

COMPORTAMIENTO A HIDRÓLISIS DE COMPOSITOS DE MATRIZ EPÓXICA Y FIBRAS COLOMBIANAS

J. Saldarriaga[†], J. Cruz, P. Gañán

Universidad Pontificia Bolivariana, Cq. 1 #70-01, of. 11-259, Medellín, Colombia
Grupo de Investigación sobre Nuevos Materiales

Recibido 20 Abril 2007; aceptado 22 Junio 2007
Disponible en línea: 29 Junio 2007

Resumen: Las fibras naturales pueden ser empleadas como reforzantes para matrices poliméricas. Sin embargo, su alta tendencia hidrofílica genera problemas de compatibilidad con las matrices generalmente hidrofobas e incrementan la tendencia a la captación de humedad. En este estudio dos tratamientos sobre la fibra, un proceso alcalino y una silanización han sido analizados. Composites realizados con resina epóxica tipo DGEBA y fibras de fique tratadas y sin tratar fueron sumergidos en agua corriente y destilada por más de 3575 h. Incrementos en el desempeño mecánico a flexión de los composites y reducciones en el peso de las muestras debido a la presencia del agua son observadas, cambios que posiblemente guardan relación con las variaciones en la interfase fibra-matriz registradas. *Copyright © 2007 UPB.*

Abstract: Natural fiber bundles can be employed as reinforcements of polymeric matrices. However, the high hydrophilicity tendency of natural fiber bundles conditioned their potential applications, due to incompatibility with the polymeric matrix and the high tendency to moisture sorption. In this study, two fiber bundle treatment as alkaline and silanization process have been evaluated. Untreated and treated epoxy composites reinforced with fique fibers have been immersed in current and destiled water for 3575 h. Both treatments improve flexural behavior of composites, and reduce their moisture caption. However, at higher exposure time, significant reduction on flexural behavior is observed. Variations on fiber-matrix interface can be responsible for the mechanical behavior observed.

Keywords: Natural Composite, Epoxy resin, Fique fiber bundles, Moisture Sorption, Mechanical Behavior.

[†] Autor al que se le dirige la correspondencia:
Tel. (+574) 4159015 ext 6270, fax 4112372.
E-mail: jorge.saldarriaga@upb.edu.co (Jorge Saldarriaga).

1. INTRODUCCIÓN

Dentro del desarrollo tecnológico que han tenido los materiales compuestos, se ha observado que, los polímeros reforzados, o plásticos reforzados (PR), como se conocen ampliamente, son los que más se han desarrollado. Dentro de los PR, se ha evidenciado que los costos de materia prima y la poca reciclabilidad que alcanzan las piezas finales, son aspectos que actualmente afectan negativamente su futura evolución, principalmente en países en vía de desarrollo. Sin embargo, las fibras naturales y en particular las de origen vegetal, ofrecen múltiples ventajas desde el punto de vista técnico y económico, que permite considerarlas como reforzantes adecuados. Algunas de éstas incluyen: biodegradabilidad, reciclabilidad, baja densidad, alta rigidez, baja dureza, bajo nivel de abrasión y reducido costo ([De Alburquerque et al., 2000](#); [Gañán et al., 2004](#); [Li et al., 2004](#)).

El principal problema asociado con el uso de fibras naturales como reforzante se relaciona con su tendencia a captar humedad debida a la presencia de los grupos -OH en algunas de sus principales estructuras tales como la celulosa. El fuerte carácter hidrofílico también dificulta la apropiada mojabilidad de la fibra por parte de las matrices plásticas ([De Alburquerque et al., 2000](#)). Con miras a reducir este comportamiento, diferentes estrategias han sido implementadas, algunas se relacionan con el uso de compatibilizantes, la modificación de las fibras, o incluso en algunos casos, de la matriz ([Stamboulis et al., 2001](#)). Los tratamientos, bien sea físicos o químicos son los que tienen un mayor impacto sobre el desempeño del material final. Algunos de ellos incluyen tratamientos alcalinos, silanización, esterificación o incluso el uso de plasma ([Gañán et al., 2002](#)).

