



**INSTITUTO TECNOLÓGICO
DE CD. MADERO**



DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



**“COMPÓSITOS SEMI-SINTÉTICOS DE PLÁSTICO RECICLADO
Y NANOFIBRA CELULÓSICA (AGAVE FOURCROYDES)”**

TESIS

PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA QUÍMICA.

PRESENTA:

ING. DAVID VICTORIA VALENZUELA

DIRECTOR DE TESIS

DRA. ANA BEATRIZ MORALES CEPEDA

DRA. NANCY PATRICIA DÍAZ ZAVALA

"2011, Año del Turismo en México"



SUBSECRETARÍA DE EDUCACIÓN SUPERIOR
DIRECCIÓN GENERAL DE EDUCACIÓN SUPERIOR TECNOLÓGICA
INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CIUDAD MADERO

Cd. Madero, Tam., a 23 de Mayo de 2011

OFICIO No.: U1.270/11
AREA: DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
ASUNTO: AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN DE TESIS

C. ING. DAVID VICTORIA VALENZUELA
PRESENTE

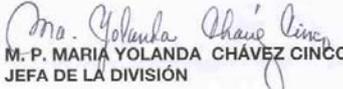
Me es grato comunicarle que después de la revisión realizada por el Jurado designado para su examen de grado de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química, se acordó autorizar la impresión de su tesis titulada:

**"COMPÓSITOS SEMI-SINTÉTICOS DE PLÁSTICO RECICLADO Y NANOFIBRA CELULÓSICA
(Agave fourcroydes)"**

Es muy satisfactorio para la División de Estudios de Posgrado e Investigación compartir con Usted el logro de esta meta.

Espero que continúe con éxito su desarrollo profesional y dedique su experiencia e inteligencia en beneficio de México.

ATENTAMENTE
"Por mi Patria y por mi Bien"


M. P. MARÍA YOLANDA CHÁVEZ CINCO
JEFA DE LA DIVISIÓN



c.c.p.- Minuta
c.c.p.- Archivo

MYCHC 'BOAC' aygo

Ave. 10. De Mayo y Sor Juana I. De la Cruz, Col. Los Mangos, C.P. 89440 Cd. Madero, Tam.
Tels. (833) 3 57 48 20, Fax: (833) 3 57 48 20, Ext. 1002, email: itcm@itcm.edu.mx
www.itcm.edu.mx

Dedicatorias

A Dios por permitirme llegar a este momento.

A mis padres Elena Ofelia Valenzuela Alacio y Benito Victoria Mojica por seguir apoyándome en todo lo que me propongo.

A mi asesora la doctora Ana Beatriz Morales Cepeda, por la confianza, apoyo y paciencia que depositó en mí durante la realización de este proyecto.

Y a todos los que han participado en mi formación como estudiante y como persona.

Agradecimientos

Deseo agradecer al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por el apoyo económico otorgado mediante la beca con número 35507.

Al Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA), así como a la facultad de ingeniería de la Universidad Autónoma de Tamaulipas por haberme permitido utilizar sus instalaciones para la realización de este proyecto.

A mi grupo de sinodales las doctoras Nancy Patricia Díaz Zavala, Marisela Estefanía Ángeles San Martín y el doctor Hugo Eduardo de Alva Salazar por orientarme en la corrección de este trabajo.

A Anjuli Hernández Martínez, Juan Daniel Aldana Arreola, Rafael Maldonado Castillo y Mónica Álamos González por su grata compañía durante estos dos años.

Y por último pero no menos importantes quiero agradecer a Heydy Rivera Anguiano, Jessica Lozano Navarro, Ramses Abiud Acosta Escalante, Liliana Ponce González y Jorge Muñoz Rocha por alentarme a seguir con mis metas, además de brindarme su apoyo y amistad durante todo este tiempo.

