durante 6 horas. Posteriormente las muestras fueron secadas por 12 horas a  $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$  hasta obtener peso constante. Los datos obtenidos fueron empleados para calcular el porcentaje de acuosos.

### **Determinación de elementos no solubles en agua (orgánicos)**

El procedimiento fue realizado según ASTM D1107-96. Permite determinar el porcentaje de elementos no solubles en agua, principalmente ceras, grasas, resinas, aceites además taninos y otros componentes insolubles en éter. Las fibras de GAK, fueron finamente molidas y tamizadas, pasaron malla No. 40 ( $425 \mu m$ ) y se retuvieron en malla No. 60 ( $250 \mu m$ ). 2 g de fibras secadas al aire fueron colocadas en un aparato de reacción (soxhlet), debidamente tarado. El extractivo fue una solución de 150 mL de etanol-tolueno durante 6 a 8 horas, a temperatura de ebullición. Posteriormente las muestras fueron secadas por 12 horas a  $105 \text{ }^\circ\text{C}$  hasta obtener peso constante. Los datos obtenidos fueron empleados para calcular el porcentaje orgánicos.

### **Determinación de cenizas**

El procedimiento fue realizado según TAPPI 211 om-02. Se determinó el porcentaje de cenizas que corresponden a: productos químicos empleados en la manufactura, materiales metálicos, materiales minerales, cargas y recubrimientos presentes en muestras de madera y pulpa. Las fibras de GAK, fueron finamente molidas y tamizadas, pasaron malla No. 40 ( $425 \mu m$ ) y se retuvieron en malla No. 60 ( $250 \mu m$ ). 1 g de fibras secadas al aire fueron colocadas en un crisol estéril y con peso seco conocido. El crisol con la muestra fueron calentados en un horno de mufla hasta  $525 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$  por 60 minutos. Luego de la ignición se enfrió lentamente y se colocó en un desecador. Una vez enfriada la muestra, se registraron los pesos correspondientes. Los datos obtenidos fueron empleados para calcular el porcentaje de cenizas.

### **Porcentaje de humedad en las fibras**

El procedimiento fue realizado según ASTM D4442-07, método A (horno de secado primario). Permite determinar el contenido de humedad (MC) presente en muestras derivadas de madera (lignocelulósicas). Las fibras de GAK, fueron finamente molidas y tamizadas, pasaron malla No. 40 ( $425 \mu m$ ) y se retuvieron en malla No. 60 ( $250 \mu m$ ). 2 g de fibras secadas al aire fueron colocadas en un crisol estéril y con peso seco conocido. El crisol con la muestra fue calentado en un horno de mufla a  $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ . La prueba terminó cuando la pérdida de masa en un intervalo de 3 horas fue igual o menor al doble de la sensibilidad de la balanza (4 mg o menos). Luego del calentamiento, la muestra se enfrió lentamente y se colocó en un desecador hasta alcanzar temperatura ambiente. Una vez enfriada la muestra, se registraron los pesos correspondientes. Los datos obtenidos fueron empleados para calcular el porcentaje de cenizas.

### **Porcentaje de lignina Klason**

El procedimiento fue realizado según ASTM D1106-96. Permite determinar el porcentaje de lignina insoluble en ácido. Las fibras de GAK, fueron finamente molidas y tamizadas, pasaron malla No. 40 (425  $\mu m$ ) y se retuvieron en malla No. 60 (250  $\mu m$ ). El extractivo fue una solución de etanol (1 L) tolueno (427 mL), ácido sulfúrico (72%). Se realizó una primera hidrólisis de 0.3 g de GAK libre de extractivos con 3 mL de ácido sulfúrico en un baño a 30 °C, durante una hora con agitación permanente. La segunda hidrólisis disolvió el sistema anterior con agua destilada hasta una concentración de ácido de 4%. Luego se colocó en autoclave a 120 °C por 30 minutos. Una vez frío, a temperatura ambiente, se filtró y el residuo de lignina se lavó con agua destilada hasta pH neutro. Se secaron los residuos sólidos a 105 °C, hasta peso constante. Los datos obtenidos fueron empleados para calcular el porcentaje orgánicos.

### **Microscopía electrónica de barrido (SEM)**

La sección transversal de la caña de GAK fue analizada mediante microscopía electrónica de barrido para estudiar su morfología. Las muestras de caña fueron acondicionadas para la inclusión en parafina, mediante deshidratación de los tejidos (una hora) y ablandamiento del culmo en etanol y glicerol (1:1) a 60 °C. Se fijaron durante 24 horas en formaldehído 4%, ácido acético 6%, y 50% etanol a 4 °C. El corte transversal de la muestra se realizó mediante micrótopo manual con espesor de 5  $\mu m$ . Se prepararon slides mediante portaobjetos y se tinturaron con safranina. Las muestras embebidas fueron recubiertas con oro/paladio mediante un recubridor "sputter" de iones. Las observaciones fueron realizadas empleando un microscopio Jeol JSM 5910 LV operando a 20 kV, en modo reflexión con sensor de electrones secundarios y bajo vacío. La amplificación fue de 90x y la escala 200  $\mu m$ .

### **Análisis termogravimétrico**

La degradación térmica de la fibra de GAK fue evaluada mediante una balanza termogravimétrica TGA/SDTA 851E, provista por Mettler Toledo. Entre 5 y 10 mg de muestra fueron pesados y calentados en una atmósfera de nitrógeno con una tasa de 50 mL/min. El perfil de temperaturas fue desde temperatura ambiente hasta 900 °C, con una tasa de calentamiento de 10 °C/min. Se realizó el ensayo a las dos muestras (fibras con y sin tratamiento alcalino).

## **Análisis espectral mediante espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier**

La composición química y sus interacciones en muestras de fibras de GAK fueron analizadas mediante espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier medida en reflectancia total atenuada (ATR-FTIR). Un espectrómetro Nicolet 6700 Series fue utilizado equipado con un dispositivo de reflexión simple ATR y un diamante de cristal tipo IIA montado en carburo de tungsteno según el método descrito por Zuluaga [78]. El espectro infrarrojo fue desarrollado a  $4\text{ cm}^{-1}$  y con una resolución de 128 scans.

### **2.2.4. Obtención del compuesto termoplástico**

El material compuesto fue obtenido mediante una combinación de técnicas de moldeo por extrusión e inyección.

### **2.2.5. Extrusión**

Para la obtención de pellets del compuesto PP/GAK, se utilizó un extrusor monohusillo TeachLine E-20 T provisto por Dr. Collin. La Tabla 2.3, detalla las configuraciones empleadas para la producción del material compuesto.

*Tabla 2.3 Configuración de lotes de extrusión compuesto PP/GAK*

RUN	Fibra [% v/v]	Fibra <sup>a</sup> [% w/w]	NaOH [%]
1	20	23	0
2	30	36	0
3	40	49	0
4	20	23	5
5	30	36	5
6	40	49	5

<sup>a</sup> Fracción calculada en base a densidad de la fibra  $1.22\text{ g/cm}^3$ , densidad del PP  $0.91\text{ g/cm}^3$ .

El perfil de temperaturas fue 160, 170, 175 y 180 °C en las zonas de alimentación, compresión, dosificación y dado perfilador respectivamente. El husillo fue configurado con una velocidad de 80 rpm. Los pellets de PP fueron mezclados de forma manual con las fibras de GAK previa la alimentación en la tolva del extrusor. La tina de refrigeración fue ajustada a temperatura ambiente y se configuró la velocidad de los rodillos de alimentación del peletizador para una tasa de producción de 2 kg/h. La figura 2.2, presenta el equipo durante el procesamiento.



*Figura 2.2 Configuración del extrusor para peletizar compuesto PP/GAK*

Posterior al proceso de peletizado, los pellets fueron secados a 80 °C durante 12 horas y almacenados en desecador hasta iniciar el moldeo por inyección.

### **2.2.6. Inyección**

Se realizó un proceso de optimización del ciclo de inyección asistido por computador mediante Autodesk Moldflow®. La Figura 3.4, resume el proceso empleado. El modelo se realizó mediante un dominio 2D (Dual domain). El mallado fue realizado con 3172 elementos triangulares y 3.5 mm de separación entre nodos. El punto de inyección fue asignado de acuerdo a la configuración del molde. Los parámetros de entrada fueron la temperatura de fusión del polímero (195 °C para evitar degradación térmica de las fibras, de acuerdo al análisis mediante TGA), la temperatura del molde fue 25 °C para evitar cambios de cristalinidad. Se asignaron las propiedades del material, tanto de la matriz como del refuerzo. El control de llenado y el swich de presión se configuraron en modo automático, mientras que el control de empaquetamiento se configuró en función del porcentaje de presión de llenado vs tiempo.

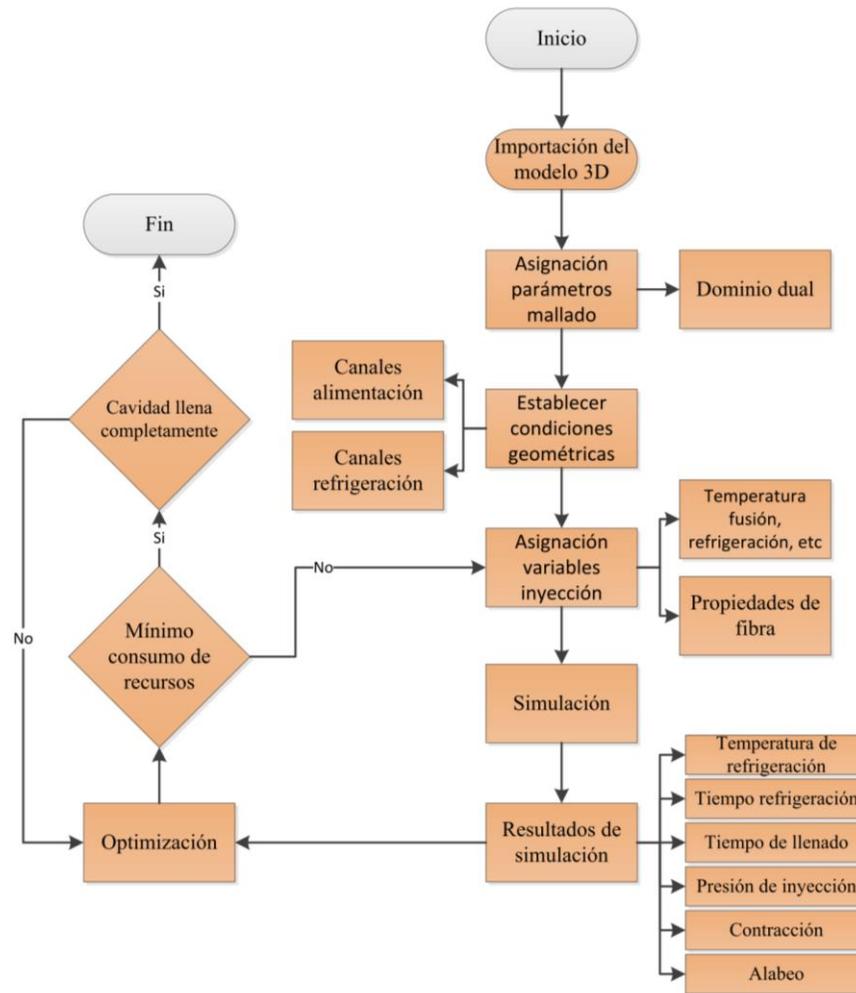


Figura 2.3 Flujograma del proceso de optimización de inyección del compuesto PP/GAK.

Además se realizó un diseño de experimentos (DOE) Taguchi, para determinar la influencia de cada variable de interés sobre un criterio de calidad del producto inyectado (esfuerzo de cizallamiento). Se analizaron tres factores a tres niveles. La Tabla 2.5, resume los parámetros del diseño experimental.

Tabla 2.4 Factores y niveles empleados en el diseño de experimentos.

Factor	Nivel		
	Mínimo	Medio	Máximo
Temperatura de fusión [°C]	190.0	194.5	199.0
Tiempo de inyección [s]	1.0	2.6	4.2
Swich de llenado [%]	66.0	82.5	99.0

La variable de salida (de calidad) fue el esfuerzo de cizallamiento para evaluar el estado de orientación de las fibras.

A partir de los parámetros optimizados, se inyectaron los pellets de PP/GAK, para obtener probetas de ensayo multipropósito ISO tipo B 527. La máquina empleada fue una inyectora Dr. Boy 35 E, provista por Dr. Boy Dr. GmbH. En la Tabla 2.5, se resumen los principales parámetros configurados en la máquina.

Tabla 2.5 Parámetros de inyección probetas de PP/GAK

Parámetro	Valor
Temperatura de inyección [°C]	195
Tiempo de inyección [s]	1.3
Presión de inyección [MPa]	20
Presión de empaquetamiento [%]	80
Tiempo de empaquetamiento [s]	13
Temperatura de molde [°C]	25
Tiempo de enfriamiento [s]	30

El perfil de temperaturas fue 185 °C, 185 °C, 185 °C, 190 °C y 195 °C; desde la zona de alimentación hasta la boquilla de inyección respectivamente.

### Molde de inyección

El molde empleado fue provisto por Axxicon en acuerdo con la norma ASTM D3641 sobre probetas termoplásticas inyectadas. El molde fue de cuatro cavidades y dotado de llave de cierre que permite seleccionar el número de cavidades a inyectar. La Figura 2.3, muestra un detalle de la probeta ISO tipo B.

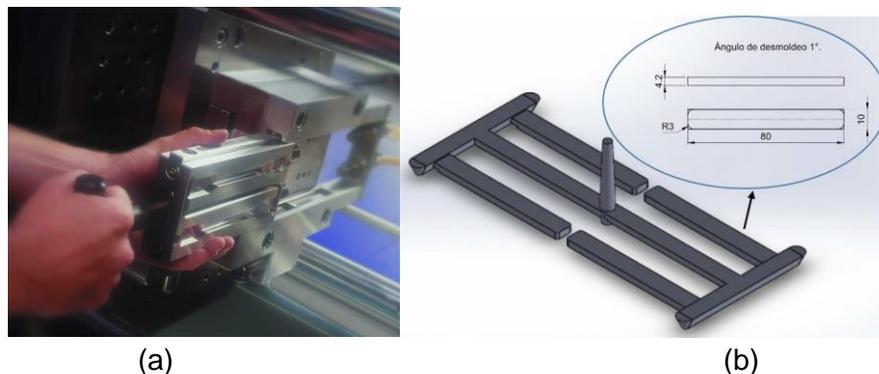


Figura 2.4 Molde de inyección a) detalle del molde, b) detalle de probeta ISO -B- 527

## 2.2.7. Análisis mediante procesamiento de imágenes

### Preparación de muestras para procesamiento por imágenes

Las probetas fueron obtenidas mediante procesos de corte, embebido, desbaste y pulido espejo. El procedimiento fue desarrollado en el compuesto PP/GAK. Las muestras seleccionadas para el estudio fueron 20 y 30 % v/v de fibras. En la Figura 2.4, se presenta el flujograma del proceso de obtención de muestras para análisis de imágenes.

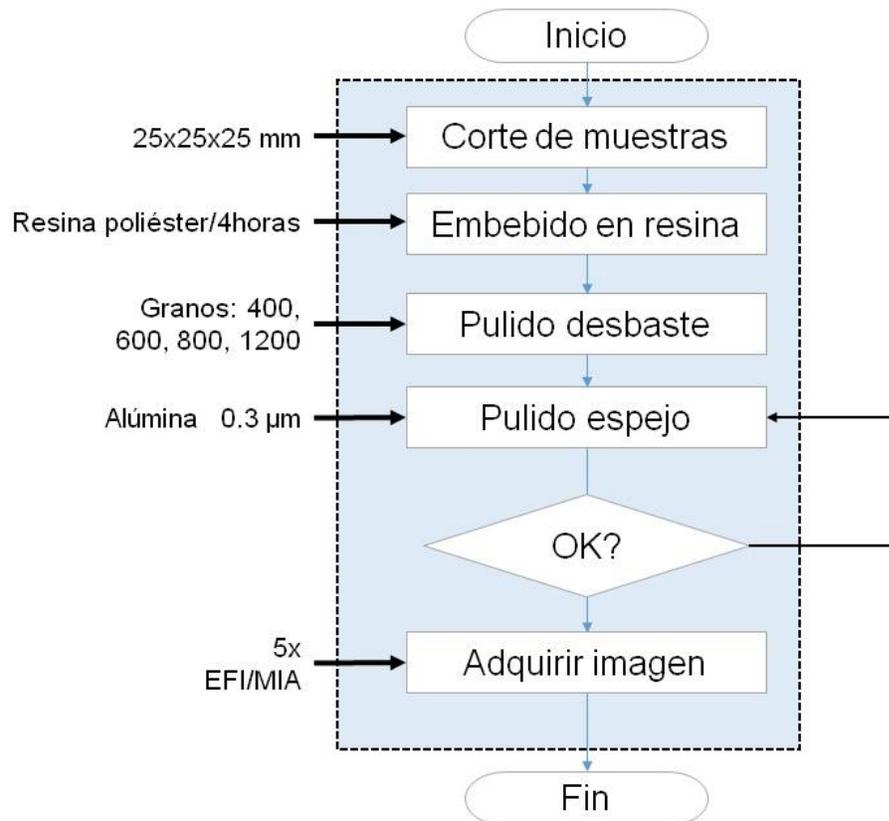


Figura 2.5 Flujograma del proceso de obtención de muestras para análisis de imágenes

El corte se realizó mediante una cortadora metalográfica de disco MEGA-M250 suministrada por PACE TECHNOLOGIES. Se emplearon discos de corte MAXCUT-A Blade, suministrado por PACE TECHNOLOGIES. Abundante refrigerante fue utilizado para evitar calentamiento y distorsión de la matriz polimérica. Se aislaron muestras de tres zonas en cada probeta. Las zonas fueron tomadas a lo largo de la dirección de flujo y medidas desde la entrada de inyección: zona A (a 10mm, cerca de la entrada), zona B (a 40mm, en la región de flujo desarrollado) y zona C (a 70mm, en la región de frente de flujo).

El embebido se realizó mediante un utillaje de fabricación propia para garantizar alineación de la probeta. El cuerpo fue cubierto con resina poliéster insaturada y se dejó curar por 4 horas. Las dimensiones finales de la muestra fueron  $25 \times 25 \times 25 \pm 0.5\text{mm}$ .

Para el desbaste y pulido espejo se utilizó la metodología propuesta por Vélez-García [39]. Un pulidor automático NANO 1000T/FEMTO 110 Polishing Head, provisto por PACE TECHNOLOGIES fue utilizado. En esta etapa se obtuvieron tres muestras diferentes en cada zona a lo largo del espesor de la probeta, denominados: +1 (profundidad= 1mm), 0 (profundidad = 2mm) y -1 (profundidad =3mm). La Figura 2.6, detalla las muestras extraídas de cada probeta. En total se aislaron y prepararon 36 muestras.

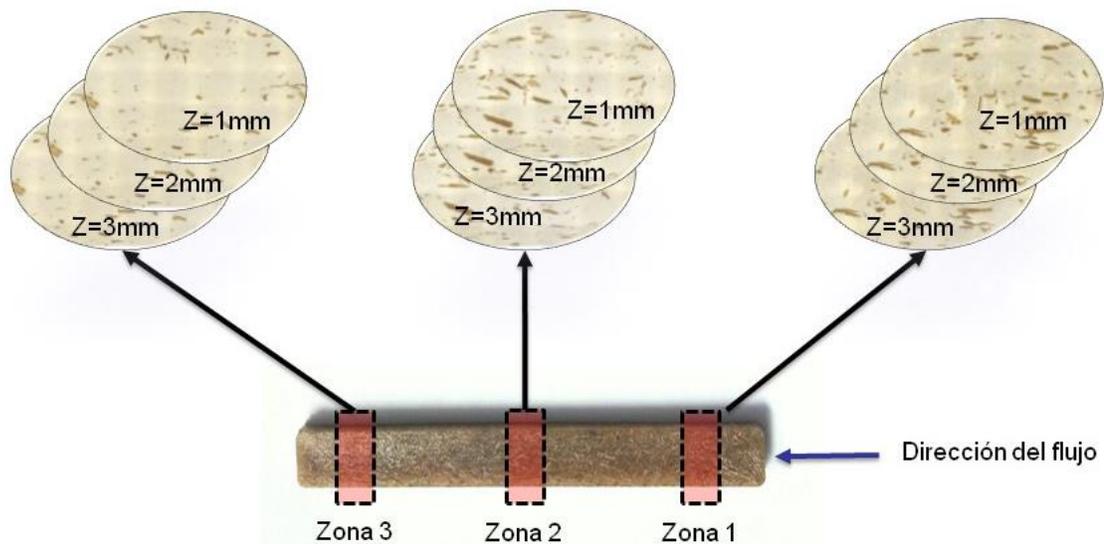


Figura 2.6 Detalle del seccionamiento de muestras. a) a lo largo de la dirección de flujo, zonas A, B y C, b) a través de la sección transversal +1, 0 y -1.