Dentro de los sistemas de polímeros termorrígidos, algunos de los más empleados para aplicaciones en contacto con agua son las resinas epóxicas, en especial las de tipo de DGEBA (diglicidileter de bisfenol A). Es por ello que en el presente estudio se analiza el efecto que sobre composites naturales elaborados a partir de este tipo de matriz y reforzados con fibras de fique tiene su exposición prolongada a dos calidades diferentes de agua. Para mejorar el desempeño del material, las fibras de fique han sido sometidas a tratamientos alcalinos y de silanización. Las muestras han sido monitoreadas mediante la

determinación de la captación de humedad durante un período superior a cuatro meses. Así mismo, el comportamiento a flexión ha sido evaluado. Esta información ha sido complementada empleando microscopía electrónica de barrido (SEM).

2. METOLOGÍA

2.1. Materias primas

Las fibras empleadas corresponden a fibras de fique (presentación en rama), que cuentan con una captación de humedad del orden del 8%. La resina epóxica tipo DGEBA utilizada corresponde a la referencia *DER 331* (*Dow Chemical Company*), la cual fue amablemente suministrada por *Andercol S.A.* Sus principales características se presentan en la Tabla 1. El agente de curado empleado fue la trietilentriamina (TETA), referencia *HY 956* (*Ciba Geigyl Company*) (Tabla 2).

Tabla 1 Características de la resina *DER 331*.

Característica	Valor	Norma
Apariencia	Líquido ámbar claro	
Equivalente Epóxico	182 - 192	ASTM D-1652
Porcentaje Epoxídico	22,4 - 23,6	ASTM D-1652
Viscosidad 25 °C (77 °C), (MPas)	11000 - 14000	ASTM D-445
Contenido de Epicloridrina (ppm)	5 Max.	RPM 900-A
Densidad 25°C (77 °C), (g/ml)	1,16	ASTM D-4052

Tabla 2 Características del endurecedor *HY 956*.

Característica	Valor
Apariencia	Líquido ámbar translúcido
Viscosidad 25 °C (77 °C) (MPas)	370 - 470
Densidad 25°C (77 °C), (g/ml)	1,00 - 1,05

2.2. Tratamiento de las fibras

Las fibras de fique crudas fueron cortadas a diferentes longitudes entre 20 y 30 mm., y

sometidas a un proceso de secado a 100 ± 5 °C por 24 h previo a cada tratamiento. Para el proceso alcalino, las muestras se colocaron en una solución de soda cáustica con una concentración al 20% durante 1 h. Luego de la exposición, las fibras fueron lavadas con agua destilada acidificada hasta alcanzar un pH neutro. Posteriormente, fueron secadas a una temperatura de 100 ± 5 °C por 1 h, tal como lo ha reportado [Gañán et al. \(2002\)](#).

Durante el proceso de silanización, en el que se emplean compuestos que responden a la forma general de $X_3Si(CH_2)_nY$, se busca que la parte organofuncional de la molécula (X) tenga una afinidad química por la matriz epóxica, en tanto que la parte de menor tamaño (Y) migre a la superficie, de tal forma que se puedan constituir en silanoles $(OH)_3Si(CH_2)_nY$ y por ende adquirir mayor afinidad por los grupos OH presentes en la fibras. Para alcanzar la formación de los silanos, se requiere un pH entre 4 y 5.

En este caso, se empleó el silano 3-aminopropiltrimetoxi – silano, con una pureza del 97%, de la casa fabricante *Degussa Hüls*. Durante el tratamiento se preparó una solución al 5% en la cual fueron sumergidas las fibras de fique. El tratamiento se aplicó a las fibras de fique con los mismos parámetros de tiempo y temperatura seguidos en el tratamiento con soda cáustica. A continuación, las fibras fueron lavadas y secadas a una temperatura de 100 ± 5 °C por 1 h ([Gañán et al., 2002](#)).