Resumen

Un compuesto es un material combinado obtenido a partir de la unión no química de dos o más componentes, dicha unión da como resultado propiedades o características específicas a los materiales. Se considera que los compósitos están formados por dos fases: una continua, que se llama matriz y otra fase dispersa integrada por partículas o por fibras cortas o largas. El objetivo de este proyecto es el de estudiar el efecto provocado por la utilización de nanofibra de henequén (*Agave Fourcroydes*) en dos distintas matrices termoplásticas recicladas. Para cumplir el propósito antes mencionado las nanofibras fueron extraídas de las fibras del *Agave Fourcroydes* mediante procesos de purificación, mercerización y presurización para posteriormente elaborar compósitos con cinco y diez por ciento de nanofibra en matrices de polietileno de baja densidad (PEBD) y polipropileno (PP) provenientes de una industria dedicada al reciclaje, a los cuales se les agregó 5 gramos de compatibilizante comercial Polybond 3002. Las técnicas de caracterización que se emplearon fueron Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier (FTIR), Microscopía de Fuerza Atómica (AFM), Pruebas de Tracción, Pruebas de Impacto, Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y Microscopía de Luz Polarizada. En los espectros infrarrojos realizados a las fibras de henequén se aprecia la extracción exitosa de la celulosa atrapada en la lignina después de los tratamientos que se le realizaron ya que los picos característicos de esta última desaparecen mientras que los correspondientes a la celulosa se incrementan. La micrografía AFM confirmó la obtención nanofibras con diámetros que varían de 65 a 36 nanómetros; mientras que en lo correspondiente a las pruebas realizadas en la máquina universal se hace notar que el 10% de nanofibra resultó ser inadecuado para la mejora de las propiedades de tracción; ya que a diferencia de lo ocurrido con los compósitos reforzados con 5% de nanofibra, aquellos presentaron disminución en cuanto a los parámetros relacionados con el esfuerzo y la carga, además no lograron superar el incremento del módulo de Young obtenido por los compósitos con 5% de material celulósico al ser comparados con las matrices originales. Por último se puede mencionar que la nanofibra no fue capaz de disipar la energía producida por el impacto ya que en los compósitos con ambos porcentajes de nanofibra ocurrió una menor resistencia al ser probados. Con los termogramas de DSC se observó que la

Resumen

crystalinidad aumentó conforme se incrementó la cantidad de nanofibra, además se apreció que el polipropileno que se utilizó presentó una alta cantidad de crystalinidad tipo beta, lo cual se confirmó al observar dichas muestras en el Microscopio de Luz Polarizada que también sirvió para estudiar la orientación de las nanofibras en la matriz de PEBD.

Abstract

A composite is a combined material obtained from non-chemical union of two or more components. This material has specific properties or characteristics. Composites are considered formed by two phases: a continuous, called matrix and a dispersed phase constituted by particles, long or short fibers. The objective of this project is to study the effect caused by the use of nanofiber henequen (*Agave Fourcroydes*) in two different thermoplastic matrixes recycled. To achieve the above purpose, nanofibers were extracted from the fibers of *Agave Fourcroydes* through purification processes, mercerization and subsequently pressurized in order to develop composites with five and ten percent of nanofiber arrays of low density polyethylene (LDPE) and polypropylene (PP) obtained from an industry devoted to recycling, which were added 5 grams of commercial compatibilizer Polybond 3002. The characterization techniques used were Spectroscopy Fourier Transform Infrared (FTIR), Atomic Force Microscopy (AFM), Tensile Testing, Impact Testing, Differential Scanning Calorimetry (DSC) and Polarized Light Microscopy. The infrared spectra made to henequén fibers shows the successful extraction of cellulose trapped in the lignin after treatments that were performed, since the latter characteristic peaks disappear whereas those for cellulose increase. The AFM micrograph confirmed obtain nanofibers with diameters ranging from 65 to 36 nm while for the tests on the universal machine is noted that 10% of nanofiber was found to be inadequate for improving the tensile properties and unlike what happened with the composites reinforced with 5% of these showed nanofiber decrease in the parameters of strain and burden, and also failed to overcome the increase of Young's modulus obtained for the composites with 5% cellulosic material when compared with the original matrices. Finally we may mention the nanofiber was not able to dissipate the energy produced by the impact because in the composite nanofiber both percentages occurred less resistance to be tested. The DSC thermograms showed that the crystals increases with the increase the amount of nanofiber also appreciated that the polypropylene used had a high presence of beta-type crystallinity, which was confirmed by observing the samples in the Polarized Light Microscope which also served to study the orientation of the nanofibers in the matrix of LDPE.