La etapa de pulido espejo se realizó con paños ATLANTIS Polishing Cloth, provisto por PACE TECHNOLOGIES. Pasta de alúmina  $0.3 \mu\text{m}$  de alta viscosidad provista por PACE TECHNOLOGIES fue empleada. La Tabla 2.5 resume los parámetros empleados para el pulido de las muestras.

Tabla 2.6 Parámetros empleados en el proceso de desbaste y pulido espejo

Fase	Equipo	Abrasivo [No grano]	Abrasivo [ $\mu\text{m}$ ]	Intervalo rotación a $90^\circ$ [s]	Velocidad [rpm]	Fuerza vertical [N]
Desbaste 1	BMH	400	23	10	--	--
Desbaste 2	BMH	600	16	10	--	--
Desbaste 3	BMH	800	12.6	30	--	--
Pulido 1	DAH	1200	8	30	350	--
Pulido espejo	DPH	Alúmina	0.3	30	100	30

BMH= Banda manual de pulido húmeda.

DAH= Disco abrasivo húmedo.

DPH= Disco de pulido húmedo.

### Adquisición de imágenes

Las imágenes fueron capturadas mediante microscopía óptica de reflexión. Un microscopio BX51M y una cámara digital DP 72, provistos por Olympus fueron utilizados para obtener imágenes de alta calidad. El objetivo fue 5x y la escala 1mm. Para el pre-procesamiento de las imágenes se empleó el software Stream Essentials ® suministrado por Olympus. Para obtener un campo completo de la muestra se realizó una adquisición de imágenes combinada (MIA), que permite realizar capturas individuales de posiciones adyacentes de la muestra y posteriormente se combinan en una sola imagen. Se utilizaron 30 imágenes individuales para construir una imagen de campo completo. Para mejorar el enfoque, se utilizó la herramienta imagen de foco extendido (EFI), que permite capturar imágenes con diferente profundidad de foco y fusionarlas en una sola imagen de alta calidad.

### Procesamiento de imágenes

El procesamiento de imágenes (pre-procesamiento y extracción de atributos) se realizó mediante el software Stream Essentials ® suministrado por Olympus. Además se creó una macro que permita automatizar el proceso. La Figura 2.6, presenta un flujograma del procesamiento de las imágenes.

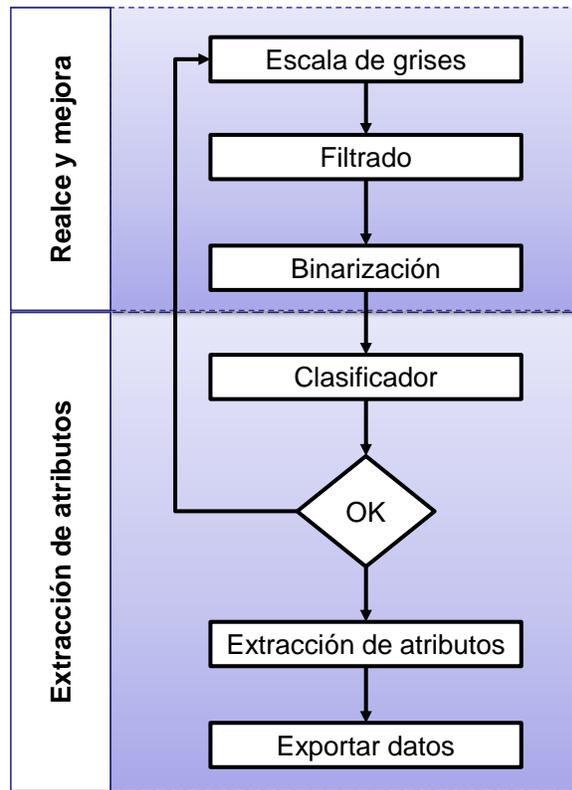


Figura 2.7 Flujograma del procesamiento de imágenes

La imagen a colores del esquema RGB, se convirtió en una imagen de un solo canal (gris) de 8 bits. El filtrado de la imagen se realizó mediante la función Rank (un tipo de filtro de suavizado) para eliminar marcas cercanas a las fibras. El tamaño se fijó en 11 píxeles y el orden en 50. La binarización se realizó estableciendo previamente un umbral para el canal gris con un mínimo de 62 y un máximo de 180. Este umbral permitió aislar a las fibras de la matriz.

### Extracción de atributos

Se realizó un proceso de clasificación de fibras para identificar aquellas que cumplen con las condiciones morfológicas y geométricas. Se aplicó el criterio de clasificación por relación de aspecto. El umbral asignado fue mínimo 2.5 y máximo 80. Estos valores están de acuerdo al proceso de tamizado de fibras (diámetro de  $0.25 \pm 0.1$  mm y distribución de longitud de  $4 \pm 1$  mm). Finalmente se realizó la medición automática del ángulo de orientación con respecto a la dirección de flujo de cada fibra clasificada dentro del umbral de relación de aspecto. Los resultados fueron exportados a una hoja de cálculo para el análisis posterior.

## Post-procesamiento

La determinación del estado de orientación de fibras mediante el tensor de orientación planar fue realizado mediante un script programado en Matlab 2012 ®. El mismo lee el reporte generado por el procesador de imágenes y calcula el tensor de orientación para la totalidad de fibras dentro de la región de interés (ROI). A partir del tensor de orientación, se calcula el ángulo preferente y los eigen valores para establecer el parámetro de orientación.

### 2.2.8. DOE factorial reducido

Si se establece un acuerdo entre los datos experimentales y las simulaciones, se propone realizar un diseño de experimentos para evaluar el factor de procesamiento que influye significativamente sobre la orientación de las fibras. Se realizará un DOE factorial reducido, tipo  $(3^{k-p})$ , donde k son los factores y p el factor de simplificación. Se trabajará con cuatro factores a tres niveles (alto, medio, bajo). La Tabla 2.7, esquematiza la configuración del diseño. Los valores de cada nivel serán establecidos en función de los resultados de la fase de optimización. La variable de respuesta será el componente  $a_{11}$  del tensor de orientación de segundo orden.

Tabla 2.7 Configuración del DOE.

Factor	Nivel		
	Alto	Medio	Bajo
Presión de inyección [Mpa]	x	x	x
Tiempo de inyección [s]	x	x	x
Switch presión sostenimiento [%]	x	x	x
Tiempo de enfriamiento [s]	x	x	x

### 2.2.9. Análisis de errores

Finalmente se realizará un análisis de errores de medición del sistema de procesamiento de imágenes para determinar la pertinencia de sus resultados. Se emplearán patrones con diferentes estados de orientación conocidos (orientado, aleatorio y perpendicular) y se compararán el tensor de orientación y la distribución de frecuencias de orientación.

## Capítulo 3

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Caracterización de las fibras vegetales

##### 3.1.1. Composición química

En la Tabla 3.1, se resumen los resultados de la composición química de las fibras de GAK.

*Tabla 3.1 Composición química de fibras de GAK*

Compuesto	Contenido [% w/w] <sup>A</sup>	Desv.	Norma
Lignina Klason	23.20	2.02	ASTM D 1106-96
Extractivos acuosos	4.63	0.70	ASTM D 1110-84
Extractivos orgánicos	6.52	1.40	ASTM D1107-96
Cenizas	3.84	0.12	TAPPI T211 om-02
Humedad	7.08	1.17	ASTM D 4442-07

<sup>A</sup> Porcentajes calculados en base seca.

La composición química está en el rango de las especies de bambú reportadas por la literatura [79]–[82]. El contenido de lignina es alto, lo que dificulta el proceso de aislamiento de fibras, requiriendo mayor severidad en los procesos extractivos (mecánicos, térmicos o químicos). Los extractivos están presentes en cantidades menores lo que representa una ventaja ya que se consideran como impurezas al combinarlos con matrices termoplásticas y no aportan propiedades estructurales a la fibra. En la Figura 3.1, se presenta el espectro FTIR de las fibras de GAK y en la Tabla 3.2, se detallan los grupos funcionales.

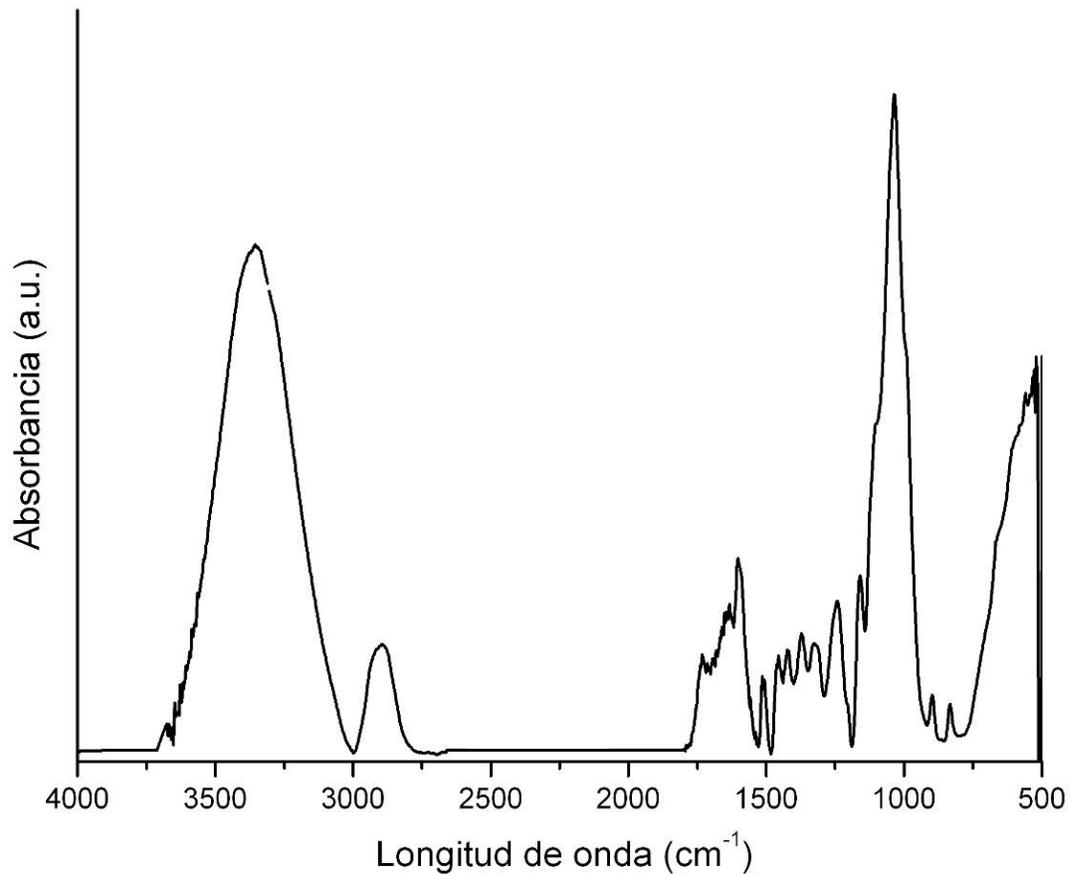


Figura 3.1 Espectro FTIR de haces fibrosos de GAK sin tratamiento.

El espectro es dominado por las bandas a 3400 cm<sup>-1</sup> (extensión de O-H en celulosa) y 1060 cm<sup>-1</sup> (elongación C-O en la hemicelulosa y celulosa). La banda de 1640 cm<sup>-1</sup> evidencia la absorción de agua. La banda de 1732 cm<sup>-1</sup> muestra enlaces de C=O de hemicelulosa. La absorbancia a 1510 cm<sup>-1</sup> indica la presencia de anillos aromáticos C=C de lignina. El espectro concuerda con los reportados en la literatura para fibras lignocelulósicas [7], [20], [78]–[80], [83]–[85]

Tabla 3.2 Principales bandas infrarrojas observadas en haces fibrosos de GAK sin tratamiento.

Banda [cm <sup>-1</sup> ]	Grupo funcional	Fuente
3400	O-H	Celulosa y lignina
2893	C-H (elongación simétrica)	Lignina y ceras
1732	Grupo éster C=O (elongación simétrica)	Hemicelulosa
1640	H <sub>2</sub> O absorbida	Agua
1510	C=C anillo aromático (elongación simétrica)	Lignina
1460	C-H	Celulosa y lignina
1420	Deformación de grupos C=H vibración aromática	Pectinas, ligninas, hemicelulosas
1335	C-O anillo alifático	Celulosa
1242	Deformación de grupos acetilo (xilanos)	Lignina
1060	C-O-C (elongación antisimétrica)	Celulosa y hemicelulosa
896	Vibración de enlaces glucosídicos	Polisacáridos
667	C-OH de deformación	Celulosa

### 3.1.2. Degradación térmica

La estabilidad térmica de las fibras de GAK, fue analizada mediante termogravimetría TGA. Es importante definir los límites de temperatura para la transformación del compuesto polimérico. Las muestras fueron degradadas en una atmósfera de nitrógeno desde temperatura ambiente hasta 900 °C. La Figura 3.2, muestra el comportamiento térmico de las fibras de GAK.

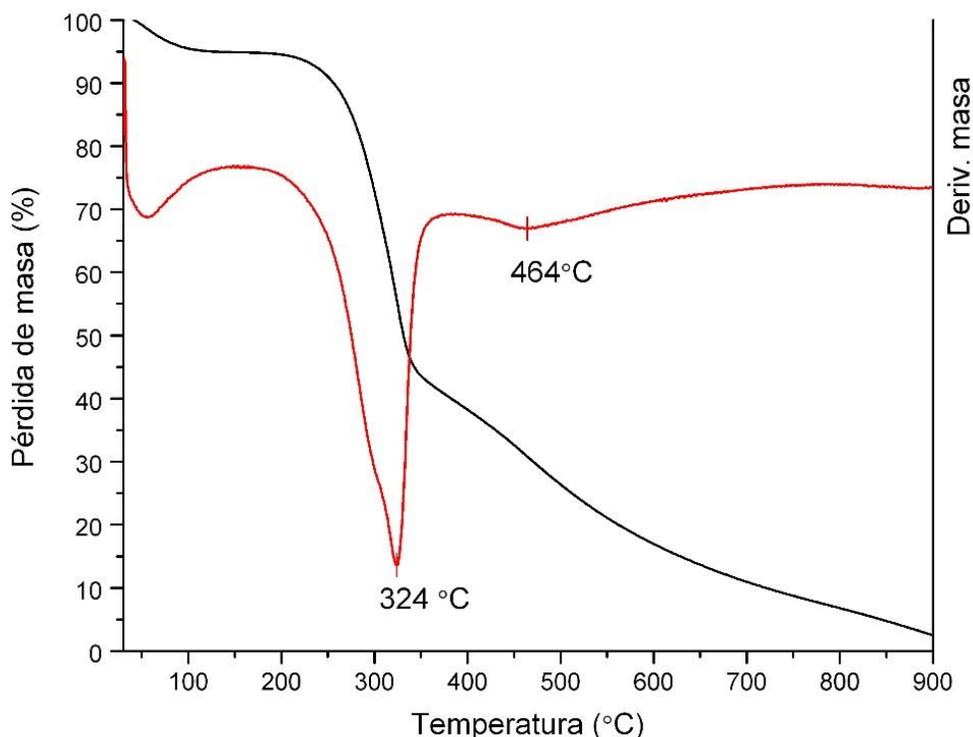


Figura 3.2 Análisis térmico de haz fibroso de GAK. Línea negra (TGA), línea roja (DTGA).

La muestra perdió el 7.8% de masa hasta 120 °C, que corresponde a la evaporación y remoción de agua libre y otros elementos volátiles. El valor confirma la determinación del porcentaje de humedad (7.08 %), mediante ASTM D 4442-07. Se observó la degradación de la celulosa que inicia a los 197 °C y tiene su máximo a los 324 °C, es una acción combinada de descomposición de celulosa y hemicelulosa que representan un 53% de la masa total de la fibra. Este valor está de acuerdo con los valores de celulosa y hemicelulosa reportados por la literatura para fibras de guadua [79], [82], [86], [87]. Dado el alto contenido de celulosa las propiedades mecánicas de la fibra son de interés en el campo de los compuesto poliméricos. Se observó un hombro pequeño y ancho de descomposición de la lignina que llega hasta 600 °C con un pico a 464 °C. La pérdida de masa alcanzó el 20%, este valor está cerca del porcentaje de lignina (23.2%) determinado mediante ASTM D 1106-96. La masa residual a 900 °C fue de 3.5%, lo que coincide con el análisis de cenizas (3.84) mediante TAPPI T211 om-02 y que está asociado a residuos de la pirolisis de lignina, celulosa, hemicelulosa y minerales propios de la planta.

### Comparación entre GAK nativa y GAK tratada con sosa

La Figura 3.3, muestra una comparación del comportamiento térmico de las fibras de GAK sometidas a tratamiento alcalino al 5% y fibras sin tratamiento.

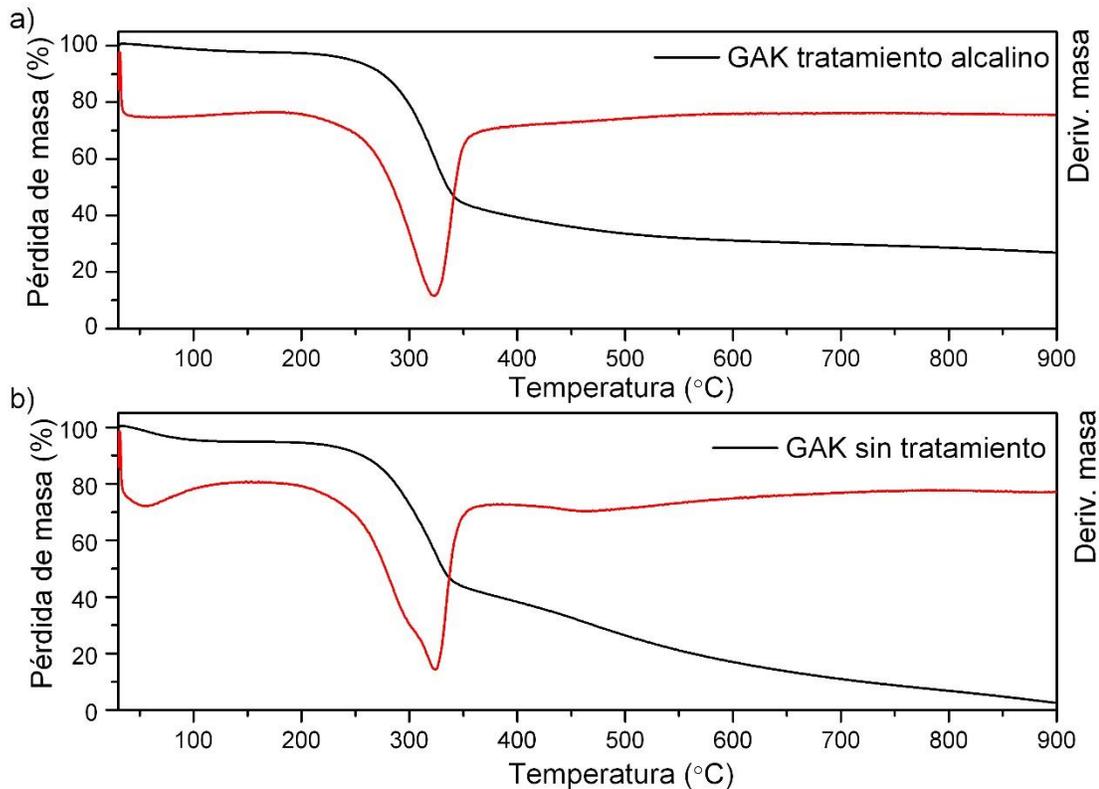


Figura 3.3 TGA fibras de GAK, a) fibras con tratamiento alcalino 5%, b) fibras sin tratamiento.

La muestra tratada (5% NaOH), perdió el 1.7% de masa hasta 120 °C. Se necesitó mayor energía para liberar la humedad, este efecto está asociado con el aumento de la cristalinidad en las fibras tratadas con álcalis según lo reporta Das et al. [88]. El contenido de humedad fue mucho menor que el de la fibra sin tratamiento y corresponde a la remoción de materiales sensibles al álcalis y que poseen sitios activos de absorción de humedad. Es evidente la reducción de elementos no estructurales tales como almidones, ceras, grasas y algunas proteínas (se presentó una mínima pérdida de masa de 2.6% a 200 °C). Este resultado está asociado con la efectividad del tratamiento alcalino. La reducción de masa por descomposición de celulosa y hemicelulosa fue menor que la fibra sin tratar a pesar de presentar picos similares. No se observó el hombro de descomposición de la lignina. La masa residual a 900 °C fue de 27%, evidenciando mayor estabilidad térmica que la fibra nativa, Das et al. [88] atribuyeron este incremento a la formación de un complejo lignina-celulosa que vuelve más estable a la fibra tratada y por tanto incrementa su masa residual.