2.3. Elaboración de materiales compuestos

Los materiales compuestos elaborados con fibras tratadas y no tratadas fueron elaborados mediante laminación manual, empleando molde y contramolde. La presentación del reforzante fue en forma de no-tejido o mat. La relación estequiométrica entre la resina y el endurecedor fue empleada en todos los casos. El curado fue realizado a una temperatura de 60 °C por 2 h, con un poscurado a 110 °C por 2 h.

2.4. Comportamiento a la hidrólisis

Probetas de matriz sin reforzar, como de composites con fibras tratadas y sin tratar con un tamaño 50x50x4mm, fueron inicialmente pesadas y sumergidas en agua corriente y agua destilada a temperatura ambiente durante 3575h. La variación en peso fue evaluada durante diferentes

intervalos de tiempo a lo largo de la exposición continua. El cambio en peso debido al agua (M_t) fue calculada empleando la ecuación (1) ([Valencia, 1993](#)):

$$M_t(\%) = (W_w - W_d / W_d) \times 100 \quad (1)$$

Donde W_w es el peso de la muestra extraída del agua y W_d es el peso de la muestra seca. Todos los ensayos fueron realizados a temperatura ambiente.

2.5. Ensayos de caracterización

Las muestras expuestas y sin exponer fueron evaluadas mecánicamente de acuerdo a la norma ASTM D 790, en una máquina *Instron*, modelo 5582. La velocidad empleada en el ensayo fue de 0,98 mm/min y la separación de los apoyos de 58 mm. Un mínimo de cinco probetas fue ensayado por cada tipo de laminado y medio de exposición. De forma complementaria, la superficie de rotura de las muestras fue analizada empleando un microscopio electrónico de barrido SEM (*JEOL JSM*, modelo 5910 LV). Debido a las características no conductoras de los laminados, las muestras fueron previamente recubiertas con oro en una cámara *DENTON VACUUM*.

3. RESULTADOS

El comportamiento de las diferentes muestras en agua corriente se presenta en la [Fig. 1](#). Se observa que todas las probetas de composites presenta una mayor tendencia a la captación de agua que la matriz pura. Comportamiento que era de esperarse debido a la alta tendencia hidrofílica de las fibras. Sin embargo, cuando son tratadas se aprecian menores valores, indicando que ambos tratamientos son efectivos para reducir este comportamiento. De otro lado, en la [Fig. 2](#) se aprecia una tendencia comparable cuando el medio de exposición es agua destilada. Esto indica que ambos tratamientos mejoran el desempeño del material compuesto sin considerar en este caso la calidad del agua empleada.

Al comparar los resultados obtenidos con ambos tipos de líquidos se aprecia que en general todos los composites tiene una mayor variación en peso frente al agua destilada respecto al agua corriente, esta situación se encuentra asociada al carácter

menos iónico que presenta este último medio (Norwood, 1996).

El comportamiento mecánico a flexión de los composites tratados y sin tratar y sometidos a las diferentes condiciones de exposición se presentan en las Fig. 3 a 5. De acuerdo con los resultados sin inmersión, se aprecia que ambos tratamientos incrementan el comportamiento del material. Esto puede ser atribuido tanto a la mejora de la interfase entre la fibra y la matriz como a la variación de propiedades que puede experimentar la fibra debido al tratamiento, que es lo que se aprecia primordialmente en el proceso alcalino (Mishra, S. y J.B. Naik 1999). De otro lado, la captación de agua genera una reducción en el desempeño mecánico de todos los materiales, dicha variación es incluso comparable entre todos ellos. Esta situación puede guardar relación con los posibles cambios que sobre la estructura y propiedades, tanto de la fibra, como de la matriz y la interfase se producen debido a la presencia del agua (Wolff E.G. 1993).