| Contenido | | Página |
|---------------------------------|--|--------|
| Resumen | | |
| Abstract | | |
| Índice de figuras | | IV |
| Índice de tablas | | VIII |
| Introducción | | 1 |
| | | |
| Capítulo 1. Antecedentes | | 2 |
| 1.1 | Materiales compuestos (compósitos) | 2 |
| 1.1.2 | Tipos de materiales compuestos | 3 |
| 1.1.3 | Materiales compuestos estructurales | 3 |
| 1.1.3 | Materiales compuestos reforzados con partículas | 4 |
| 1.1.5 | Materiales compuestos reforzados con fibras | 4 |
| 1.2 | Generalidades de los nanocompósitos | 5 |
| 1.4 | Generalidades de la celulosa | 5 |
| 1.5 | Generalidades de los materiales lignocelulósicos | 6 |
| 1.6 | Generalidades de la hemicelulosa | 8 |
| 1.7 | Generalidades de la lignina | 9 |
| 1.8 | Compuestos extraíbles | 10 |
| 1.9 | Generalidades de los nanocompósitos celulósicos | 10 |
| 1.9.1 | Nanocompósitos reforzados con celulosa de tunicado | 10 |
| 1.9.2 | Nanocompósitos reforzados con celulosa bacteriana | 11 |
| 1.9.3 | Nanocompósitos reforzados con nanofibra celulósica | 11 |
| 1.10 | Características y aplicaciones de los materiales reforzados con fibras naturales | 13 |
| 1.11 | Métodos de elaboración de nanocompuestos poliméricos | 13 |
| 1.12 | Problemas en la elaboración de compósitos reforzados con fibras celulósicas | 14 |
| 1.13 | Compatibilización de los compósitos reforzados con celulosa | 15 |
| 1.14 | Generalidades del henequén | 16 |
| 1.14.1 | Morfología del henequén | 18 |
| 1.14.2 | Clasificación de las fibras de henequén | 19 |

| | | |
|---|---|----|
| 1.14.3 | Clima y suelo óptimos para el cultivo del henequén | 20 |
| 1.14.4 | Métodos de cultivos del henequén | 20 |
| 1.14.5 | Cosecha del henequén | 21 |
| 1.15 | Generalidades de los plásticos | 21 |
| 1.16 | Generalidades de los termoplásticos | 22 |
| 1.17 | Generalidades del polipropileno | 23 |
| 1.18 | Generalidades del polietileno de baja densidad | 25 |
| 1.19 | Generalidades sobre reciclado | 26 |
| 1.19.1 | Situación del reciclaje en México | 28 |
| Capítulo 2. Metodología Experimental | | 30 |
| 2.1 | Materiales y equipos | 30 |
| 2.2 | Tratamiento de las fibras | 30 |
| 2.2.1 | Purificación | 31 |
| 2.2.2 | Mercerización | 31 |
| 2.2.3 | Resurización | 31 |
| 2.3 | Elaboración del compuesto | 32 |
| 2.4 | Técnicas de caracterización | 33 |
| 2.4.1 | Espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FTIR) | 33 |
| 2.4.2 | Microscopía de fuerza atómica | 34 |
| 2.4.3.1 | Preparación de las probetas para pruebas mecánicas | 35 |
| 2.4.3.2 | Pruebas de tracción | 36 |
| 2.4.4 | Pruebas de impacto | 37 |
| 2.5 | Calorimetría diferencial de barrido (DSC) | 38 |
| 2.5.1 | Determinación de la cristalinidad | 39 |
| 2.4.6 | Microscopía de Luz Polarizada | 39 |
| Capítulo 3. Resultado y discusión | | 41 |
| 3.1 | Espectroscopia infrarroja | 41 |
| 3.2 | Microscopía de fuerza atómica | 47 |
| 3.3 | Pruebas de tracción | 50 |
| 3.3.1 | Esfuerzo y deformación | 50 |

| | | |
|-------|--|----|
| 3.3.2 | Módulo de Young | 61 |
| 3.3.3 | Máxima carga y rotura a la carga | 63 |
| 3.3.4 | Máximo desplazamiento y rotura al desplazamiento | 66 |
| 3.3.5 | Análisis global de los resultados de las pruebas de tracción | 69 |
| 3.4 | Pruebas de impacto | 70 |
| 3.5 | Calorimetría diferencial de barrido (DSC) | 72 |
| 3.6 | Microscopía de luz polarizada | 80 |
| | Conclusiones | 84 |
| | Referencias bibliográficas | 87 |