### 3.1.3. Morfología de los haces fibrosos de GAK

Un corte transversal del internodo (tomado del culmo) de la planta de GAK (Figura 3.4 a), reveló una distribución heterogénea en tamaño, concentración y forma de los haces vasculares. Los haces de fibras son más pequeños y densos en el exterior de la caña comparados con la parte interior del culmo (Figura 3.4 b). Los elementos conductivos (floema y metaxilema) son los encargados del transporte de agua y nutrientes (Figura 3.4 c), mientras que los haces fibrosos que son fuertemente lignificados son los encargados de la resistencia de la planta y de sus fibras [80], [89]. Por lo tanto el desarrollo de mayor cantidad de haces fibrosos en la parte externa garantiza rigidez y resistencia al culmo de GAK.

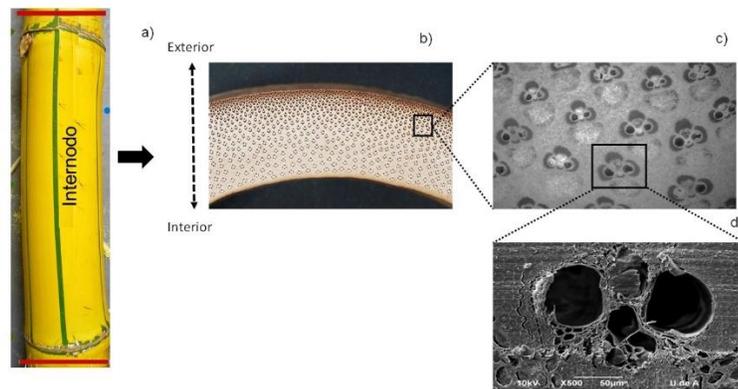


Figura 3.4 Estructura de la distribución de fibras GAK. a) internodo del culmo, b) sección transversal del internodo, c) distribución de haces fibrosos y d) haz vascular.

La distribución porcentual de tejidos en el culmo está compuesta por 52% de células de parénquima, un 40% de fibras y un 8% de tejido conductivo (Figura 3.5 a). Las mediciones del diámetro y espesor de pared de las fibras elementales de GAK (diámetro  $17 \mu m$  y espesor de pared  $5 \mu m$ ) señalan que es posible su empleo como material estructural ya que estos dos parámetros tienen gran impacto sobre sus propiedades físicas y mecánicas [80], [81]. En la Figura 3.5 b, se observa un detalle de las fibras elementales (FE), las zonas de medición del diámetro de fibra (DF) y del espesor de pared celular (PC). La Figura 3.5 c, muestra en detalle el tejido parenquimatoso con su forma poliédrica y espesor de pared reducido ya que su función en la planta es de almacenamiento, tal como lo reporta Zuluaga [78] para el caso de raquis de banano, ratán y caña de azúcar.

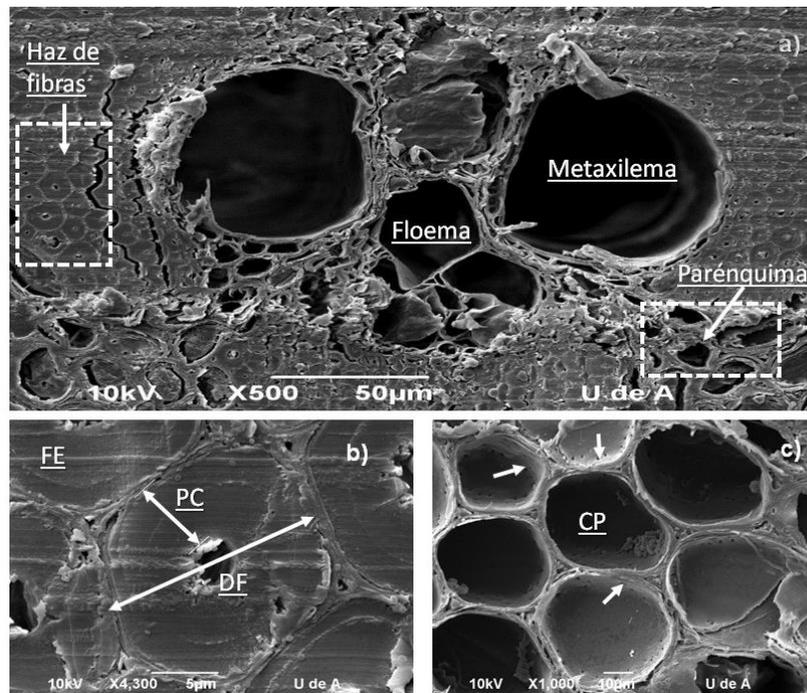


Figura 3.5 Micrográficas SEM de la sección transversal del culmo de GAK, a) haces vasculares de GAK, b) fibras elementales, c) células de parénquima.

## 3.2. Obtención del compuesto polimérico

### 3.2.1. Optimización de factores de inyección

Una vez elaborados los pellets de PP/GAK, se realizó un proceso de optimización de los principales parámetros de inyección: tiempo de llenado, presión de inyección, tiempo de enfriamiento, fuerza de cierre y switch de presión. En base a las características de la inyectora utilizada (Dr. Boy E 35) y a criterios de calidad del producto inyectado, se fijaron ciertas restricciones. La Tabla 3.3, resume los valores fijados para las restricciones.

Tabla 3.3 Valores fijados como restricción en el proceso de optimización de inyección.

Restricción	Valor	Motivo
$\Delta T$ en la cavidad [°C]	<10	Llenado uniforme
Contracción volumétrica [%]	8-14	Calidad dimensional del producto
Fuerza cierre molde [ton]	<35	Capacidad máquina
Fracción sólida para expulsión [%]	>80	Calidad superficial del producto
$\Delta T$ refrigerante [°C]	<3	Calidad de product (alabeo)
$\Delta T$ placas de moldeo [°C]	<5	Calidad de product (alabeo)

Se corrieron varias rutinas de optimización para afinar los parámetros seleccionados. Se inició con una optimización del tiempo de llenado (Fill time), luego se optimizó la etapa de empaquetamiento (Flow + Pack + Cool), a continuación se optimizó el proceso de refrigeración (Flow + Pack + Cool), finalmente con los mejores valores de las fases anteriores se optimizó la etapa de solidificación del producto (Flow + Pack + Cool + Warp). La Tabla 3.4, resume los factores optimizados de inyección y sus valores.

Tabla 3.4 Factores optimizados para inyección de compuesto PP/GAK.

Factor	Valor optimizado
Tiempo de inyección [s]	1.339
Presión de inyección [MPa]	18.24
Tiempo de solidificación [s]	30.00
Temperatura del refrigerante [°C]	25.00
Fuerza de cierre [ton]	20.37
Switch de presión de mantenimiento [%]	80

La Figura 3.6, presenta los reportes de optimización de cada factor.

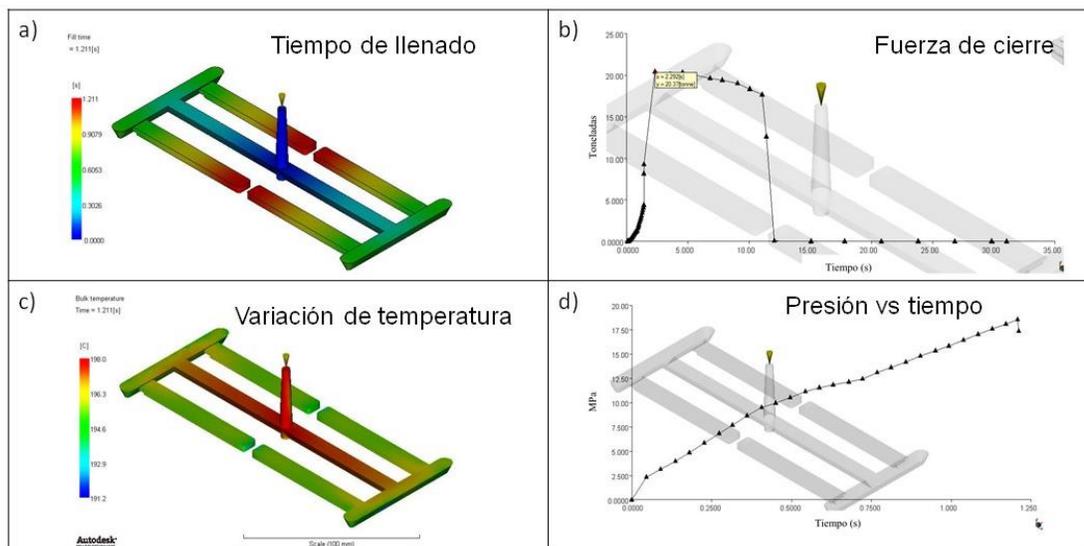


Figura 3.6 Reporte de ciclo de inyección optimizado.

### 3.2.2. Diseño de experimentos de efectos sobre esfuerzo de cizallamiento

La Tabla 3.5, resume los resultados del diseño de experimentos realizado para determinar el factor de mayor influencia sobre el esfuerzo de cizalla. El tiempo de inyección (relacionado con la velocidad de inyección) fue el factor más influyente sobre el desarrollo del esfuerzo de cizalla dentro de la cavidad de moldeo, tal como lo reportan [38], [41]. Los demás parámetros tienen impacto sobre la duración del ciclo de inyección pero no sobre el esfuerzo de cizalla ni sobre la orientación de las fibras.

Tabla 3.5 Reporte DOE. Influencia de factores de inyección sobre el esfuerzo cortante.

Factor	Influencia sobre esfuerzo de cizalla [%]
Tiempo de inyección	90.53
Temperatura de fusión	9.20
Switch de presión	0.27

Luego del proceso de optimización se configuró la máquina de inyección para obtener las probetas con el compuesto polimérico PP/GAK. La Figura 3.7, muestra las probetas obtenidas.

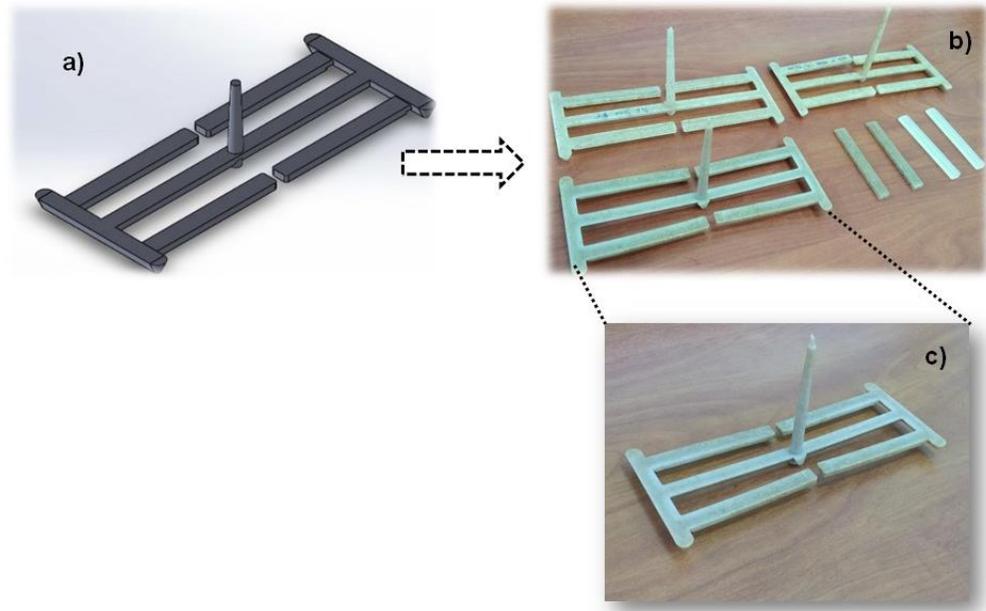


Figura 3.7 Probetas ISO-B-527, inyectadas en PP/GAK. a) producto modelado CAD, b) configuraciones 20 y 30 % v/v, c) detalle de producto.

### 3.3. Procesamiento digital de imágenes

#### 3.3.1. Preparación de las muestras

Debido a la morfología de las fibras (no corresponden a cilindros perfectos) no fue posible utilizar el MoE, ya que produciría una identificación errónea de la orientación de cada fibra. Las fibras naturales, en general, presentan secciones transversales muy irregulares, muchas fibras pueden coincidir con una sección elíptica, lo cual sería identificado erróneamente como una fibra inclinada con respecto a la dirección de flujo. La Figura 3.8, muestra una sección transversal a la dirección de flujo del compuesto PP/GAK. Varios haces de fibras tienen sección cuasi-elíptica a pesar de estar orientados en la dirección del flujo. Si se aplica el MoE, éstas fibras serían consideradas como inclinadas cuando en realidad no lo están.

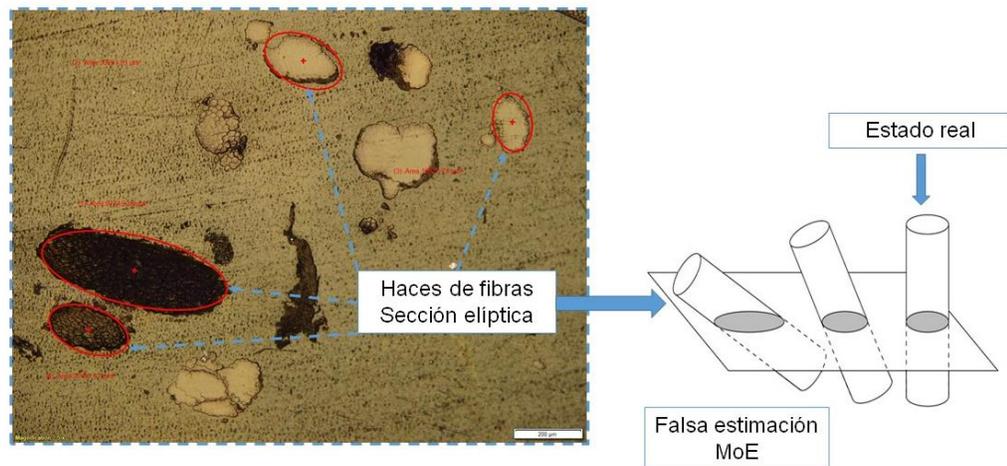


Figura 3.8 Microfotografía de varios haces de fibras de GAK. Sección elíptica de fibras alineadas.

Para solventar esta dificultad inherente a las fibras naturales, se optó por realizar un análisis planar de la orientación. Con éste método fue posible representar de forma exacta la orientación de cada fibra dentro de la región de interés. Para tener una representación de la totalidad del producto inyectado, se aislaron nueve muestras de cada probeta, las mismas correspondían a la región de flujo completamente desarrollado y se tomaron a diferentes profundidades. El plano  $xy$  fue seleccionado para realizar los cortes a lo largo de la dirección de flujo, como se indica en la Figura 3.9.



Figura 3.9 Fotomicrografía de sección de análisis a través del plano x-y. Se observan las fibras en su totalidad.

Las muestras fueron aisladas de las probetas ISO-B-527. Se analizaron cuatro probetas (dos a 30 % v/v de GAK y dos a 40 % v/v de GAK). De cada probeta se aislaron nueve secciones (según se detalló en la Figura 2.5).

Tabla 3.6 Resultados del proceso de preparación metalográfica de las muestras.

Fase	Abrasivo [No grano]	Tiempo [min]	Observaciones	Resultado
Desbaste 1	400	20	Desbastar entre 1 y 2 mm. Dejar sobremedida de 0.5 mm	
Desbaste 2	600	10	Dejar sobremedida de 0.3 mm.	
Desbaste 3	800	10	Se distinguen las fibras de la matriz. Dejar sobremedida de 0.1	
Pulido 1	1200	10	Reducir huellas de la matriz. Dejar sobremedida de 0.05	
Pulido espejo	Alúmina (0.3 µm)	10	Profundidad de referencia. Gran definición de bordes y contraste.	

Las 36 muestras fueron preparadas con los parámetros descritos en la Tabla 2.6. La Tabla 3.6, muestra los resultados del proceso de desbaste y pulido metalográfico empleado. Para garantizar la profundidad deseada en cada etapa de pulido, se realizaron mediciones con micrómetro (la tolerancia admitida fue  $\pm 0.01\text{mm}$ ).

### 3.3.2. Adquisición de imágenes

La adquisición de imágenes fue realizada con una iluminación constante para todas las muestras. La literatura reporta el uso de objetivos de magnificación de 20x para el trabajo con fibras de vidrio (diámetro 20 veces menor que las fibras de GAK) [39], [65], [90]. Para el caso de estudio, se utilizó un objetivo de 5x, el cual ofreció suficiente resolución para reducir errores relacionados con la pixelación de la imagen. Para obtener un campo completo de la muestra se realizó una adquisición de imágenes combinada (MIA), que permite realizar capturas individuales de posiciones adyacentes de la muestra y posteriormente se combinaron en una sola imagen. Se utilizaron 30 imágenes individuales (Figura 3.10 b) para construir una imagen de campo completo (Figura 3.10 c).

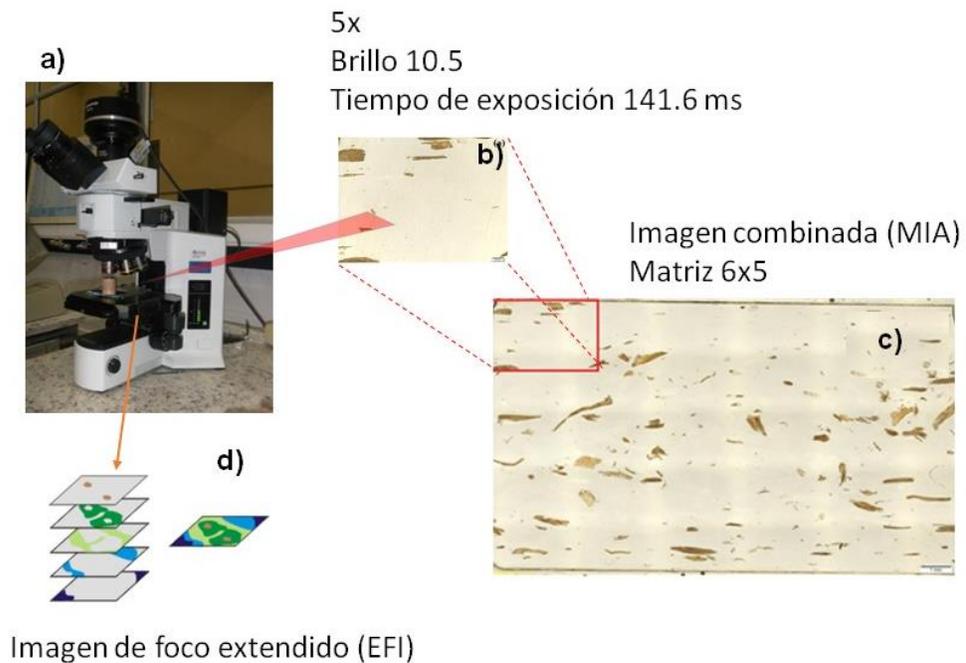
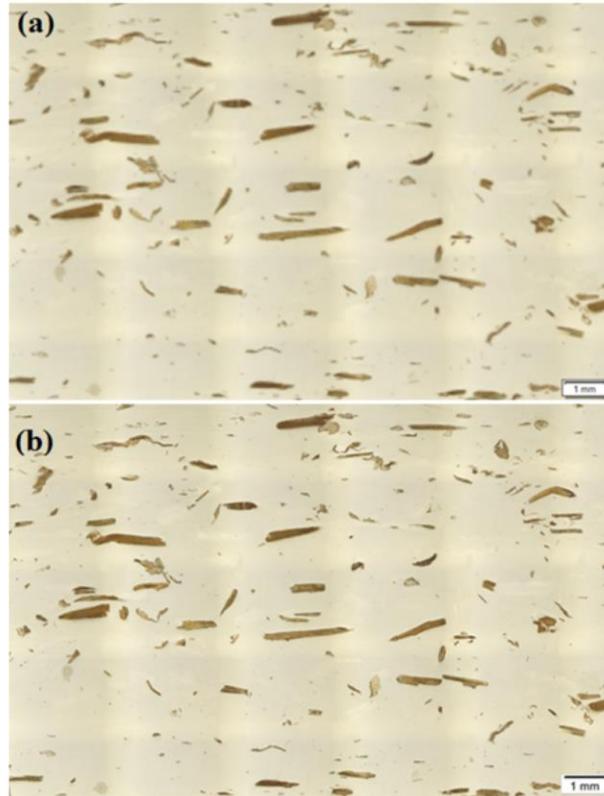


Figura 3.10 Adquisición de imagen de compuesto PP/GAK. a) microscopio con muestra, b) campo reducido, c) campo completo de la muestra mediante herramienta MIA, d) principio del modo EFI.