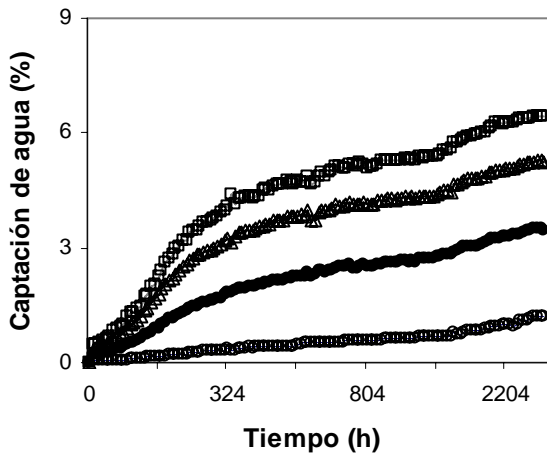


Fig. 1. Variación en el peso de composites y matriz sin reforzar expuestos al agua corriente. (□) fibras no tratadas, (Δ) silanizadas, (●) mercerizadas y (○) matriz sin reforzar.

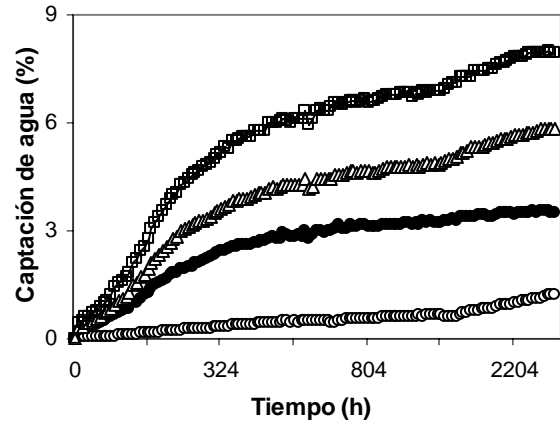


Fig. 2. Variación en el peso de composites y matriz sin reforzar expuestos al agua destilada. (□) fibras no tratadas, (Δ) silanizadas, (●) mercerizadas y (○) matriz sin reforzar.

La captación de agua puede producir hinchamientos de la fibra, incrementando esfuerzos cortantes que afecten la transmisión de carga al interior del material. Singh *et al.*, (2000), en ensayos para composites elaborados a partir de resina fenólica y fibras de yute, reportan información comparable a los resultados obtenidos en este caso. Estos autores comentan que la reducción de la resistencia, se encuentra asociada a los niveles de humedad absorbida por el material durante la exposición, situación que igualmente fue evidenciada en este caso.

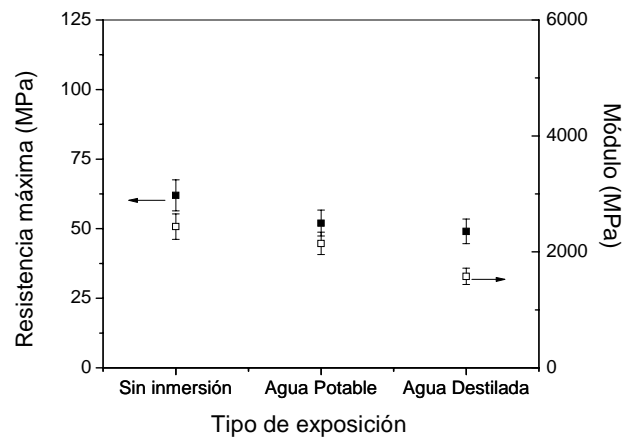


Fig. 3. Comportamiento a flexión de composites con fibras sin tratar sometidas a diferentes tipos de exposición

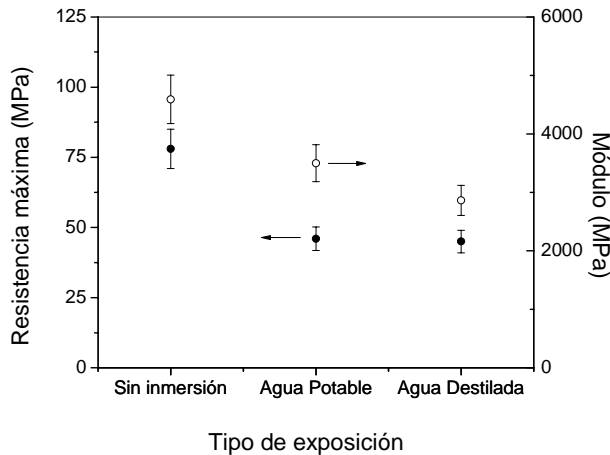


Fig. 4. Comportamiento a flexión de composites con fibras mercerizadas sometidas a diferentes tipos de exposición