Índice de figuras

| Figura | Descripción | Página |
|---------------|--|---------------|
| 1.1 | Estructura de la celulosa | 6 |
| 1.2 | Representación esquemática de las relaciones entre los principales constituyentes de la pared celular vegetal (celulosa, lignina y hemicelulosa) | 7 |
| 1.3 | Componentes comunes de la hemicelulosa | 8 |
| 1.4 | Estructura base de la lignina | 9 |
| 1.5 | Representación de los componentes de la célula vegetal | 12 |
| 1.6 | Métodos de elaboración de nanocompuestos poliméricos | 14 |
| 1.7 | Representación de la interacción carga-compatibilizante-matriz | 16 |
| 1.8 | Planta de henequén | 17 |
| 1.9 | Fórmula del polipropileno | 25 |
| 1.19 | Formula del polietileno | 25 |
| 2. 1 | Tratamientos de la fibra a)Purificación, b)Mercerización, c)Presurización | 31 |
| 2.2 | Mezclador tipo Brabender | 32 |
| 2.3 | Molino para plásticos | 32 |
| 2.4 | Compósitos de polipropileno | 32 |
| 2.5 | Compósitos de polietileno de baja densidad | 32 |
| 2.6 | Espectrofotómetro IR por Transformada de de Fourier (FTIR) marca Perkin Elmer | 34 |
| 2.7 | Microscopio de fuerza atómica | 35 |
| 2.8 | Equipo para la elaboración de placas a) Prensa hidráulica con calentamiento b) prensa manual sin calentamiento | 35 |
| 2.9 | Máquina universal para pruebas mecánicas, marca Shimadzu | 36 |
| 2.10 | Probeta tensionada en la prueba de tracción | 36 |
| 2.11 | Medidor de Impacto Gardner | 37 |
| 2.12 | Calorímetro diferencial de barrido marca Perkin Elmer | 38 |
| 2.13 | Microscopio de luz polarizada marca Zeiss | 40 |
| 3.1 | Espectros infrarrojos de la celulosa antes y después de sus tratamientos químicos | 41 |
| 3.2 | Comparación de los espectros infrarrojos de la celulosa | 42 |
| 3.3 | Espectro infrarrojo del polietileno de baja densidad | 43 |
| 3.4 | Espectro del compuesto del polietileno de baja densidad reforzado con 5% de nanofibra | 43 |

| | | |
|------|---|----|
| 3.5 | Espectro del compuesto del polietileno de baja densidad reforzado con 10% de nanofibra | 44 |
| 3.6 | Espectro del polipropileno sin reforzar | 44 |
| 3.7 | Espectro del compuesto de polipropileno reforzado con 5 % de nanofibra | 45 |
| 3.8 | Espectro del compuesto de polipropileno reforzado con 10% de nanofibra celulósica | 45 |
| 3.9 | Comparación de los espectros de PEBD reforzados con nanofibra | 46 |
| 3.10 | Comparación de los espectros de PP reforzados con nanofibra | 46 |
| 3.11 | Fibra purificada y su espectro AFM usado para medir su longitud | 47 |
| 3.12 | Fibra mercerizada | 48 |
| 3.13 | Fibra mercerizada recortada y presurizada con su imagen tridimensional AFM | 48 |
| 3.14 | Micrografía para la medición del diámetro de la nanofibra | 49 |
| 3.15 | Micrografía para la medición del largo de la nanofibra | 49 |
| 3.16 | Diagrama esfuerzo-deformación para la matriz de polietileno de baja densidad | 51 |
| 3.17 | Diagrama esfuerzo-deformación para la matriz de polipropileno | 51 |
| 3.18 | Diagrama esfuerzo-deformación del polietileno de baja densidad sin reforzar | 52 |
| 3.19 | Diagrama esfuerzo-deformación del polietileno de baja densidad reforzado con 5% de nanofibra | 53 |
| 3.20 | Diagrama esfuerzo-deformación del polietileno de baja densidad reforzado con 10% de nanofibra | 53 |
| 3.21 | Diagrama esfuerzo-deformación del polipropileno sin reforzar | 54 |
| 3.22 | Diagrama esfuerzo-deformación del polipropileno reforzado con 5% de nanofibra | 54 |
| 3.23 | Diagrama esfuerzo-deformación del polipropileno reforzado con 10% de nanofibra | 55 |
| 3.24 | Cambio del máximo esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad | 56 |
| 3.25 | Cambio del máximo esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno | 57 |
| 3.26 | Cambio de la rotura al esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz del polietileno de baja densidad | 57 |
| 3.27 | Cambio de la rotura al esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno | 58 |
| 3.28 | Cambio de la máxima deformación en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad | 59 |
| 3.29 | Cambio de la máxima deformación en función del contenido de nanofibra | 59 |