Para mejorar el enfoque, se utilizaron herramientas de autoenfoco e imagen de foco extendido (EFI), que permitió capturar imágenes con diferente profundidad de foco y fusionarlas en una sola imagen de alta calidad. La Figura 3.11, muestra el efecto de la imagen con foco extendido.



*Figura 3.11 Efecto de imagen con foco extendido. a) captura estándar, b) captura con EFI. Objetivo 5x, escala 1mm.*

Se procedió a la captura de las diferentes secciones de las probetas en las mismas condiciones descritas anteriormente. La Figura 3.12, muestra las microfotografías tomadas a dos probetas de compuesto PP/GAK con el 30% v/v de fibras en la zona 2 (de flujo completamente desarrollado).

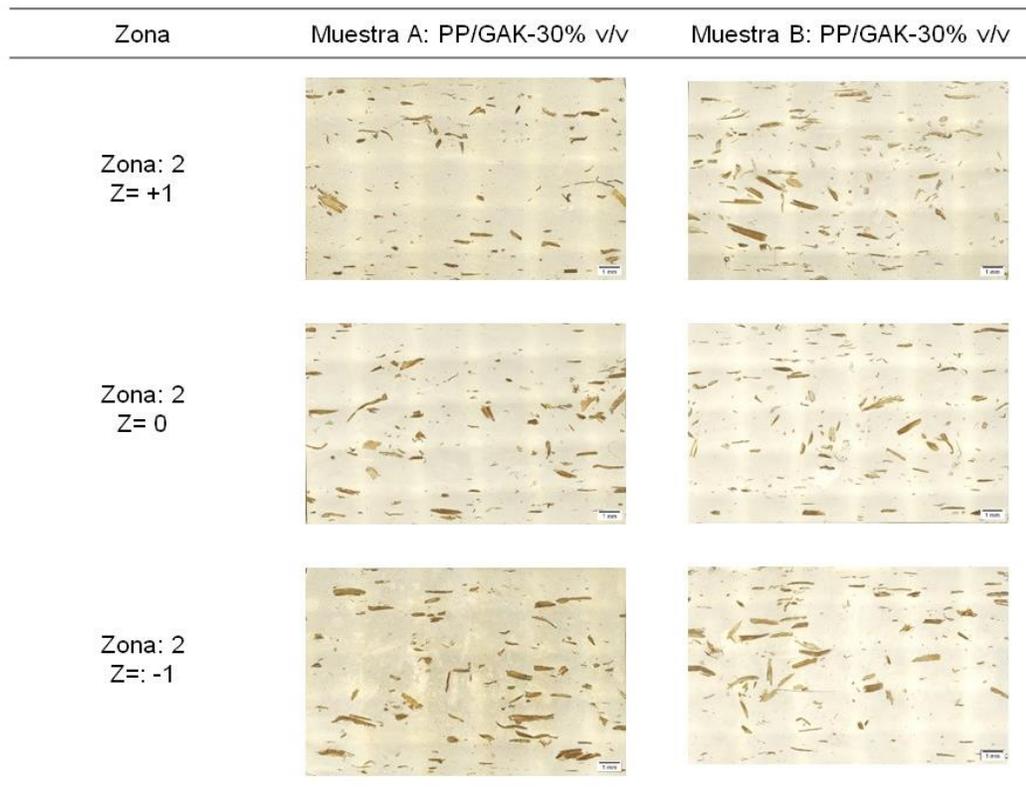


Figura 3.12 Microfotografías (5x) de muestras probeta A (izquierda) y probeta B (derecha). Compuesto polimérico PP/GAK 30% v/v en la zona 2.

### 3.3.3. Realce y mejora

Para un correcto procesamiento de la imagen, es necesario elevar la calidad de la misma tanto en limpieza (filtrado de objetos no deseados), iluminación y color. Para tal efecto se programó una macro que automatizó todo el proceso de realce y mejora de la imagen. En base al flujograma presentado en la Figura 2.6, se inició realizando una conversión de color a escala de grises dado que facilita la distinción entre las fases (matriz y fibras). En la Figura 3.13, se observa la remoción de partículas indeseables.

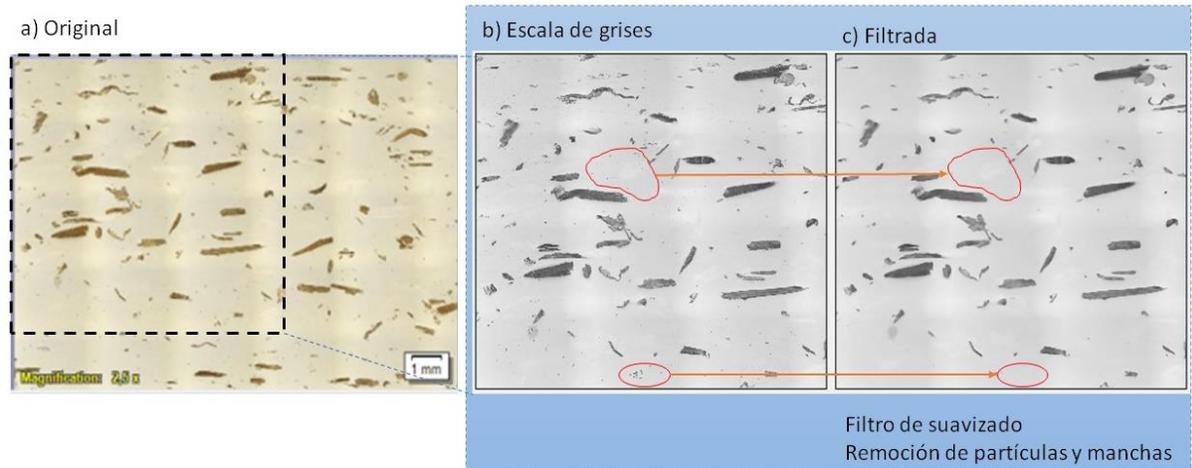


Figura 3.13 Aplicación de realces y mejoras a la imagen, a) imagen original 5x, b) conversión a escala de grises, c) filtro de suavizado.

Como siguiente paso, se realizó el proceso de binarización de la imagen. Esta etapa es de gran importancia ya que permite distinguir completamente entre fases (matriz y fibra) para el post-procesamiento. La correcta selección del umbral para cada fase es fundamental. Se definió el umbral para gris (mín. 62 y máx. 189). La Figura 3.14, muestra el resultado del proceso de binarización empleado.

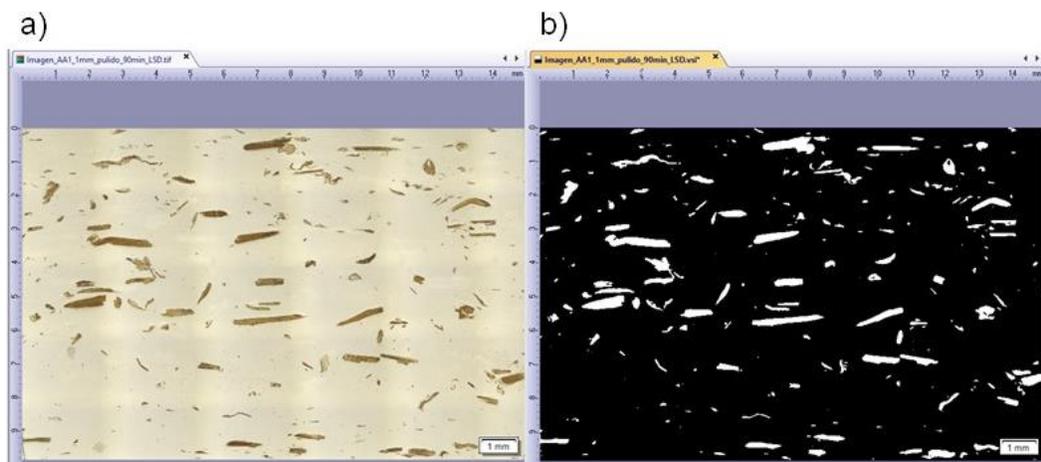
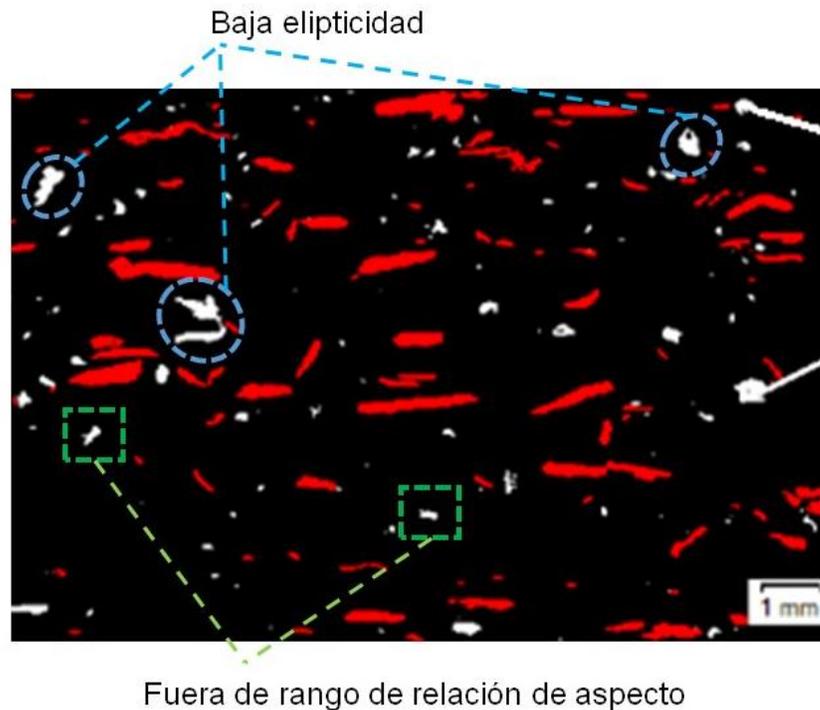


Figura 3.14 Binarización de la imagen. a) imagen original 5x, b) imagen binarizada.

### 3.3.4. Extracción de atributos

Con la imagen binarizada fue factible realizar procesos de extracción de atributos para seleccionar o descartar objetos en base a diferentes criterios de interés. En primer lugar, se realizó una clasificación morfológica en base a la elipticidad de la fibra y a su relación de aspecto. Los elementos debían cumplir con un 70% de elipticidad para ser considerados como fibras y separarlos de las partículas. Además se estableció el umbral de relación de aspecto en base a las dimensiones iniciales de las fibras (min. 2,5 y máx. 80). Con este criterio se filtraron todas aquellas partículas y elementos que no cumplieron con la forma ni la relación aspecto de una fibra. La Figura 3.15, muestra el resultado del proceso de clasificación de fibras. Los cuadros (color verde) resaltan los elementos que no cumplieron con la relación de aspecto. Las elipses (color celeste) señalan los objetos que no fueron clasificados como fibras debido a su baja elipticidad. Solamente los elementos seleccionados (color rojo) fueron considerados en la siguiente fase de extracción de atributos.



*Figura 3.15 Resultado de clasificación morfológica de las fibras. Microfotografía 5x. Criterio de elipticidad y relación de aspecto.*

Una de las dificultades más importantes que presentan las fibras naturales es que no son perfectamente rectas (como lo propuso Advani y Tucker [20]); por el contrario, presentan quiebres o curvaturas antes o después de la inyección del compuesto. El problema relacionado con la flexibilidad de las fibras y los rasgos oblicuos fue solventado mediante la

medición del ángulo entre la línea correspondiente al máximo momento de todos los píxeles que describen a la fibra y el eje X. En la Figura 3.16, se detalla el procedimiento empleado [90].

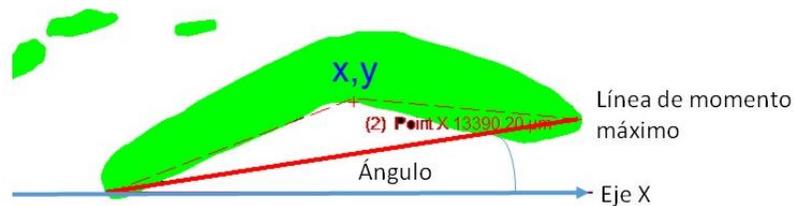


Figura 3.16 Proceso de medición de la orientación en fibras flexibles.

Finalmente se realizó la extracción de atributos a partir de los objetos clasificados. Los atributos seleccionados fueron: identificador de objeto, área, perímetro, elipticidad y orientación. Los atributos fueron exportados en formato .xls y posteriormente procesados. Todo el proceso descrito para el pre-tratamiento de la imagen y la extracción de atributos fue automatizado mediante una macro. Se fijaron los parámetros indicados y con ellos se procesaron todas las imágenes para garantizar la repetitividad en los análisis.

### 3.3.5. Post- procesamiento de las imágenes

En esta etapa se realizó la determinación del estado de orientación de las fibras de GAK. Para este fin se programó un script en Matlab®, capaz de leer los datos generados por el software de procesamiento de imágenes y luego calcular el tensor de orientación planar de segundo orden, el ángulo preferente y el parámetro de orientación según las ecuaciones (9), (10) y (11).

A partir de los resultados obtenidos, se realizó un análisis de orientación planar a través del espesor en las tres secciones y la evolución promediada a lo largo de cada región. En las Tablas 3.7 y 3.8, se resumen los valores del elemento  $a_{11}$  del tensor de orientación para cada zona a tres niveles de profundidad. Es evidente que las fibras cortas presentan gran alineación con respecto a la dirección principal de flujo ( $xx$  ó  $11$ ). En todas las capas (shell y core), el componente  $a_{11}$  es mayor a 0.75. Todas las zonas de muestreo están dentro de la región de flujo completamente desarrollado y experimentan flujos extensionales, debido al predominio de la velocidad axial, según lo reporta Papathanasiou [38], [41]. El comportamiento en la región del core fue diferente al reportado por Neves et al. [59] quienes trabajaron con fibras de vidrio en concentraciones del 20% v/v y encontraron altos

componentes transversales en el flujo extensional. En la dirección fuera del plano (zz ó 33) los valores de orientación son cercanos a cero indicando una orientación planar. Este resultado es típico en productos inyectados debido a que los esfuerzos desarrollados durante el flujo son mucho más intensos en la dirección dentro del plano que fuera de él.

Tabla 3.7 Valores del elemento a11 del tensor de orientación. PP/GAK 30% v/v

Espesor normalizado	Zona 1 a <sub>11</sub> <sup>A</sup>	Zona 2 a <sub>11</sub> <sup>A</sup>	Zona 3 a <sub>11</sub> <sup>A</sup>
1	0.83705	0.85745	0.8498
0	0.8474	0.84955	0.8706
-1	0.89415	0.8606	0.8482

<sup>A</sup> Valor promediado entre la probeta A y B al 30% v/v de fibras de GAK.

Tabla 3.8 Valores del elemento a11 del tensor de orientación. PP/GAK 40% v/v

Espesor normalizado	Zona 1 a <sub>11</sub> <sup>A</sup>	Zona 2 a <sub>11</sub> <sup>A</sup>	Zona 3 a <sub>11</sub> <sup>A</sup>
1	0.75715	0.80165	0.8539
0	0.8253	0.8582	0.88045
-1	0.82615	0.83245	0.8356

<sup>A</sup> Valor promediado entre la probeta A y B al 40% v/v de fibras de GAK.

Para entender el comportamiento de las fibras al interior de la matriz termoplástica, se determinó el tipo de suspensión a partir del método propuesto por Doi y Edwards y reportado por Yasuda [55]. Las fibras suspendidas en la matriz pueden corresponder a uno de los tres regímenes propuestos: diluido, semidiluido y concentrado. La determinación del tipo de suspensión está dado por:

$$nL^3 < 1, \dots \text{diluida}$$

$$1 < nL^3 < \frac{L}{D}, \dots \text{semidiluida}$$

(32)

$$\frac{L}{D} < nL^3, \dots \text{concentrada}$$

Donde,  $n$ ,  $D$  y  $L$  son el diámetro, la longitud y la densidad de las fibras respectivamente. A partir de las características geométricas y físicas de las fibras de GAK, se determinó una suspensión semidiluida. Por lo tanto las fibras se ven limitadas en su rotación y existen interacciones fibra-fibra cuando rotan dentro de la matriz por lo que no cambiarán su estado de orientación con facilidad.

Además se realizaron simulaciones del nivel de orientación de fibras mediante software especializado (Autodesk Moldflow ®). Los resultados mostraron gran similitud con los valores experimentales. En las Figuras 3.17 y 3.18, se detallan los resultados experimentales comparados con las simulaciones de las muestras PP/GAK 30% y 40% v/v. Se observaron, en los dos casos (experimental y simulación), perfiles muy uniformes de orientación, con  $a_{11} \sim 0.80$ , ligeramente más altos en las simulaciones. La orientación en la capa externa (shell), es producida generalmente por flujos de cizalladura en la región cercana a las paredes del molde. Por otra parte, la elevada orientación en el centro (core), muestra el efecto de un campo de velocidad de elongación. La alta homogeneidad de los resultados indica que se alcanzó un estado estable de orientación, tal como lo reportó Bay para fibras de vidrio y nylon [91]. En los compuestos con 40% de GAK se notó una ligera reducción de la orientación debido a las interacciones fibra-fibra.

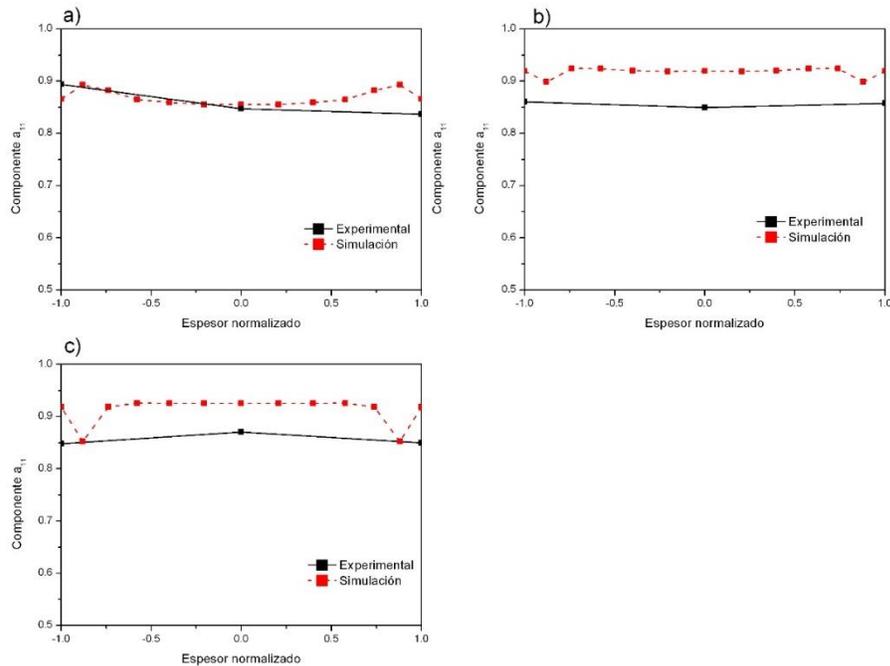


Figura 3.17 Perfiles de orientación de fibras de GAK 30% v/v. Datos experimentales (negro) y simulaciones (rojo). a) zona 1, b) zona 2 y c) zona 3.

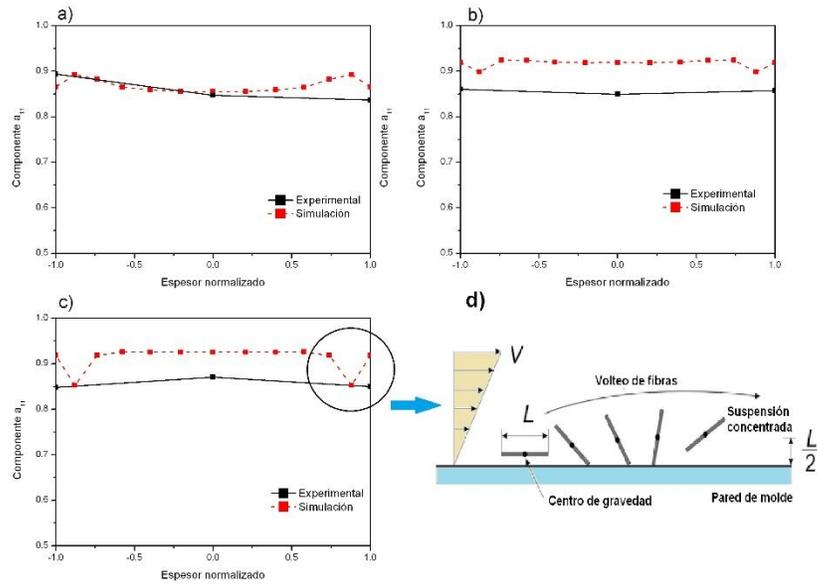


Figura 3.18 Perfiles de orientación de fibras de GAK 40% v/v. Datos experimentales (negro) y simulaciones (rojo). a) zona 1, b) zona 2, c) zona 3 y d) interacción fibras-pared.