Para analizar con mayor detalle el efecto que tienen los tratamientos sobre el comportamiento de la interfase fibra-matriz, en las Fig. 6 a 7 se presentan micrografías SEM de muestras de composites elaborados tanto con fibras tratadas como sin tratar y sometidos a los diferentes tipos de exposición. En la Fig. 6, se aprecia que tanto en la muestra sometida al tratamiento alcalino (Fig. 6b) como en la silanizada (Fig. 6c), se presenta un mayor nivel de adhesión, que efectivamente se refleja en el comportamiento mecánico. En ambos casos, la fibra se presenta totalmente embebida en la matriz. En la Fig. 6a, por otro lado, la fibra aparece desnuda, sin matriz sobre su superficie, característica que refleja un bajo nivel de adhesión.

Cuando los materiales compuestos son expuestos a los dos tipos de agua, los cambios que se aprecian en la interfase fibra-matriz son comparables y por ello, a modo de ejemplo, en la Fig. 7 solo se presenta el caso de las muestras expuestas al agua potable. Se observa en general, y en especial en las fibras tratadas (Fig. 7a y 7b), que la presencia del agua alcanza a producir hinchamientos en las fibras y que además generan fisuras al interior del material, situación que explicaría el descenso en el comportamiento mecánico comentado previamente.

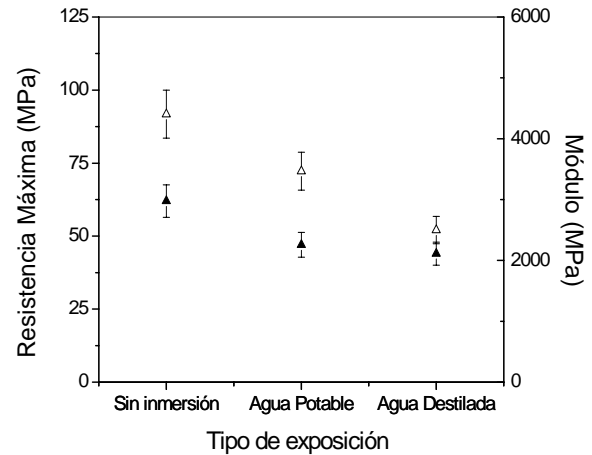


Fig. 5. Comportamiento a flexión de composites con fibras silanizadas expuestos a diferentes tipos de exposición.

4. CONCLUSIONES

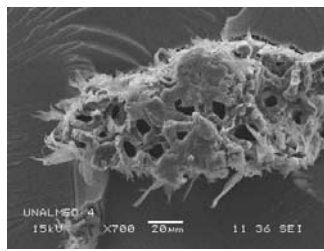
De acuerdo con los resultados obtenidos, la presencia de las fibras de fique dentro de los composites es la razón principal para la variación en peso cuando se encuentran expuestos a diferentes tipos de agua. Esta tendencia puede ser reducida mediante la modificación de la fibra, bien sea empleando tratamientos alcalinos o silanización.

La presencia de la fibra al interior del material afecta la calidad de la interfase, ya que puede generar hinchamientos del reforzante, que contribuyen a la reducción de su desempeño mecánico luego de una exposición tan prolongada como la considerada en este caso.