| | | |
|------|--|----|
| | en la matriz de polipropileno | |
| 3.30 | Cambio de la rotura a la deformación en función del contenido de nanofibra en la matriz del polietileno de baja densidad | 60 |
| 3.31 | Cambio de la rotura a la deformación en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno | 60 |
| 3.32 | Cambio del módulo de Young en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad | 62 |
| 3.33 | Cambio del módulo de Young en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno | 62 |
| 3.34 | Cambio de la carga máxima en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad | 63 |
| 3.35 | Cambio de la carga máxima en función del contenido de nanofibra en la matriz del polipropileno | 64 |
| 3.36 | Cambio de la rotura a la carga en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad | 64 |
| 3.37 | Cambio de la rotura a la carga en función del contenido de nanofibra en la matriz del polipropileno | 65 |
| 3.38 | Cambio del máximo esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz del polietileno de baja densidad | 66 |
| 3.39 | Cambio del máximo esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno | 67 |
| 3.40 | Cambio de la rotura al desplazamiento en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad | 67 |
| 3.41 | Cambio de la rotura al desplazamiento en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno | 68 |
| 3.42 | Termograma de calentamiento para la matriz de polietileno de baja densidad | 73 |
| 3.43 | Termograma de calentamiento para el polietileno de baja densidad reforzado con 5% de nanofibra | 73 |
| 3.44 | Termograma de calentamiento para el polietileno de baja densidad reforzado con 10% de nanofibra | 74 |
| 3.45 | Termograma de calentamiento para la matriz de polipropileno | 74 |
| 3.46 | Termograma de calentamiento para el polipropileno reforzado con 5% de nanofibra | 75 |
| 3.47 | Termograma de calentamiento para el polipropileno reforzado con 10% de nanofibra | 75 |
| 3.48 | Termograma de enfriamiento del polietileno de baja densidad sin reforzar | 77 |
| 3.49 | Termograma de enfriamiento del compuesto de polietileno de baja densidad reforzado con 5% de nanofibra | 77 |
| 3.50 | Termograma de enfriamiento del compuesto de polietileno de baja densidad reforzado con 10% de nanofibra | 78 |

| | | |
|------|---|----|
| | densidad reforzado con 10% de nanofibra | |
| 3.51 | Termograma de enfriamiento del polipropileno sin reforzar | 78 |
| 3.52 | Termograma de enfriamiento del compuesto de polipropileno reforzado con 5% de nanofibra | 79 |
| 3.53 | Termograma de enfriamiento del compuesto de polipropileno reforzado con 10 % de nanofibra | 79 |
| 3.54 | Micrografía de PEBD sin reforzar: a) 50 x y b) 100x | 80 |
| 3.55 | Micrografías de PEBD reforzado con 5% de nanofibra: a) 50x y b) 100x | 81 |
| 3.56 | Micrografías de PEBD reforzado con 10% de nanofibra: a) 50x y b) 100x | 81 |
| 3.57 | Micrografías de PP sin reforzar: a) 50x y b) 100x | 82 |
| 3.58 | Micrografías de PEBD reforzado con 5% de nanofibra: a) 50x y b) 100x | 82 |
| 3.59 | Micrografías de PEBD reforzado con 10% de nanofibra:a) 50x y b) 100x | 83 |