Para entender la dinámica del flujo, en la Figura 3.19, se presentan las simulaciones de velocidad de cizalla a través de la sección transversal, para PP sin refuerzo, a la temperatura de inyección del compuesto (195 °C). Se evidencia que los puntos de inflexión, coinciden con los ligeros cambios de orientación. Además queda claro el efecto reductor de la baja temperatura de procesamiento sobre la velocidad de cizalla, lo que generó pocos cambios en la orientación de las fibras.

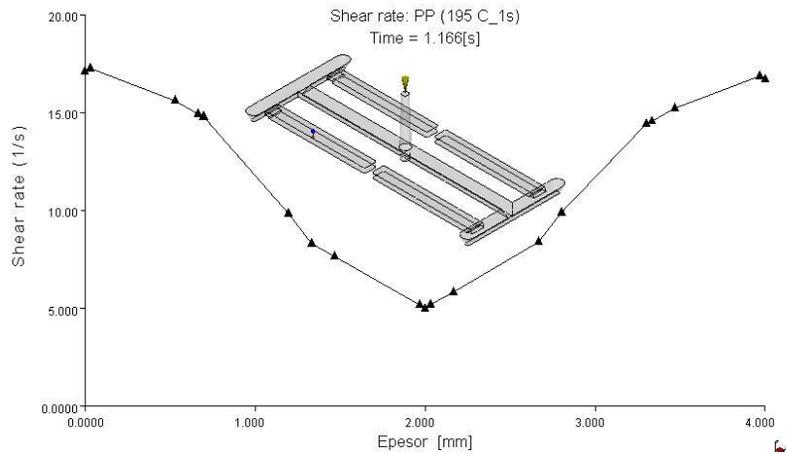


Figura 3.19 Perfil de velocidad de cizalladura para PP/0% GAK, a través de la sección transversal.

En un análisis longitudinal, en la dirección de flujo, se observó que en la zona cercana a la entrada de la cavidad, las fibras inician con un estado de orientación elevado  $\sim 0.8$  (para el 30% y el 40%), presumiblemente por la ubicación y diseño de la misma. Este perfil de orientación se mantiene a lo largo de la probeta con un ligero incremento hacia el centro y se mantiene muy estable hasta el llenado de la cavidad. Este comportamiento es esperado debido a que el material fundido fue inyectado a bajas temperaturas (menores a  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), además conforme la cavidad es llenada se produce un enfriamiento de la masa fundida, induciendo cambios en la viscosidad y mayores esfuerzos; por lo tanto mayor orientación en la dirección del flujo. La Figura 3.20, muestra el perfil de orientación promediado a lo largo de las probetas para las tres zonas de estudio.

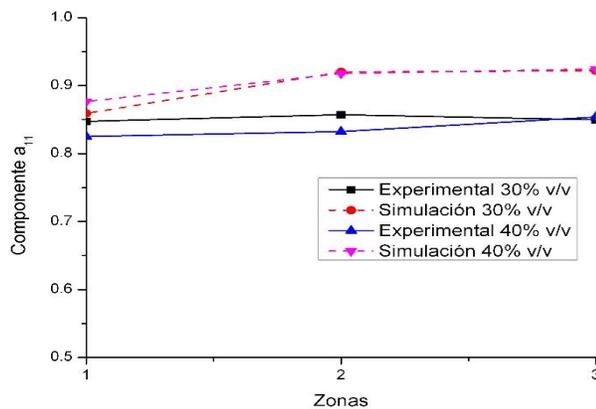


Figura 3.20 Perfiles de orientación de fibras de GAK 30 y 40% v/v. Datos experimentales (negro y azul) y simulaciones (rojo y violeta).

Se observó una relación directa entre el incremento de orientación con el aumento de la distancia, desde la entrada de inyección. En la región de entrada se observó una zona de baja orientación ( $\sim 10\text{ mm}$ ), debido al cambio geométrico que existe entre la entrada y la cavidad. De igual manera, al final del llenado fue observada una reducción de la orientación debido al frente de flujo (flujo fuente). Estos dos efectos no fueron evaluados en este trabajo ya que el mismo se enfocó en la región de flujo completamente desarrollado que coincide con la zona de calibración de las probetas de tracción inyectadas y que corresponde a la parte que estará solicitada mecánicamente. Las Figuras 3.21 y 3.22, detallan las zonas de orientación reducida.

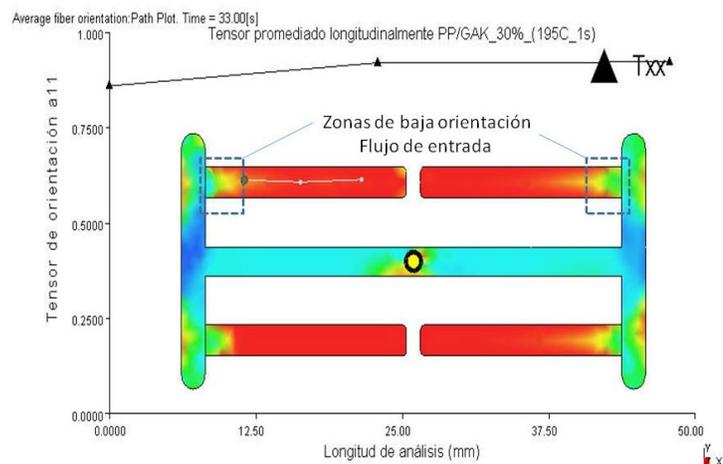


Figura 3.21 Perfiles de orientación de fibras de GAK 30 v/v. Región de flujo de entrada.

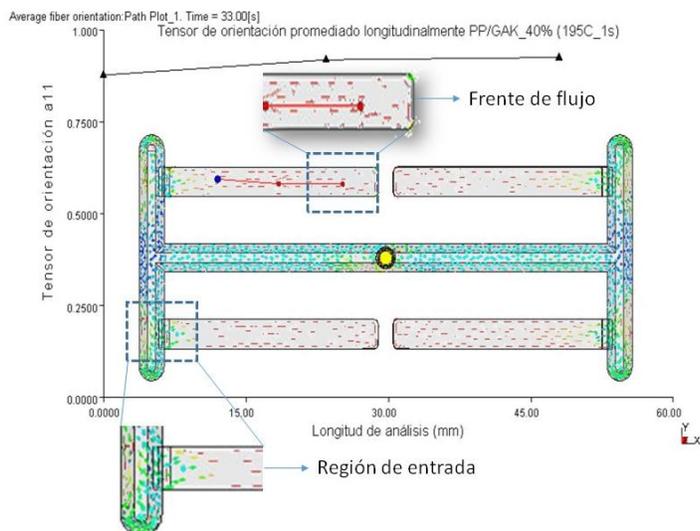


Figura 3.22 Perfiles de orientación de fibras de GAK 40% v/v. Región de flujo frontal (fuente).

De igual manera se realizó una simulación del perfil de velocidad de cizalladura a lo largo de la dirección de flujo para el PP puro, en las mismas condiciones de procesamiento del compuesto. La Figura 3.23, presenta los valores bajos de cizalladura y una ligera reducción desde la región de entrada hacia el centro de la probeta para estabilizarse posteriormente. Similar tendencia se registró también en el perfil de orientación longitudinal en los resultados experimentales reportados en la figura anterior.

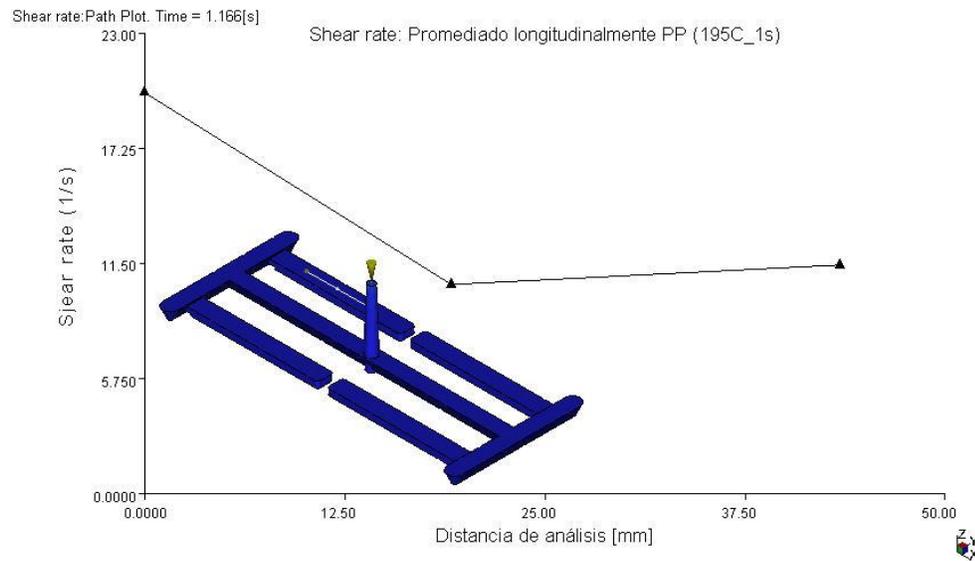


Figura 3.23 Perfil de velocidad de cizalladura para PP/0% GAK, a lo largo de la dirección de flujo.

Una vez determinado el estado de orientación, se procedió a estimar el ángulo preferente a partir de los datos generados por el procesador de imágenes. En las Tablas 3.9 y 3.10, se resumen los ángulos promediados de orientación en las muestras de 30 y 40% v/v, respectivamente. Los valores reportados sugieren un alto nivel de orientación paralelo a la dirección de flujo (cercano a los 0°), confirmando los resultados emitidos por el tensor de orientación planar.

Tabla 3.9 Ángulos promediados de orientación preferente en compuesto PP/GAK 30% v/v.

Espesor normalizado	Zona 1 $\alpha$ (Prom)	Zona 2 $\alpha$ (Prom)	Zona 3 $\alpha$ (Prom)
1	-2.127	-2.277	-0.494
0	0.161	1.987	1.176
-1	-0.840	-1.765	0.109

<sup>A</sup> Valor promediado entre la probeta A y B al 30% v/v de fibras de GAK.

Tabla 3.10 Ángulos promediados de orientación preferente en compuesto PP/GAK 40% v/v.

Espesor normalizado	Zona 1 $\alpha$ (Prom)	Zona 2 $\alpha$ (Prom)	Zona 3 $\alpha$ (Prom)
1	-0.964	-0.294	2.012
0	-2.008	-0.436	0.740
-1	0.390	2.023	-0.897

<sup>A</sup> Valor promediado entre la probeta A y B al 40% v/v de fibras de GAK.

La Figura 3.24, ilustra los pequeños cambios de ángulo que experimentaron las muestras con respecto a la dirección de flujo. No fue evidente un efecto de la concentración de fibras sobre el valor del ángulo de orientación.

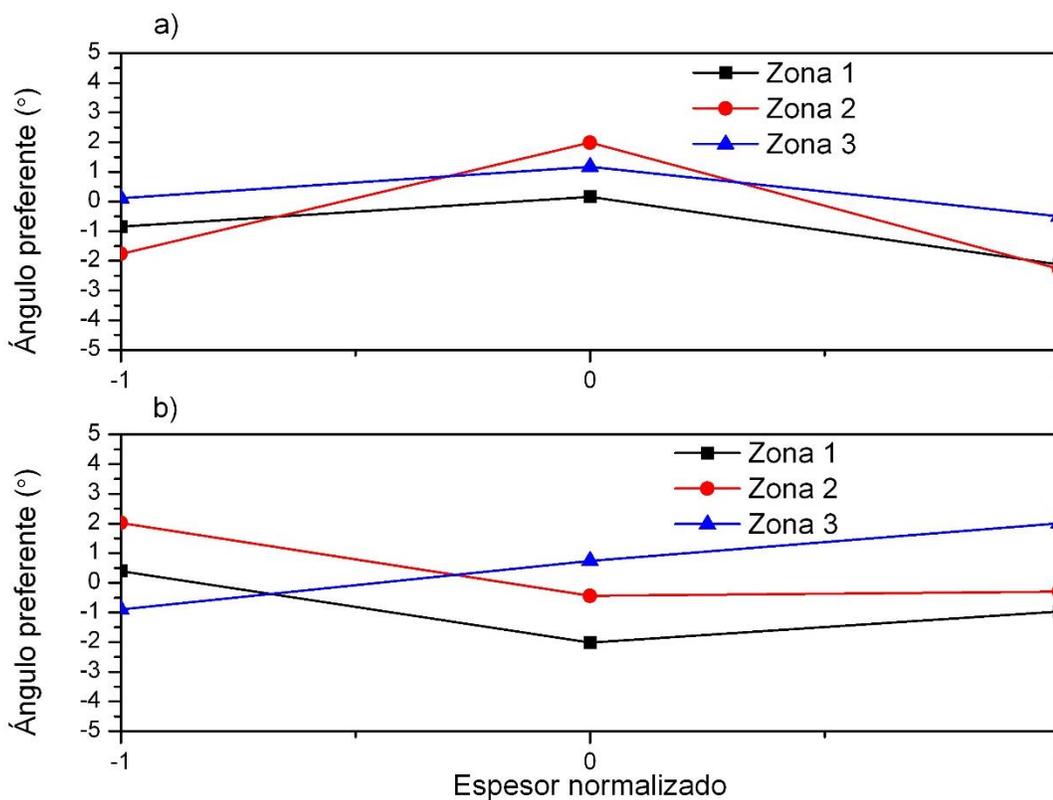


Figura 3.24 Ángulos promediados de orientación preferente, a) compuesto PP/GAK 30% v/v, b) compuesto PP/GAK 40% v/v.

A partir de los datos experimentales se generó la superficie de respuesta del componente  $a_{11}$  de orientación. Las Figuras 3.25 y 3.26, presentan las superficies generadas para los datos experimentales y simulados respectivamente.

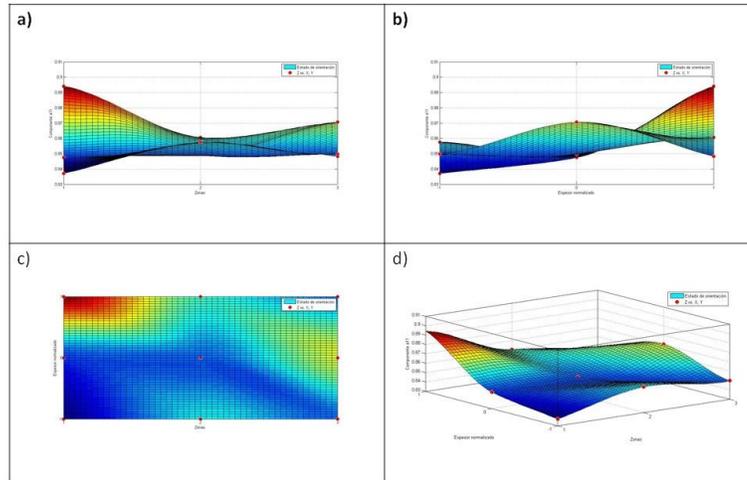


Figura 3.25 Plot de la superficie de la función de orientación de fibras a partir de las experimentaciones. a) frontal, b) lateral, c) superior y d) perspectiva.

La función de orientación, para los datos experimentales queda definida por:

$$f(x, y) = 0.8545 - 0.001443x + 0.008465y + 0.0015x^2 - 0.01101xy + 0.001519y^2 \quad (33)$$

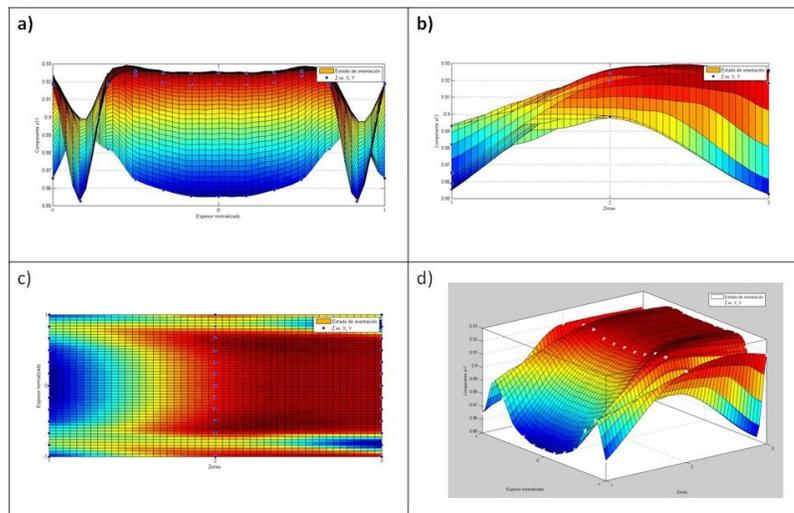


Figura 3.26 Plot de la superficie de la función de distribución de orientación de fibras a partir de las simulaciones. a) frontal, b) lateral, c) superior y d) perspectiva.

La función de orientación, para los datos simulados queda definida por:

$$\begin{aligned}
 f(x,y) = & 0.7217 + 0.156 * x + 0.0003442 * y - 0.02802 * x^2 & (34) \\
 & - 0.0002057 * x * y + 0.2508 * y^2 + 3.939e - 05 * x^2 \\
 & * y - 0.1373 * x * y^2 - 0.0006783 * y^3 + 0.002274 \\
 & * x^2 * y^2 + 0.0001526 * x * y^3 - 0.1979 * y^4 \\
 & - 2.801e - 05 * x^2 * y^3 + 0.102 * x * y^4 + 0.000379 \\
 & * y^5
 \end{aligned}$$

Por otra parte, los valores del ángulo de orientación, medidos por el software de procesamiento de imágenes, fueron analizados estadísticamente mediante la generación de histogramas de orientación, dentro de los rangos e intervalos recomendados por Ferrándiz Bou [92], quien propuso intervalos entre +90° y -90°, con frecuencias de 10°. La Figuras 3.27 y 3.28, muestran los histogramas de los ángulos de orientación reportados por el software de procesamiento de imágenes. Todas las secciones analizadas muestran una dirección predominante en la dirección del flujo. Se realizó un ajuste gaussiano de la distribución de frecuencias, el centro de cada curva guarda directa relación con el ángulo preferente calculado y reportado anteriormente.