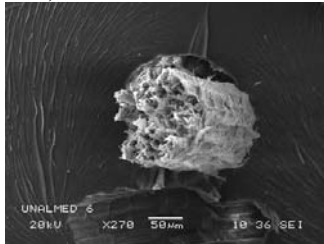
La información generada en este trabajo abre nuevos frentes para el estudio de las fibras naturales poco tradicionales, como el fique y de cara al desarrollo de nuevas aplicaciones para sus composites.



a) sin tratar



b) tratamiento alcalino

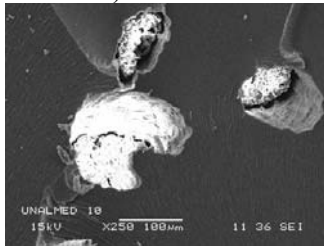


c) silanización

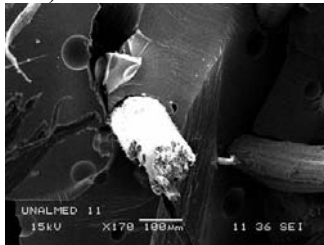
Fig. 6. Micrografías de SEM de diferentes composites sin exponer.



a) sin tratar



b) tratamiento alcalino



c) silanización

Fig. 7. Micrografías de SEM de diferentes composites expuestas al agua potable.

REFERENCIAS

De Albuquerque, A.C., J. Kuruvilla, L.H. De Carvalho y J.R. Morais d' Almeida (2000). Effect of wettability and ageing conditions on the physical and mechanical properties of uniaxially oriented jute-roving-reinforced polyester composites. *Comp. Sci. Techn.*, **60**: 833-844.

Gañán, P. y I. Mongradon (2002). Surface modification of fique fiber: Effects on their physico/mechanical properties. *Polym. Comp.*, **23**: 383-394.

Gañán, P., S. Garbizu, R. Llano-Ponte y I. Mongradon (2004). Surface modification of sisal fiber: Effects on the mechanical and thermal properties of their epoxy composites. *Polym. Comp.* **26**: 121-127.

George, J.I., S.S. Bhagawam y T. Sabu (1998). Effects of environment on the properties of low-density polyethylene composites reinforced with pineapple-leaf fibre. *Comp. Sci. Techn.* **58**: 1471-1484.

Li, L., M. Liu y S. Li (2004). Morphology effect on water sorption behavior in a thermoplastic modified epoxy resin system. *Polymer*. **45**: 2837-2842.

Mishra, S. y J.B. Naik (1999). Studies on swelling behavior of wood-polymer composites based on agro-waste and HDPE in steam and water at ambient temperature. *Polym Plast. Techn. Eng.* **38**:1051-1058.

Norwood L. S. (1996), *Polyester resins in corrosive environments*. Materials Science Group, Scott Bader. Ltd, New Jersey.

Stamboulis, A., C.A. Baillie y T. Peijs (2001). Effect of environmental condition on mechanical and physical properties of flax fibres. *Comp.: Part A.* **32**:1105-1115.

Singh, B., M. Gupta y A. Verma (2000). The durability of jute fibre-reinforced phenolic composites. *Comp. Sci. Techn.* **60**:581-589.

Valencia, S. (1993). *Fundamentos del Acabado Textil*. Acoltex, Medellín.

Wolff E.G. (1993). Moisture effects on polymer matrix composites. *SAMPE J.* **29**:11-19.

SOBRE LOS AUTORES

Jorge Saldarriaga

Profesor de la Facultad de Ingeniería Mecánica de la Universidad Pontificia Bolivariana, Magister en Ingeniería Énfasis en Nuevos Materiales. Área de interés investigativo: polímeros y materiales compuestos de matriz polimérica.

Luis Javier Cruz

Profesor de la Facultad de Ingeniería Mecánica de la Universidad Pontificia Bolivariana y Director del Grupo de Investigación sobre Nuevos Materiales de la misma Universidad. Doctor en

Ingeniería Industrial. Área de interés investigativo: materiales compuestos.

Piedad Gañán Rojo

Profesor de la Facultad de Ingeniería Mecánica de la Universidad Pontificia Bolivariana y Investigador del Grupo de Investigación sobre Nuevos Materiales de la misma Universidad. Doctor en Ingeniería Industrial. Área de interés investigativo: polímeros y materiales compuestos de matriz polimérica.