Índice de tablas

| Tabla | Descripción | Página |
|--------------|--|---------------|
| 3.1 | Resultados globales de las pruebas de tracción | 68 |
| 3.2 | Comparación del máximo esfuerzo en compósitos con fibras de henequén | 69 |
| 3.3 | Resultados de las pruebas de impacto | 71 |
| 3.4 | Resistencia al impacto de algunos compósitos reforzados con materiales celulósicos | 71 |

Introducción

La presencia de los materiales plásticos en todas las áreas de consumo y sus cortos periodos de uso, han motivado a considerar el problema de sus residuos y la contaminación ambiental que originan. Además durante los últimos años se ha hecho cada vez más evidente que las materias primas no son inagotables. Por lo que el reciclaje es una alternativa viable para la utilización de materiales plásticos desechados.

En forma general, es aceptado que la elaboración de nuevos polímeros no es necesaria para cubrir ciertas necesidades de algún nuevo material, es por esto, que la elaboración de materiales compuestos o compósitos resulta más rápido y menos costoso que realizar la investigación para desarrollar un polímero nuevo (Pospisil y col., 1999)

Las propiedades de un material compuesto dependen de las características de los materiales que lo constituyen, es decir de la matriz y de la fibra o carga de refuerzo. Actualmente las fibras naturales han sido estudiadas como materiales para la elaboración de compósitos debido a su naturaleza renovable, bajo costo, fácil accesibilidad y que le confieren mejores propiedades de tracción a las matrices donde se encuentran.

La fibra de henequén (*Agave Fourcroydes*) contiene casi 80% de celulosa por lo que es una fuente llamativa de dicho material, es una planta que se puede encontrar en el noreste de México y ha sido un recurso natural que no ha sido explotado completamente en nuestro país ya que su uso común es para la elaboración de cuerdas, bolsas, costales, etc. (Mendoza, 2001).

Esta investigación emplea materiales plásticos reciclados como matrices y nanofibras de henequén como refuerzos para la elaboración nanocompósitos. Por lo tanto se está aprovechando un material renovable y materiales plásticos de postconsumo que de otra forma serían considerados contaminación ambiental.

1. Antecedentes

1.1 Materiales compuestos (compósitos)

Se denomina material compuesto a un material combinado obtenido a partir de la unión no química de dos o más componentes, que da lugar a propiedades o características específicas. La importancia bajo el punto de vista de la ingeniería que tienen los materiales compuestos es que las propiedades son superiores o en algún modo más importantes que los de sus componentes considerados individualmente, están formados por dos fases: una continua, que se llama matriz y otra fase dispersa integrada por partículas o por fibras (cortas o largas) (Miravete y Cuartero, 2003). La diferencia entre una mezcla y un material compuesto es la escala de tamaños. Las mezclas son combinaciones de cadenas de polímeros distintos a nivel molecular, mientras que los materiales compuestos pueden considerarse como mezclas a nivel macroscópico (Seymour y Carter, 1995).

En la mayoría de los materiales compuestos la fase dispersa es más dura y resistente que la matriz y las partículas de refuerzo tienden a restringir el movimiento de la matriz en las proximidades de cada partícula. En esencia, la matriz transfiere parte del esfuerzo aplicado a las partículas, las cuales soportan una parte de la carga. El grado de reforzamiento o de mejora del comportamiento mecánico depende de la fuerza de cohesión en la interfaz matriz-partícula (Miravete y Cuartero, 2003).

Los compósitos se usan en una variedad amplia de aplicaciones. Además, hay un esfuerzo considerable por mejorar su estructura para satisfacer los requerimientos de servicio. Entre los materiales que se utilizan para formar compósitos se encuentran principalmente los de origen biológico como la madera, huesos, dientes y la piel; todos estos compuestos poseen un diseño de estructuras interiores complejas para dar buenas propiedades mecánicas que satisfagan a los requisitos de uso. Se han adaptado estructuras de compósitos fabricados para diferentes propósitos de ingeniería y varias ramas de la ciencia (Hull y Clyne, 1996).