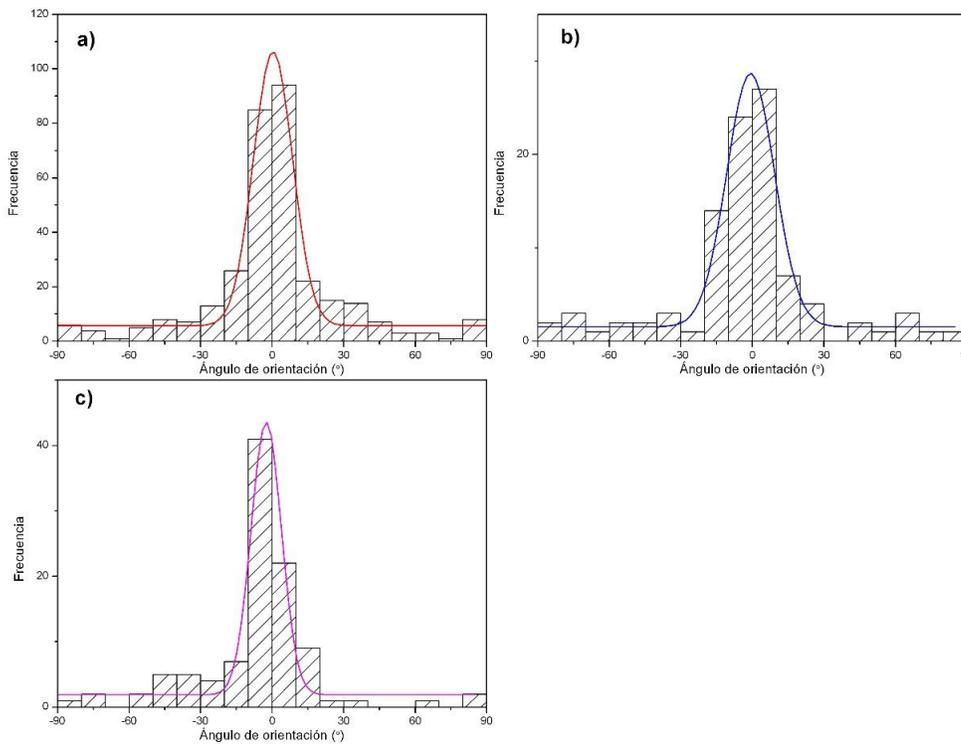


Figura 3.27 Histogramas de ángulo de orientación promediado PP/GAK 30%. a) z=1, b) z=0 y c) z=-1

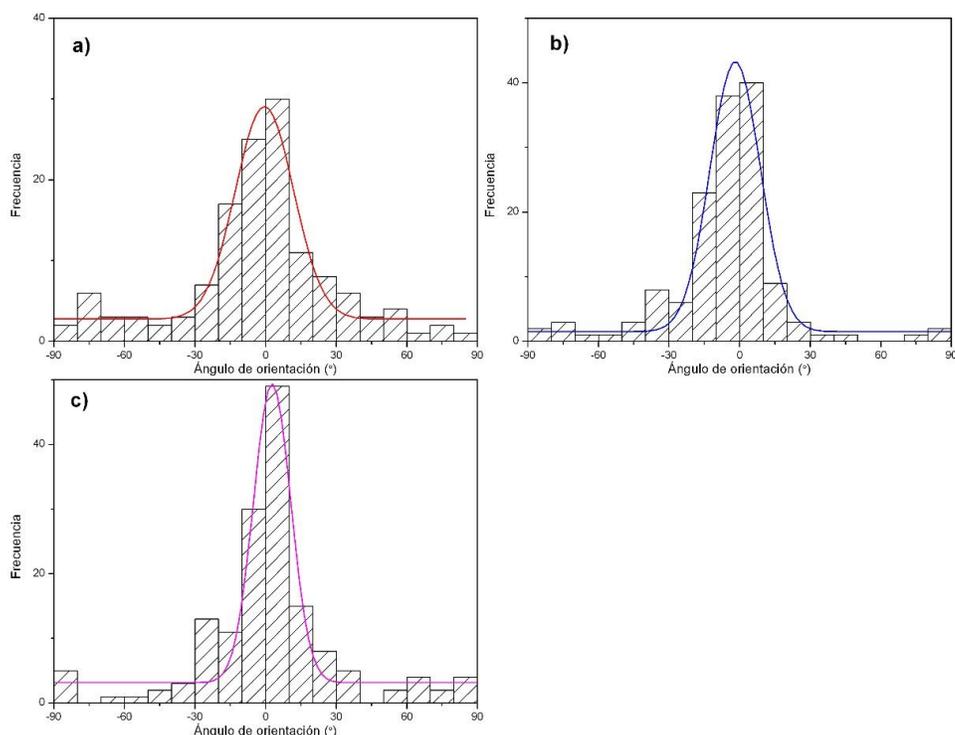


Figura 3.28 Histogramas de ángulo de orientación promediado PP/GAK 40%. a)  $z=1$ , b)  $z=0$  y c)  $z=-1$

### 3.3.6. Diseño de experimentos. Efectos sobre el estado de orientación

Una vez que se ha establecido la pertinencia de los resultados que proporciona el software de simulación, se realizó un diseño de experimentos para evaluar el factor de procesamiento que influye significativamente sobre la orientación de las fibras. El diseño se fundamentó en los resultados de las simulaciones en Moldflow ®. Se realizó un DOE integral fraccionado reducido ( $3^{4-1}$ ), con cuatro factores a tres niveles (alto, medio, bajo). La Tabla 3.11, resume la configuración empleada en el diseño. La variable de respuesta fue el componente  $a_{11}$  del tensor de orientación de segundo orden.

Tabla 3.11 Configuración de factores y niveles para DOE factorial reducido.

Factor	Nivel		
	Alto	Medio	Bajo
Presión de inyección [Mpa]	20	19	18
Tiempo de inyección [s]	3.5	2.25	1
Switch presión sostenimiento [%]	125	100	75
Tiempo de enfriamiento [s]	25	19	13

La carta de experimentos, fue obtenida mediante software de análisis estadístico SPSS® y la función *Multilevel factorial*. La Tabla 3.12, detalla los valores de entrada y de respuesta para cada una de las 27 pruebas.

Tabla 3.12 Detalle pruebas para el DOE factorial reducido.

Run	Presión de inyección [Mpa]	Tiempo de inyección [s]	Switch presión sostenimiento [%]	Tiempo de enfriamiento [s]	Componente a <sub>11</sub>
1	18	1.00	100	19	0.9472
2	19	2.25	100	19	0.9784
3	18	2.25	100	13	0.9792
4	19	3.50	100	25	0.9552
5	19	2.25	75	25	0.9783
6	18	2.25	100	25	0.9783
7	19	2.25	100	19	0.9784
8	20	2.25	75	19	0.9784
9	19	2.25	125	25	0.9785
10	20	2.25	100	25	0.9785
11	20	1.00	100	19	0.9472
12	19	3.50	100	13	0.9565
13	19	1.00	100	25	0.9472
14	18	3.50	100	19	0.9556
15	20	3.50	100	19	0.9556
16	18	2.25	75	19	0.9784
17	18	2.25	125	19	0.9784
18	19	3.50	75	19	0.9556
19	19	1.00	125	19	0.9472
20	19	3.50	125	19	0.9556
21	20	2.25	100	13	0.9792
22	19	2.25	125	13	0.9792
23	19	1.00	75	19	0.9472
24	19	2.25	75	13	0.9791
25	20	2.25	125	19	0.9784
26	19	1.00	100	13	0.9472
27	19	2.25	100	19	0.9784

A partir de los resultados de la variación de  $a_{11}$ , se generó la carta de Pareto, para identificar los factores de mayor influencia sobre la variable de interés. En la Figura 3.29, se presentan los resultados del análisis. Es evidente que el factor de mayor influencia sobre el estado de orientación fue el tiempo de inyección (B), relacionado directamente con la velocidad de inyección. Este resultado está en acuerdo con lo establecido por Vélez García [39], Bay [91] y Neves [59], quienes inyectaron PP con fibra de vidrio. El aumento de la velocidad de inyección incrementa la velocidad de cizalla y produce mayor movilidad de las fibras suspendidas en la matriz de PP. Los demás factores y sus combinaciones no resultan ser significativos en el cambio de orientación de las fibras.

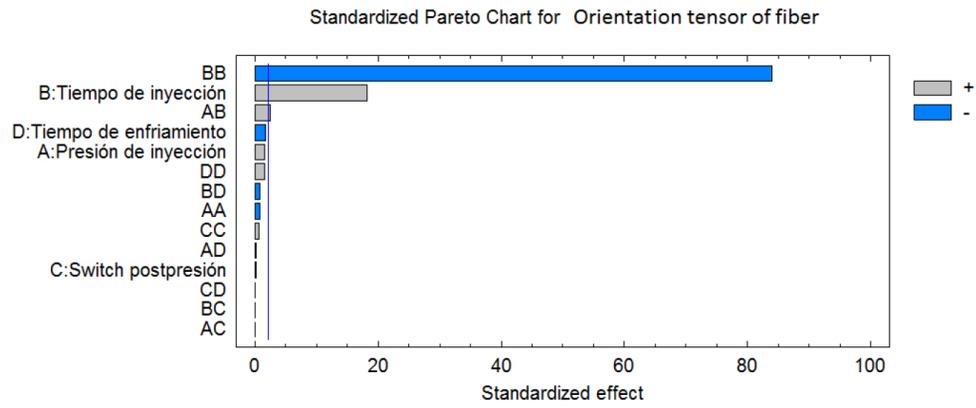


Figura 3.29 Carta de Pareto estandarizada. A: presión de inyección, B: tiempo de inyección, C: switch presión de mantenimiento, D: tiempo de efrimiento.

Además se generó la gráfica de probabilidad normal para mejorar la decisión sobre el factor significativo. Esta gráfica refuerza el criterio que el tiempo de inyección (B), es la variable más significativa. La Figura 3.30, presenta el reporte comentado.

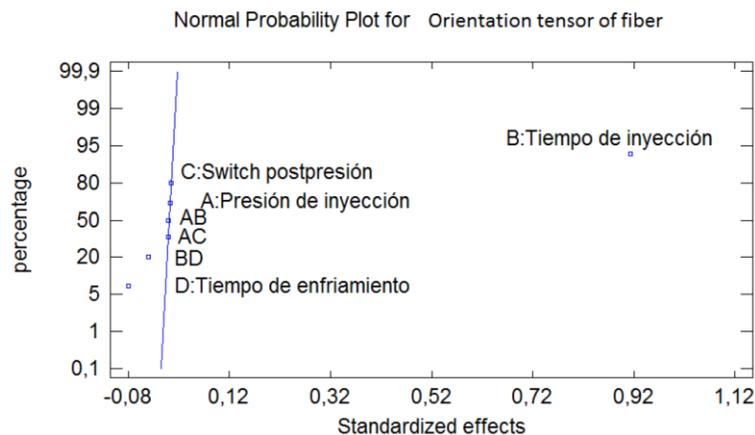


Figura 3.30 Reporte de probabilidad normal para identificar los factores más significativos.

### 3.3.7. Análisis del error sistemático en la medición de orientación

Para analizar el error sistemático relacionado con el procedimiento de medición, se evaluó un patrón conocido con fibras orientadas en el rango entre  $-10^\circ$  y  $+10^\circ$ , creado mediante procesador de imágenes. La imagen contenía 200 fibras de diferentes longitudes y orientaciones. La Figura 3.31, muestra el patrón de evaluación. En el anexo E, se presenta la evaluación realizada con un patrón de orientación aleatoria.



Figura 3.31 Patrón con distribución alineada (entre  $-10^\circ$  y  $+10^\circ$ ) para validación del sistema de medición.  $a_{11} = 0.987$ ,  $a_{22} = 0.013$  y  $a_{12} = 0.0045$ .

A partir de los datos reales del patrón se estimó el tensor de orientación:

$$A = \begin{bmatrix} 0.987 & 0.0045 & 0 \\ 0.0045 & 0.013 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

Se aplicó el procedimiento descrito anteriormente para procesar la imagen patrón, obtener los datos de orientación y construir el tensor de segundo orden. La Figura 3.32, muestra la imagen bajo condiciones de procesamiento.

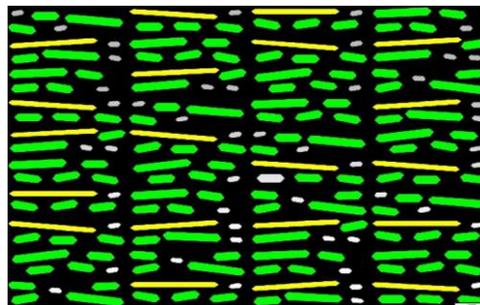


Figura 3.32 Procesamiento del patrón con distribución alineada (entre  $-10^\circ$  y  $+10^\circ$ ) para validación del sistema de medición.

Se determinó el tensor de orientación para la imagen patrón:

$$A = \begin{bmatrix} 0.9833 & 0.002 & 0 \\ 0.002 & 0.0167 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

La medición del error calculado se presenta a continuación en la Tabla 3.13.

*Tabla 3.13 Estimación del error en la determinación del elemento  $a_{11}$  del tensor de orientación.*

	$a_{11}$	$a_{22}$	$a_{12}$
Exacto	0.9870	0.0130	0.0045
Calculado	0.9833	0.0167	0.0020
Diferencia	0.0037	-0.0037	0.0025

El elemento más importante reporta una diferencia de 0.0037, que representa un error porcentual de 0.37%. Este resultado confirma la efectividad del procedimiento empleado para la determinación del estado de orientación planar. Para los demás componentes, se presentan diferencias muy reducidas aunque porcentualmente pueden ser percibidas como elevadas.

Se obtuvo un histograma de orientación para establecer los rangos de ángulos que no son correctamente detectados. La Tabla 3.14, presenta las frecuencias reales y las detectadas por el procesador de imágenes. El error relativo fue calculado en base a las 200 fibras evaluadas. El máximo error está en torno al 6% y está sesgado hacia los valores positivos. Se detectó que el error está relacionado con la longitud de la fibra y la resolución de la imagen más que con el rango de inclinación. La Figura 3.33, muestra gráficamente una distribución de frecuencias similar entre los datos procesados y los datos reales de orientación.

Tabla 3.14 Error relativo en la determinación del ángulo de orientación. 200 fibras medidas.

Rangos [°]	Frecuencia real	Frecuencia procesada	Diferencia abs.	Error relativo [%]
-11	0	2	2	1.00
-9	24	21	3	1.50
-7	32	27	5	2.50
-5	12	15	3	1.50
-3	20	18	2	1.00
-1	0	11	11	5.50
1	28	19	9	4.50
3	16	23	7	3.50
5	20	22	2	1.00
7	16	8	8	4.00
9	16	28	12	6.00
11	16	6	10	5.00

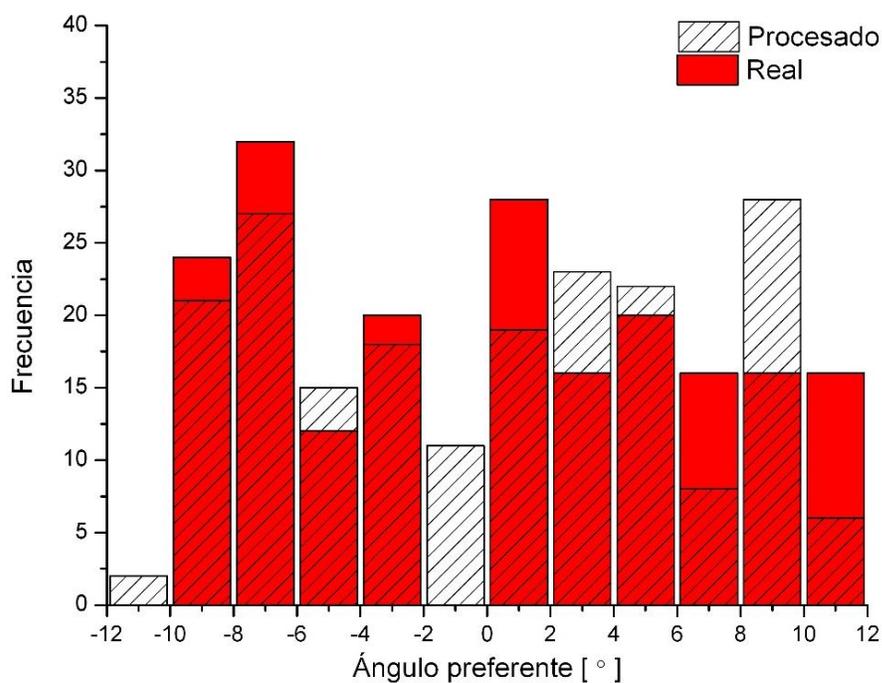


Figura 3.33 Comparación de histogramas de orientación en patrón con mediciones reales y procesadas. 200 fibras medidas.

Los errores más recurrentes se presentan en los ángulos cercanos a  $0^\circ$  y  $9^\circ$ . Este error fue producido por pixelación en fibras muy pequeñas. En el caso de fibras pequeñas y dada la pixelación de la imagen, se producen errores al determinar el eje principal de la fibra que sirve de base para la medición del ángulo. En fibras medianas y largas este error es despreciable. En la Figura 3.34, se detalla el efecto de la longitud de fibra.

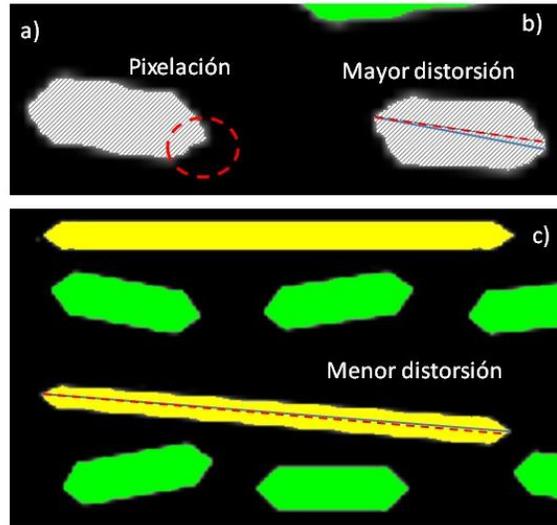
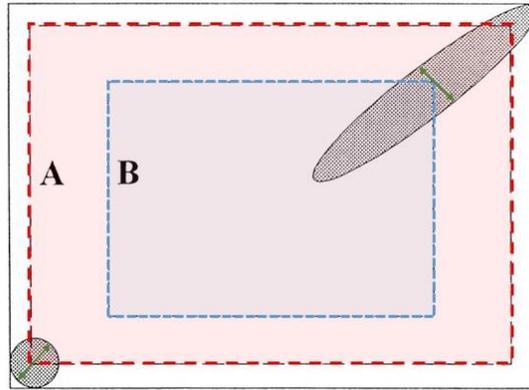


Figura 3.34 Detalle de errores al procesar imágenes: a) efecto de pixelación, b) mayor distorsión de eje principal en fibras cortas (hasta  $4^\circ$ ), c) menor distorsión en ejes largos.

La pixelación fue muy reducida en las imágenes analizadas, por lo tanto, el resultado final del estado de orientación no se vio afectado significativamente. Este hecho confirma la necesidad de adquirir imágenes con adecuada resolución. No existe un estándar para la resolución ya que depende del sistema de captura. El efecto de una mala resolución es la indefinición de los bordes de la fibra. Clark y Eberhardt [90], recomiendan utilizar un objetivo de 20x. Ferrándiz recomienda digitalizar por encima de los 75 pixel/cm [92].

Por otra parte, el campo de visualización del microscopio o del analizador de imágenes introduce un sesgo adicional en la medición de la orientación. Por ejemplo, con el MoE se tiene que reconocer la forma de una elipse (requiere que esté totalmente dentro de la ROI), es probable que la ROI no incluya la sección completa de la misma y por lo tanto, no sea contada como fibra y sus atributos no serían extraídos. En tal caso se tiene mayor probabilidad de identificar elementos cilíndricos (fibras alineadas) que elementos elípticos (fibras orientadas). La Figura 3.35, ilustra esta condición de error.



*Figura 3.35 Sección de una muestra reforzada con fibras. La sección circular tiene mayor probabilidad de ser contada y medida que la sección elíptica.*

En el presente estudio, no se presentó este tipo de error ya que se tomaron muestras a lo largo de la dirección de flujo y transversalmente. Por lo tanto, no fue necesario reconocer secciones elípticas o circulares que induzcan sesgo en las mediciones. Además se empleó la función de imágenes combinadas que permitió obtener microfotografías del campo completo sin aislar fibras mediante una ROI.

## Capítulo 4

### CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS

#### 4.1. Conclusiones

Las fibras lignocelulósicas procedentes del culmo de la planta de GAK, presentan una composición química de lignina (23.20%), extraíbles acuosos (4.63%), extraíbles orgánicos (6.52%) en porcentajes similares a los reportados por la literatura para las especies de bambú. Además su contenido de humedad (7.08%) hace imprescindible el uso de operaciones de secado previo a los procesos de conformado por extrusión e inyección. La presencia de cenizas (3.84%) evidencian sustancias minerales propias de la planta, tales como calcio, magnesio, silicio, entre otros.

A partir del análisis termo gravimétrico se determina, de forma contundente, que no es posible superar los 200 °C durante el procesamiento del material compuesto, ya que se iniciaría el proceso de degradación de las fibras. El tratamiento alcalino tiene un efecto de reducción de humedad en las fibras (se redujo 78%) al remover los sitios activos de absorción de humedad. Por otra parte, el tratamiento alcalino redujo a 2.6% la pérdida de masa a 200 °C, lo que sugiere su eficiencia como removedor elementos no estructurales. Además el tratamiento alcalino mejoró la estabilidad térmica de las fibras con un incremento de 23% de masa residual a 900 °C.

Es posible optimizar el ciclo de inyección mediante la asistencia de software especializado. La geometría propuesta puede ser inyectada en 1.33 segundos con una presión de aproximadamente 20 MPa. Estas condiciones garantizan que la temperatura en la cavidad no varíe en más de 10 °C, la contracción no excederá el 14% y la fuerza de cierre estará dentro de la capacidad de la inyectora.

El proceso propuesto para manufacturar el compuesto es confiable y garantiza productos con la calidad requerida.

A partir del estudio estadístico, según la carta estandarizada de Pareto, el factor que más influencia presenta con respecto al estado de orientación de fibras cortas es el tiempo de llenado. Este factor tiene relación directa con la velocidad de cizalla; por lo tanto afecta directamente la movilidad de las fibras y su orientación.

Es fundamental garantizar las condiciones de repetitividad en el proceso de preparación de muestras y adquisición de imágenes. Una adecuada iluminación, balance de blancos y contraste entre las fases garantiza la exactitud en las mediciones de la orientación de fibras. La imagen de campo completo elimina el problema de discriminación de fibras incompletas en los bordes de la ROI.