El estudio de compósitos reforzados con materiales biológicos está despertando un gran interés de la comunidad científica tanto nacional como internacional, ya que estos tienen cierto grado de biodegradabilidad (Torres y col., 2003).

1.1.2 Tipos de materiales compuestos

Basados en el criterio de la naturaleza de la fase dispersa para la clasificación de los materiales compuestos se pueden establecer tres grandes grupos: 1) compuestos estructurales 2) compuestos reforzados con partículas, 3) compuestos reforzados con fibras. Dependiendo de cada tipo de refuerzo las propiedades que adquiere el compósito variarán, lo cual puede ser útil al momento de seleccionar el material adecuado para cubrir las necesidades que se pretendan obtener en la elaboración de los materiales compuestos (Acevedo, 2006).

1.1.3 Materiales compuestos estructurales

Los materiales compuestos estructurales presentan una combinación de materiales homogéneos y las propiedades dependen más de la geometría del diseño de los elementos estructurales que de la naturaleza de los materiales constituyentes. Estas capas de materiales suelen ser laminares o sandwich y son muy anisotrópicos. Los metales, polímeros y cerámicos se utilizan para fabricar este tipo de materiales. El cermet es el ejemplo más común de este tipo de compósitos y está compuesto por una matriz de metal con partículas de cerámica, tiene gran aplicación en materiales para herramientas de corte en acero endurecidos con carburos precipitados. Estas partículas extremadamente duras aportan el efecto de cortante a la superficie pero son frágiles por lo que estos carburos por sí mismo no pueden soportar los grandes esfuerzos mecánicos en el corte. También se emplean cermets como ánodos en pilas de combustible (Acevedo, 2006). En el caso de los polímeros son comunes los materiales reforzados con negro de humo que son micropartículas (con diámetros entre 20 y 50 nm) esencialmente esféricas de carbono producidas por la combustión incompleta del gas natural u otros derivados del petróleo. La adición de este material (muy barato) al caucho vulcanizado

aumenta la tenacidad y las resistencias a la tracción, torsión y desgaste. Los neumáticos de los vehículos contienen entre un 15 y 30% en volumen de negro de humo (Acevedo, 2006).

1.1.4 Materiales compuestos reforzados con partículas

A su vez estos materiales se clasifican en materiales reforzados con partículas grandes y otros consolidados por dispersión. El término “grande” se utiliza para indicar las interacciones entre la matriz y las partículas a un nivel macroscópico. El material compuesto reforzado con partículas grandes más común es el hormigón. Las partículas pueden tener una gran variedad de geometrías, pero suelen tener aproximadamente las mismas dimensiones en todas las direcciones (equiaxiales) lo cual es la gran diferencia con las fibras. El reforzamiento es más efectivo cuanto menor tamaño tienen las partículas y más homogéneamente distribuidas están en la matriz. Las propiedades mecánicas mejoran con el contenido en partículas o lo que es lo mismo con el incremento de la relación partículas/matriz (Acevedo, 2006).

1.1.5 Materiales compuestos reforzados con fibras

Los materiales reforzados con fibras son el principal tipo de materiales compuestos comerciales. Como ejemplos pueden citarse los contrachapados que son laminados de madera pegados con una resina, normalmente amino resinas; los aglomerados son partículas de aserrín mezcladas con la fibra de vidrio (Giannelis y col., 1997). Son los materiales compuestos más conocidos por sus altas prestaciones mecánicas y el alto valor añadido del material final. La fase dispersa consta de fibras que es una microestructura muy anisotrópica, con hilos o cilindros de 2 a 10 μm de diámetro y 1 mm de longitud. Por tanto, tienen una longitud tres veces mayor que el diámetro. Mientras más estrechas sean las fibras los compósitos presentan resistencias comparativamente más altas. La explicación se debe a que disminuye la probabilidad de encontrar defectos en la escala macro-microscópica que son los principales responsables de que aparezca la grieta y la fractura y a que un menor diámetro permitirá que la fase dispersa se ancle con mayor fuerza en la matriz (Giannelis y col., 1997).