La forma de la entrada de inyección, la baja temperatura de procesamiento y la relación de aspecto de las fibras contribuyen a conseguir un estado plano de orientación, lo que sugiere que se alcanzó un estado estable. Los resultados experimentales fueron corroborados por las simulaciones. Las diferencias en resultados obedecen a la irregularidad de diámetro y longitud de las fibras reales con respecto a las simuladas y fueron del orden del 5%.

El perfil transversal de orientación del compuesto polimérico reforzado con fibras de GAK, difiere de aquellos obtenidos con refuerzos de fibra de vidrio en la región del core. El principal motivo está asociado con la velocidad de inyección y con la baja temperatura requerida para inyectar el compuesto PP/GAK, lo que limita la movilidad de las fibras.

El aumento de la concentración de fibras genera interacciones fibra-fibra, y por lo tanto una ligera reducción en la orientación.

Los resultados de orientación obtenidos mediante el tensor de orientación planar son consistentes con los valores obtenidos del ángulo preferente, tanto en las mediciones como en las simulaciones. En la totalidad de las muestras el ángulo preferente se encuentra en el rango cercano a los  $0^\circ$ , evidenciando la elevada orientación de las fibras inducidas por el proceso de inyección.

A partir de la estimación del error sistémico de medición, el error es menor al 0.5% entre los valores del componente  $a_{11}$  obtenidos con el método propuesto y los valores reales. Mientras que en la determinación del ángulo de orientación, el error relativo está por debajo del 6%, lo que está dentro de los estándares reportados por la literatura. Los errores se deben a la pixelación inherente al procesamiento de imágenes que se acentúa en fibras cortas y de baja relación de aspecto.

## **4.2. Trabajos a futuro**

Para continuar el trabajo realizado en esta tesis se recomiendan los siguientes proyectos:

Estudio del efecto del contenido de refuerzo sobre el estado de orientación planar de las fibras naturales cortas mediante procesamiento digital de imágenes. Se pueden evaluar contenidos del 10, 20, 30, 40 y 50%.

Estudio de orientación de fibras naturales cortas moldeadas por compresión mediante procesamiento digital de imágenes.

Estudio del efecto de imagen reducida en la determinación del estado de orientación planar de fibras naturales cortas mediante procesamiento digital de imágenes.

Evaluación del estado de orientación de fibras cortas mediante procesamiento digital de imágenes en el dominio de la frecuencia. Se pueden comparar los resultados del presente trabajo con la aplicación e interpretación de la transformada rápida de Fourier.

Evaluación del fraccionamiento de fibras naturales cortas durante el moldeo por inyección mediante procesamiento digital de imágenes.

Estudio del efecto del nivel de orientación de fibras cortas sobre las propiedades mecánicas de un compuesto polimérico reforzado con fibras naturales.

Programación de un sistema de procesamiento de imágenes aplicado a la determinación del estado de orientación de fibras mediante software libre.

### 4.3. Publicaciones

#### Conferencias internacionales:

Jorge Isaac Fajardo Seminario, Gustavo Suarez, Luis Javier Cruz, Luis Eduardo Garzón Muñoz and Luis Marcelo López. "Characterization of the state planar orientation for short natural fiber in polymeric composites by means of the tensor orientation," in **Proceedings Book of the 5<sup>th</sup> International Conference on Advanced Materials and Systems (ICAMS), 2014**, ISSN: 2068-0783, 23-25 Oct, 2014, Bucharest-Romania, p. 43-48.

Jonnathan D. Santos, Jorge I. Fajardo, Alvaro R. Cuji, Alexis J. García, Luis E. Garzón y Luis M. López. "Evaluación Experimental y Simulaciones de la contracción Volumétrica y Alabeo en Moldeo por Inyección de un Compuesto Polimérico Reforzado con Fibras Naturales Cortas", en el **VIII Congreso Latinoamericano de Ingeniería Mecánica (COLIM), 2014**, ISBN: 978-9978-10-201-5, 25-27 Nov, Cuenca-Ecuador, p. 54-60.

Jorge I. Fajardo, Diego R. Lasso, Luis E. Valarezo, Santiago Betancourt y Luis J. Cruz. "Desarrollo de un Material Biocompuesto de Polietileno de alta Densidad Reforzado con Fibras Naturales Cortas de Guadua Angustifolia Kunth", en el **VIII Congreso Latinoamericano de Ingeniería Mecánica (COLIM), 2014**, ISBN: 978-9978-10-201-5, 25-27 Nov, Cuenca-Ecuador, p. 61-66.

Jorge I. Fajardo, Diego R. Lasso, César A. Paltán, Luis M. López, Diego Perguachi, Luis J. Cruz. "Improving the processing and rheological properties of natural fibre/ polypropylene composites", aceptado para **AES-ATEMA 25<sup>th</sup> International Conference "Advances and Trends in Engineering Materials and their Applications"** (Toronto, CANADA: August 10 – 14, 2015)

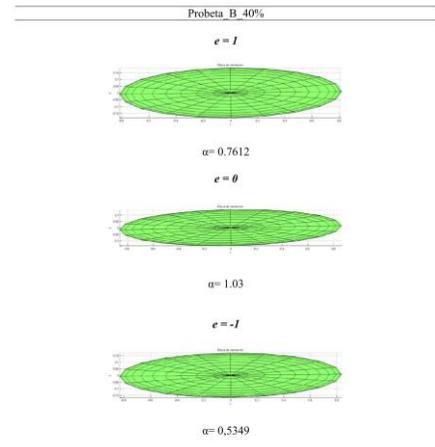
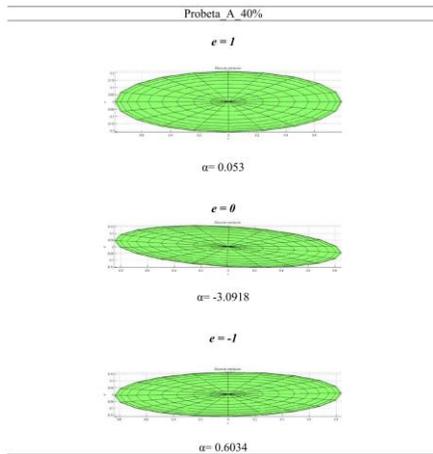
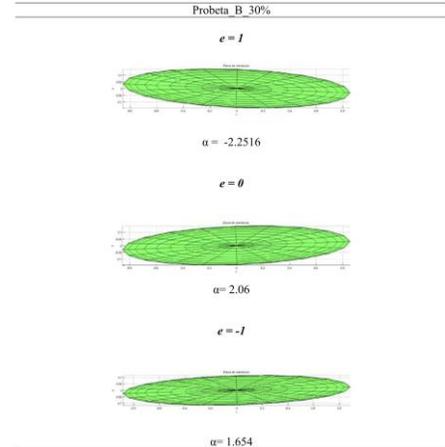
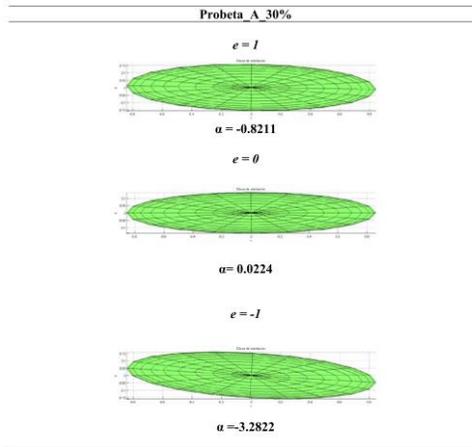
#### En revistas indexadas:

Fajardo J., Valarezo L., López L. y Sarmiento A. (2013). "Experiencias in obtaining polymeric composites reinforced with natural fiber from Ecuador". **Ingenius. No. 9**, (Enero-Junio). pp. 28-35. ISSN:1390-650X.

López L., Sarmiento, A., Fajardo, J., Valarezo, L. y Zuluaga, R. (2013). "Determinación del porcentaje de humedad, solubles e insolubles en agua de la fibra de Carludovica Palmata (paja toquilla)". **Ingenius. No. 9**, (Enero-Junio). pp. 23-27. ISSN: 1390-650X.

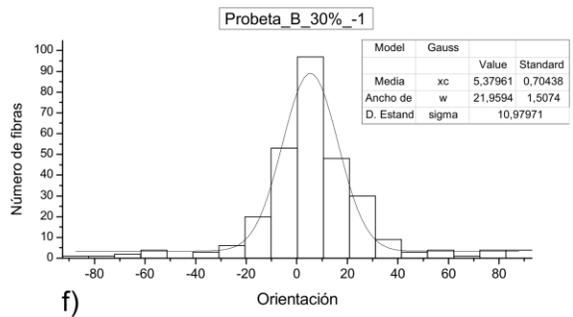
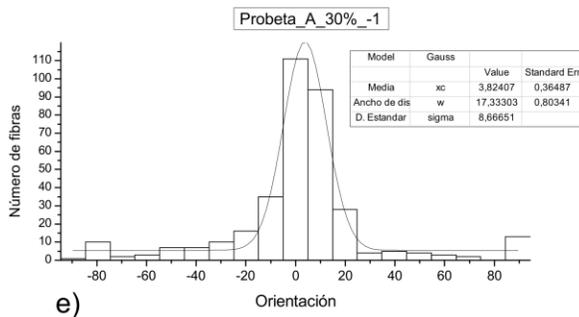
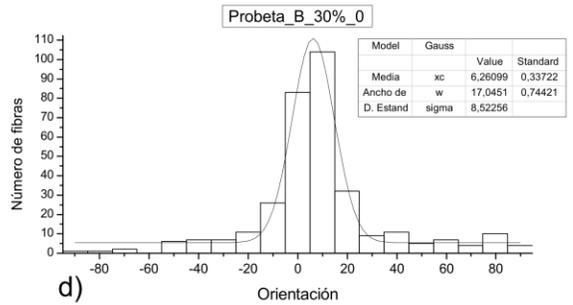
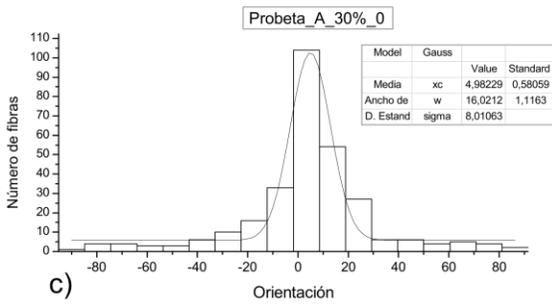
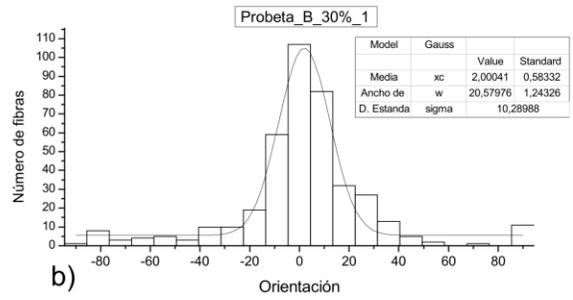
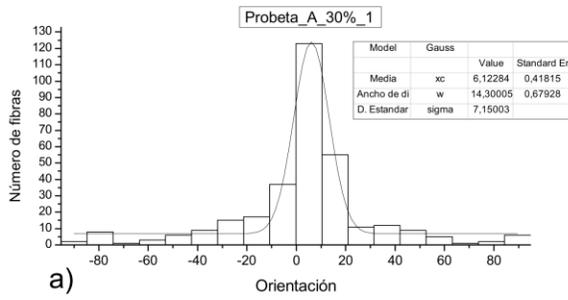
## A. Anexo A

### Elipsoides de orientación por zona y espesor normalizado



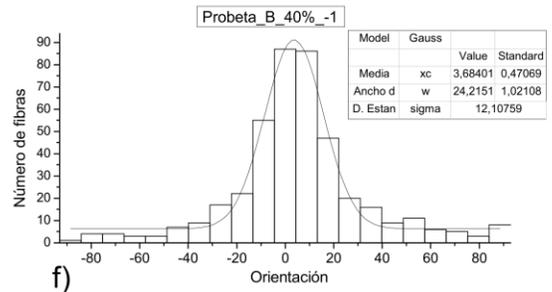
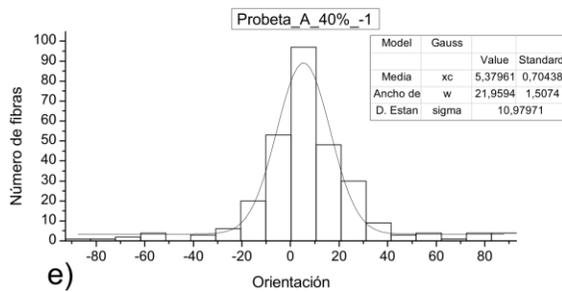
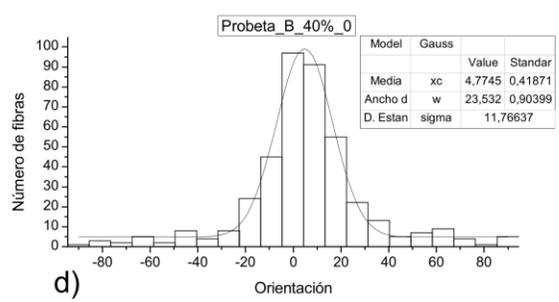
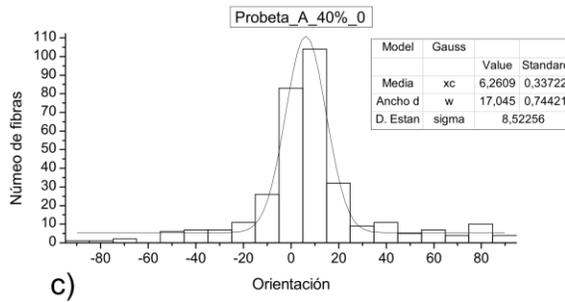
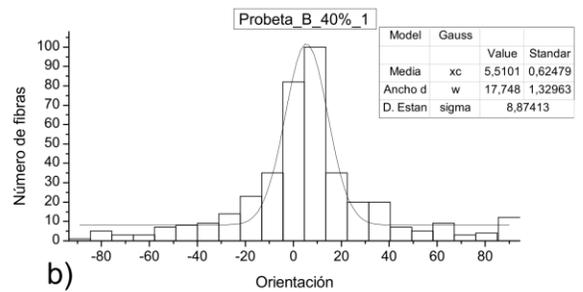
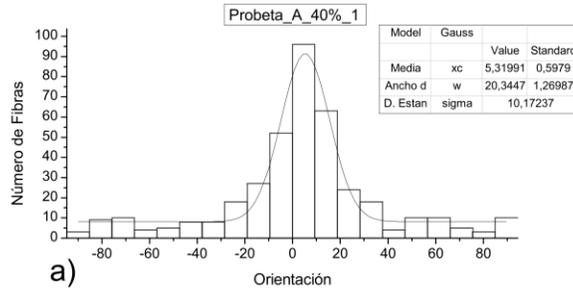
## B. Anexo B

Histogramas del ángulo de orientación. Muestras individuales. PP/GAK 30% v/v



## C. Anexo C

Histogramas del ángulo de orientación. Muestras individuales. PP/GAK 40% v/v



## D. Anexo D

Script para obtener estado de orientación planar

```
%-----  
% SCRIPT TO CALCULATE ORIENTATION TENSOR  
%By Jorge Isaac Fajardo Seminario  
%Universidad Pontificia Bolivariana  
%Medellín, Abril de 2015  
%-----  
  
clear all  
clc  
theta=[0 0 0];  
  
%-----  
%% LECTURA DE DATOS A PARTIR DEL SOFTWARE DE IMÁGENES  
%-----  
  
phi=xlsread('C:\Users\Jorge\Dropbox\ TESIS MAESTRIA\SCRIPT  
MATLAB\A1_lmm30F','Object_Measurements','M2:M123')  
phi %visualizar phi  
syms n;  
n=length(phi)  
  
%-----  
%% CONSTRUCCIÓN DEL TENSOR DE ORIENTACIÓN  
%-----  
  
sumi=0; % condicion inicial para el cálculo.  
sumj=0; % condicion inicial para el cálculo.  
for i=1:n;  
pi=cosd(phi(i))^2;  
sumli=(pi);  
end  
a11=(1/n)*(sumi)  
a22=1-a11  
for j=1:n;  
sum1j=(pj);  
sumj=sumj+sum1j;  
end  
a12=(1/n)*(sumj)  
a21=a12
```

```

%-----
%% CÁLCULO DEL ÁNGULO PREFERENTE
%-----

%-----
%% CÁLCULO DEL PARÁMETRO DE ORIENTACIÓN
%-----

A=[a11 a12 0;a21 a22 0; 0 0 0
[V,E] = eig(A) % obtiene los eigenvalores y eigenvectores de la matriz
E = eig(A)      % obtiene los eigenvalores de la matriz

%-----
%% GENERACIÓN DEL ELIPSOIDE DE ORIENTACIÓN
%Copyright (c) 2009, Nima Moshtagh
%All rights reserved.
%-----

VizOrient(A); % llama a la función VizOrient

N= 20;
[U D V] = svd(A);

%-----
% generate the ellipsoid at (0,0,0)
%-----
a = D(1,1);
b = D(2,2);
c = D(3,3);

[X,Y,Z] = ellipsoid(0,0,0,a,b,c,N);

%-----
% rotate and the ellipsoid
%-----

XX = zeros(N+1,N+1);
YY = zeros(N+1,N+1);
ZZ = zeros(N+1,N+1);

for k = 1:length(X),
    for j = 1:length(X),
        point = [X(k,j) Y(k,j) Z(k,j)]';
        P = V * point;
        XX(k,j) = P(1);
        YY(k,j) = P(2);
        ZZ(k,j) = P(3);
    end
end
end

```

```

%-----
% Plot the ellipse
%-----

surf(XX,YY,ZZ);
    title('Elipse de orientación')
xlabel('x');
ylabel('y');
zlabel('z');
axis equal
hidden on

end
%-----
%% GRÁFICO DEL ELIPSOIDE DE ORIENTACIÓN
%-----

function createfigure(XX, ydata1, zdata1)
%CREATEFIGURE(XDATA1,YDATA1,ZDATA1)
% XDATA1: surface xdata
% YDATA1: surface ydata
% ZDATA1: surface zdata

% Create figure
figure1 = figure;

% Create axes
axes1 = axes('Parent',figure1,'DataAspectRatio',[1 1 1]);
%% Uncomment the following line to preserve the X-limits of the axes
% xlim(axes1,[-0.823243640244903 0.823243640244903]);
%% Uncomment the following line to preserve the Y-limits of the axes
% ylim(axes1,[-0.176566407049055 0.176566407049055]);
grid(axes1,'on');
hold(axes1,'all');

% Create surf
surf(xdata1,ydata1,zdata1,'Parent',axes1);

% Create title
title('Elipse de orientación');

% Create xlabel
xlabel('x');

% Create ylabel
ylabel('y');

% Create zlabel
zlabel('z','Visible','off');

```

## E. Anexo E

Patrón con orientación aleatoria entre 35 y 55 °



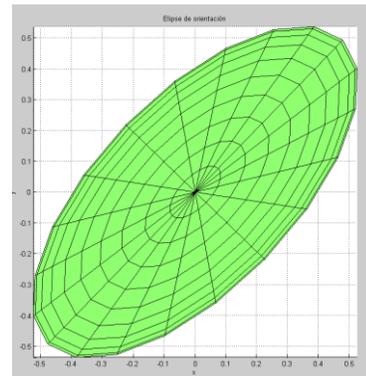
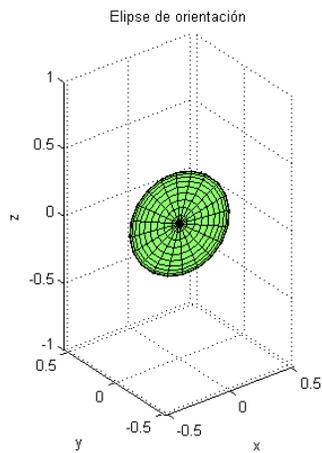
Reporte Script Matlab

Reporte scrip Matlab
$n = 136$
$a_{11} = 0.4943$
$a_{22} = 0.5057$
$a_{12} = 0.1865$
$a_{21} = 0.1865$
$pref = -44.1189$

Tensor de orientación

$$A = \begin{bmatrix} 0.4943 & 0.1865 \\ 0.1865 & 0.5057 \end{bmatrix}$$

Elipsoide de orientación



## Referencias

- [1] M. Zampaloni, F. Pourboghrat, S. A. Yankovich, B. N. Rodgers, J. Moore, L. T. Drzal, A. K. Mohanty, y M. Misra, «Kenaf natural fiber reinforced polypropylene composites: A discussion on manufacturing problems and solutions», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, n.º 6, pp. 1569 - 1580, 2007.
- [2] H. Liu, Q. Wu, G. Han, F. Yao, Y. Kojima, y S. Suzuki, «Compatibilizing and toughening bamboo flour-filled HDPE composites: Mechanical properties and morphologies», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 39, n.º 12, pp. 1891-1900, dic. 2008.
- [3] P. S. Souza, E. F. Rodrigues, J. M. C. Prêta, S. A. S. Goulart, y D. R. Mulinari, «Mechanical properties of HDPE/textile fibers composites», *Procedia Eng.*, vol. 10, pp. 2040-2045, 2011.
- [4] T. P. Mohan y K. Kanny, «Chemical treatment of sisal fiber using alkali and clay method», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, n.º 11, pp. 1989-1998, nov. 2012.
- [5] V. M. Jiménez, J. Castillo, E. Tavares, E. Guevara, y M. Montiel, «In vitro propagation of the neotropical giant bamboo, *Guadua angustifolia* Kunth, through axillary shoot proliferation», *Plant Cell Tissue Organ Cult.*, vol. 86, n.º 3, pp. 389-395, jul. 2006.
- [6] D. Farrelly, *The Book of Bamboo: A Comprehensive Guide to This Remarkable Plant, Its Uses, and Its History*, First Trade Paper Edition edition. San Francisco: Sierra Club Books, 1984.
- [7] P. J. Herrera-Franco y A. Valadez-González, «A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites», *Compos. Part B Eng.*, vol. 36, n.º 8, pp. 597-608, dic. 2005.
- [8] Y. H. Lee, S. W. Lee, J. R. Youn, K. Chung, y T. J. Kang, «Characterization of fiber orientation in short fiber reinforced composites with an image processing technique», *Mater. Res. Innov.*, vol. 6, n.º 2, pp. 65-72, 2002.
- [9] S. S. Tripathy, G. Levita, y L. Di Landro, «Interfacial adhesion in jute-polyolefin composites», *Polym. Compos.*, vol. 22, n.º 6, pp. 815-822, 2001.
- [10] P. Saha, S. Manna, S. R. Chowdhury, R. Sen, D. Roy, y B. Adhikari, «Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment», *Bioresour. Technol.*, vol. 101, n.º 9, pp. 3182 - 3187, 2010.
- [11] X. Li, L. Tabil, y S. Panigrahi, «Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review», *J. Polym. Environ.*, vol. 15, n.º 1, pp. 25-33, 2007.
- [12] O. M. L. Asumani, R. G. Reid, y R. Paskaramoorthy, «The effects of alkali-silane treatment on the tensile and flexural properties of short fibre non-woven kenaf reinforced polypropylene composites», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, n.º 9, pp. 1431-1440, sep. 2012.
- [13] Jorge I. Fajardo, Luis E. Valarezo, Luis M. López, y Andrés P. Sarmiento, «Experiencias in obtaining polymeric composites reinforced with natural fiber from Ecuador», *Ingenius*, vol. 9, pp. 28-35, jun. 2013.
- [14] K. M. M. Rao y K. M. Rao, «Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo», *Compos. Struct.*, vol. 77, n.º 3, pp. 288-295, feb. 2007.
- [15] A. F. Blanxart, *NTP 306: Las fibras alternativas al amianto: consideraciones generales.* .

- [17] A. El-Sabbagh, «Effect of coupling agent on natural fibre in natural fibre/polypropylene composites on mechanical and thermal behaviour», *Compos. Part B Eng.*, vol. 57, n.º 0, pp. 126 - 135, 2014.
- [18] G. George, E. T. Jose, K. Jayanarayanan, E. R. Nagarajan, M. Skrifvars, y K. Joseph, «Novel bio-commingled composites based on jute/polypropylene yarns: Effect of chemical treatments on the mechanical properties», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, n.º 1, pp. 219 - 230, 2012.
- [19] X. Chen, Q. Guo, y Y. Mi, «Bamboo fiber-reinforced polypropylene composites: A study of the mechanical properties», *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 69, n.º 10, pp. 1891–1899, 1998.
- [20] M.-T. Ton-That y J. Denault, «Improving the Processing and Properties of Cellulose Fibre Composites», 2008.
- [21] M. Das y D. Chakraborty, «Evaluation of improvement of physical and mechanical properties of bamboo fibers due to alkali treatment», *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 107, n.º 1, pp. 522–527, 2008.
- [22] S. Kaewkuk, W. Sutapun, y K. Jarukumjorn, «Effects of interfacial modification and fiber content on physical properties of sisal fiber/polypropylene composites», *Compos. Part B Eng.*, vol. 45, n.º 1, pp. 544 - 549, 2013.
- [23] A. K. Mohanty, L. T. Drzal, y M. Misra, «Engineered natural fiber reinforced polypropylene composites: influence of surface modifications and novel powder impregnation processing», *J. Adhes. Sci. Technol.*, vol. 16, n.º 8, pp. 999-1015, 2002.
- [24] R. Karnani, M. Krishnan, y R. Narayan, «Biofiber-reinforced polypropylene composites», *Polym. Eng. Sci.*, vol. 37, n.º 2, pp. 476–483, 1997.
- [25] A. Elkhaoulani, F. Z. Arrakhiz, K. Benmoussa, R. Bouhfid, y A. Quaiss, «Mechanical and thermal properties of polymer composite based on natural fibers: Moroccan hemp fibers/polypropylene», *Mater. Des.*, vol. 49, n.º 0, pp. 203 - 208, 2013.
- [26] G. Cantero, A. Arbelaz, R. Llano-Ponte, y Iñ±. Mondragon, «Effects of fibre treatment on wettability and mechanical behaviour of flax/polypropylene composites», *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, n.º 9, pp. 1247 - 1254, 2003.
- [27] E. Franco Marquès, J. A. Méndez, M. A. Pélach, F. Vilaseca, J. Bayer, y P. Mutjé, «Influence of coupling agents in the preparation of polypropylene composites reinforced with recycled fibers», *Chem. Eng. J.*, vol. 166, n.º 3, pp. 1170 - 1178, 2011.
- [28] Z. L. Yan, H. Wang, K. T. Lau, S. Pather, J. C. Zhang, G. Lin, y Y. Ding, «Reinforcement of polypropylene with hemp fibres», *Compos. Part B Eng.*, vol. 46, n.º 0, pp. 221 - 226, 2013.
- [29] S. K. Garkhail, R. W. H. Heijenrath, y T. Peijs, «Mechanical Properties of Natural-Fibre-Mat- Reinforced Thermoplastics based on Flax Fibres and Polypropylene», *Appl. Compos. Mater.*, vol. 7, n.º 5-6, pp. 351-372, 2000.
- [30] Y. Xie, C. A. S. Hill, Z. Xiao, H. Militz, y C. Mai, «Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 41, n.º 7, pp. 806 - 819, 2010.
- [32] L. Avérous y F. Le Digabel, «Properties of biocomposites based on lignocellulosic fillers», *Carbohydr. Polym.*, vol. 66, n.º 4, pp. 480-493, nov. 2006.
- [33] P. K. Aggarwal, N. Raghu, A. Karmarkar, y S. Chuahan, «Jute–polypropylene composites using m-TMI-grafted-polypropylene as a coupling agent», *Mater. Des.*, vol. 43,

pp. 112-117, ene. 2013.

- [34] C. K. Hong, I. Hwang, N. Kim, D. H. Park, B. S. Hwang, y C. Nah, «Mechanical properties of silanized jute/polypropylene composites», *J. Ind. Eng. Chem.*, vol. 14, n.º 1, pp. 71 - 76, 2008.
- [35] K. L. Pickering, A. Abdalla, C. Ji, A. G. McDonald, y R. A. Franich, «The effect of silane coupling agents on radiata pine fibre for use in thermoplastic matrix composites», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 34, n.º 10, pp. 915 - 926, 2003.
- [36] J. L. Gámez Martínez, «Análisis de la deformación en la inyección de termoplásticos bajo variables de forma de la pieza mediante red neuronal y superficies respuesta», 2014.
- [37] T. Boronat Vitoria, *Estudio y modelización de la procesabilidad mediante moldeo por inyección de materiales termoplásticos reciclados*. 2009.
- [38] T. D. Papathanasiou, «Flow-induced alignment in injection molding of fiber-reinforced polymer composites», *Flow-Induc. Alignment Compos. Mater.*, vol. 112, 1997.
- [39] G. M. Vélez-García, «Experimental evaluation and simulations of fiber orientation in injection molding of polymers containing short glass fibers», Virginia Polytechnic Institute and State University, 2012.
- [40] H. Peltola, B. Madsen, R. Joffe, Kalle Nattinen, y K. Ttinen, «Experimental Study of Fiber Length and Orientation in Injection Molded Natural Fiber/Starch Acetate Composites», *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2011, p. e891940, sep. 2011.
- [41] Z. Tadmor, *Principles of polymer processing*, 2nd ed., Rev. ed. Hoboken, N.J: Wiley-Interscience, 2006.
- [42] C.-S. Chen, T.-J. Chen, S.-C. Chen, y R.-D. Chien, «Optimization of the injection molding process for short-fiber-reinforced composites», *Mech. Compos. Mater.*, vol. 47, n.º 3, pp. 359-368, jul. 2011.
- [43] Z. Ying-Chen, W. Hong-Yan, y Q. Yi-Ping, «Morphology and properties of hybrid composites based on polypropylene/polylactic acid blend and bamboo fiber», *Bioresour. Technol.*, vol. 101, n.º 20, pp. 7944 - 7950, 2010.
- [44] K. Okubo, T. Fujii, y Y. Yamamoto, «Development of bamboo-based polymer composites and their mechanical properties», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 35, n.º 3, pp. 377-383, mar. 2004.
- [45] S. K. Nayak, S. Mohanty, y S. K. Samal, «Influence of short bamboo/glass fiber on the thermal, dynamic mechanical and rheological properties of polypropylene hybrid composites», *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 523, n.º 1-2, pp. 32-38, oct. 2009.
- [46] N. Sallih, P. Lescher, y D. Bhattacharyya, «Factorial study of material and process parameters on the mechanical properties of extruded kenaf fibre/polypropylene composite sheets», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 61, pp. 91-107, jun. 2014.
- [47] N. K. Kim, R. J. T. Lin, y D. Bhattacharyya, «Extruded short wool fibre composites: Mechanical and fire retardant properties», *Compos. Part B Eng.*, vol. 67, n.º 0, pp. 472 - 480, 2014.
- [48] F. Z. Arrakhiz, M. El Achaby, M. Malha, M. O. Bensalah, O. Fassi-Fehri, R. Bouhfid, K. Benmoussa, y A. Qaiss, «Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites: Doum/low density polyethylene», *Mater. Des.*, vol. 43, pp. 200-205, ene. 2013.
- [49] T.-S. Han, «Performance of volume average scale linking in a strongly-coupled two-scale finite element methodology for polycrystalline solids», *Comput. Mater. Sci.*, vol. 50,

n.º 6, pp. 1894-1907, abr. 2011.

[50] B. Mano, J. R. Araújo, M. A. S. Spinacé, y M.-A. D. Paoli, «Polyolefin composites with curaua fibres: Effect of the processing conditions on mechanical properties, morphology and fibres dimensions», *Compos. Sci. Technol.*, vol. 70, n.º 1, pp. 29 - 35, 2010.

[51] E. M. Fernandes, V. M. Correlo, J. F. Mano, y R. L. Reis, «Polypropylene-based cork-polymer composites: Processing parameters and properties», *Compos. Part B Eng.*, vol. 66, n.º 0, pp. 210 - 223, 2014.

[52] Suresh G. Advani y Charles L. Tucker, «The Use of Tensors to Describe and Predict Fiber Orientation in Short Fiber Composites», *J. Rheol. 1978-Present*, vol. 31, n.º 8, pp. 751-784, nov. 1987.

[54] A. R. Clarke y C. N. Eberhardt, *Microscopy techniques for materials science*. Boca Raton, FL; Cambridge, England: CRC Press ; Woodhead Pub., 2002.

[55] K. Yasuda, T. Kyuto, y N. Mori, «An experimental study of flow-induced fiber orientation and concentration distributions in a concentrated suspension flow through a slit channel containing a cylinder», *Rheol. Acta*, vol. 43, n.º 2, pp. 137-145, oct. 2003.

[56] S. Fakirov y C. Fakirova, «Direct determination of the orientation of short glass fibers in an injection-molded poly (ethylene terephthalate) system», *Polym. Compos.*, vol. 6, n.º 1, pp. 41-46, 1985.

[57] C. Eberhardt y A. Clarke, «Fibre-orientation measurements in short-glass-fibre composites. Part I: automated, high-angular-resolution measurement by confocal microscopy», *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, n.º 10, pp. 1389-1400, ago. 2001.

[58] P. J. Hine, N. Davidson, R. A. Duckett, y I. M. Ward, «Measuring the fibre orientation and modelling the elastic properties of injection-moulded long-glass-fibre-reinforced nylon», *Compos. Sci. Technol.*, vol. 53, n.º 2, pp. 125-131, 1995.

[59] N. M. Neves, G. Isdell, A. S. Pouzada, y P. C. Powell, «On the effect of the fiber orientation on the flexural stiffness of injection molded short fiber reinforced polycarbonate plates», *Polym. Compos.*, vol. 19, n.º 5, pp. 640-651, 1998.

[60] B. Mlekusch, E. A. Lehner, y W. Geymayer, «Fibre orientation in short-fibre-reinforced thermoplastics I. Contrast enhancement for image analysis», *Compos. Sci. Technol.*, vol. 59, n.º 4, pp. 543-545, mar. 1999.

[61] G. Zak, C. B. Park, y B. Benhabib, «Estimation of Three-Dimensional Fibre-Orientation Distribution in Short-Fibre Composites by a Two-Section Method», *J. Compos. Mater.*, vol. 35, n.º 4, pp. 316-339, ene. 2001.

[62] A. N. Oumer y O. Mamat, «A study of fiber orientation in short fiber-reinforced composites with simultaneous mold filling and phase change effects», *Compos. Part B Eng.*, vol. 43, n.º 3, pp. 1087-1094, abr. 2012.

[63] K. J. Meyer, J. T. Hofmann, y D. G. Baird, «Initial conditions for simulating glass fiber orientation in the filling of center-gated disks», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 49, pp. 192-202, jun. 2013.

[64] S. M. Mazahir, G. M. Vélez-García, P. Wapperom, y D. Baird, «Evolution of fibre orientation in radial direction in a center-gated disk: Experiments and simulation», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 51, pp. 108-117, ago. 2013.

[65] G. M. Vélez-García, P. Wapperom, D. G. Baird, A. O. Aning, y V. Kunc, «Unambiguous orientation in short fiber composites over small sampling area in a center-gated disk», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, n.º 1, pp. 104-113, ene. 2012.

- [66] R. S. Bay y C. L. Tucker, «Stereological measurement and error estimates for three-dimensional fiber orientation», *Polym. Eng. Sci.*, vol. 32, n.º 4, pp. 240–253, 1992.
- [67] B. Mlekusch, «Fibre orientation in short-fibre-reinforced thermoplastics II. Quantitative measurements by image analysis», *Compos. Sci. Technol.*, vol. 59, n.º 4, pp. 547-560, mar. 1999.
- [68] P. Hine, B. Parveen, D. Brands, y F. Caton-Rose, «Validation of the modified rule of mixtures using a combination of fibre orientation and fibre length measurements», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 64, pp. 70-78, sep. 2014.
- [69] K. J. Meyer, J. T. Hofmann, y D. G. Baird, «Prediction of short glass fiber orientation in the filling of an end-gated plaque», *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 62, pp. 77-86, jul. 2014.
- [70] H. L. Tekinalp, V. Kunc, G. M. Velez-Garcia, C. E. Duty, L. J. Love, A. K. Naskar, C. A. Blue, y S. Ozcan, «Highly oriented carbon fiber–polymer composites via additive manufacturing», *Compos. Sci. Technol.*, vol. 105, pp. 144-150, dic. 2014.
- [71] M. J. T. P. P. T. Fiadeiro, «The Surface Measurement of Fibre Orientation Anisotropy and Misalignment Angle by Laser Diffraction», vol. 28, n.º 10, pp. 341-346, 2002.
- [72] Martin Heggli, «Complex Multiphase Materials: Microstructure Characterization and Finite Element Property Predictions», Eidgenossische Technische Hochschule Zurich, Zurich, 2005.
- [73] A. Bernasconi, F. Cosmi, y P. J. Hine, «Analysis of fibre orientation distribution in short fibre reinforced polymers: A comparison between optical and tomographic methods», *Compos. Sci. Technol.*, vol. 72, n.º 16, pp. 2002-2008, nov. 2012.
- [74] D. J. Lee, H. Oh, Y. S. Song, y J. R. Youn, «Analysis of effective elastic modulus for multiphased hybrid composites», *Compos. Sci. Technol.*, vol. 72, n.º 2, pp. 278-283, ene. 2012.
- [75] A. Nagura, K. Okamoto, K. Itoh, Y. Imai, D. Shimamoto, y Y. Hotta, «The Ni-plated carbon fiber as a tracer for observation of the fiber orientation in the carbon fiber reinforced plastic with X-ray CT», *Compos. Part B Eng.*, vol. 76, pp. 38-43, jul. 2015.
- [76] A. Ayadi, H. Nouri, S. Guessasma, y F. Roger, «An original approach to assess elastic properties of a short glass fibre reinforced thermoplastic combining X-ray tomography and finite element computation», *Compos. Struct.*, vol. 125, pp. 277-286, jul. 2015.
- [77] Guznay, «Guadua angustifolia».
- [78] Robin Zuluaga, «Aislamiento y caracterización de microfibrillas de celulosa de la pared celular de los haces vasculares de raquis de banano», Universidad Pontificia Bolivariana, Medellín, 2008.
- [79] V. V. Do Thi, «Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non», Université de Grenoble; 243 State University of Ho Chi Minh, 2011.
- [80] H. P. S. Abdul Khalil, M. S. Alwani, M. N. Islam, S. S. Suhaily, R. Dungani, Y. M. H'ng, y M. Jawaid, «16 - The use of bamboo fibres as reinforcements in composites», en *Biofiber Reinforcements in Composite Materials*, O. Faruk y M. Sain, Eds. Woodhead Publishing, 2015, pp. 488-524.
- [81] A. J. Espinoza Saavedra, «Aptitud de Guadua angustifolia Kunth en la elaboración de tableros aglomerados con cemento.», Universidad Nacional Agraria La Molina, Lima - Perú, 2010.
- [82] Chiluzza Benites Cristina y Hernandez Lara Juan, «Elaboración de papel artesanal a

partir de guadua angustifolia», Escual Politécnica Nacional, Quito, 2009.

- [83] Velásquez Jorge A., «Evaluation of the effect of the maturation time of banana pseudostem c.v. Valery in the physicochemical properties of cellulose nanofibers», Universidad Pontificia Bolivariana, Medellín, 2014.
- [84] A. Restrepo, R. Zuluaga, C. Castro, N. Correa, J. Vélez, y P. Gañán, «Nanocomposites reforzados con microfibrillas de celulosa aisladas de paredes celulares del raquis de banano», *Sci. Tech.*, vol. 1, n.º 36, 2007.
- [85] V. K. Thakur, M. K. Thakur, y R. K. Gupta, «Graft copolymers of natural fibers for green composites», *Carbohydr. Polym.*, vol. 104, pp. 87-93, abr. 2014.
- [86] Alneira Cuéllar y Ismael Muñoz, «Fibra de guadua como refuerzo de matrices poliméricas», vol. 77, pp. 137-142.
- [87] Valarezo Luis Eduardo y Fajardo J I., «Obtención experimental de un material biocompuesto a base de una matriz polimérica y reforzada con fibras naturales de Guadua Angustifolia provenientes del Ecuador», Universidad Politécnica Salesiana, Cuenca, 2013.
- [88] Mahuya Das y Debabrata Chakrabarty, «TGA\_Weathering\_Water\_Immers\_Alk\_Treated\_Bamboo», 3, vol. 4, pp. 1051-1062, 2008.
- [89] X. Wang, H. Ren, B. Zhang, B. Fei, y I. Burgert, «Cell wall structure and formation of maturing fibres of moso bamboo (*Phyllostachys pubescens*) increase buckling resistance», *J. R. Soc. Interface*, vol. 9, n.º 70, pp. 988-996, may 2012.
- [90] «[A.\_Clarke]\_Microscopy\_Techniques\_for\_Materials\_Sc(BookFi.org).pdf». .
- [91] Randy Scott Bay, «Fiber orientation in injection-molded composites: a comparison of theory and experiments», Illinois, Urbana, Illinois, 1991.
- [92] S. Ferrándiz Bou, «Aplicación del análisis de imágenes a la determinación de la orientación de fibra larga de vidrio en diferentes condiciones de proceso», 2008.