1.2 Generalidades de los nanocompuestos

Los nanocompuestos son una clase relativamente nueva de compósitos que se basa en la introducción de cargas, de cuando menos una dimensión de tamaño nanométrico, en una matriz polimérica. Las propiedades macroscópicas de un material compuesto reforzado con cargas nanométricas están determinadas por la matriz y la carga, en especial por diversos factores tales como su composición, las características de cada componente, la geometría y dispersión de la carga, interacciones carga/carga y matriz/carga y en algunos casos, la modificación de las características de la matriz (Pukanszky y Fekete, 1999).

Las propiedades físicas y mecánicas del material polimérico cargado con celulosa dependen fuertemente de su estructura, procesos de relajación y morfología, así como de una buena dispersión de la fibra para lograr la minimización de huecos. En especial, la buena dispersión de las fibras en una matriz polimérica esta reportado como algo muy difícil de lograr (Kawasumi, 1997).

1.4 Generalidades de la celulosa

La celulosa es la forma más abundante de biomasa en la corteza terrestre. Organismos fotosintéticos como plantas, algas y algunas bacterias producen más de 100 millones de toneladas de biomasa al año, la mitad de la cual está constituida por celulosa. La celulosa se encuentra con mayor frecuencia en el reino vegetal, en materiales como la madera, semillas y residuos agrícolas, presentando una morfología fibrilar. El reino animal también provee de celulosa, la más estudiada es la obtenida de la membrana de un animal marino comúnmente referido como tunicado (CERMAV, 2010).

La estructura de la celulosa (figura 1.1) se forma por la unión de enlaces β -glucosa a través de enlaces 1-4 glucosídicos. La celulosa es una larga cadena polimérica de peso molecular variable, con fórmula empírica $(C_6H_{10}O_5)_n$, a pesar de tener muchos hidroxilos libres, la celulosa es poco soluble en agua y prácticamente insoluble en la mayoría de los

disolventes polares debido a que estos grupos no se hidratan por estar actuando entre sí (Maya, 2008).

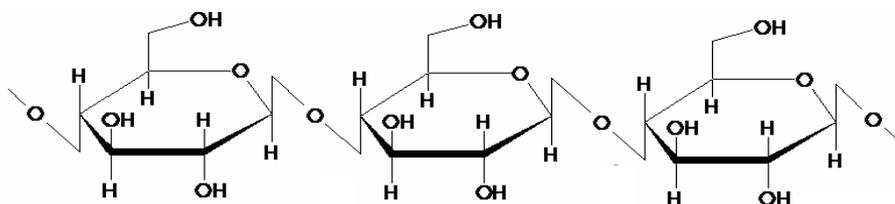


Figura 1.1 Estructura de la celulosa (Espitia, 2006).

Los grupos hidroxilo presentes en la macromolécula de la celulosa son los principales causantes de la variedad de enlaces hidrógeno inter e intra moleculares, los cuales dan origen a varios arreglos cristalinos ordenados (Kroon y col., 1986). En la literatura se han reportado 6 arreglos cristalinos para la celulosa, la nativa o tipo I, II, III_I, III_{II}, IV_I y IV_{II} (KCPC, 2010). La celulosa I se presenta de forma natural mientras las formas restantes son producidas a partir de la celulosa nativa mediante diferentes tratamientos químicos. La celulosa II se obtiene por regeneración o mercerización de la celulosa I. El tratamiento de la celulosa con amoníaco líquido o con ciertas aminas permite la preparación de la celulosa III a partir de celulosa I (III_I) o de celulosa II (III_{II}). La celulosa III tratada a altas temperaturas con glicerol es transformada en celulosa IV y se presentan dos alomorfos dependiendo de si se parte de III_I (IV_I) o de III_{II} (IV_{II}). Se ha encontrado que la celulosa tipo I contiene dos fases coexistentes: celulosa I_α y celulosa I_β en una proporción que varía dependiendo de su origen. La celulosa I_α se encuentra principalmente en algas y bacterias mientras que la celulosa I_β es el componente principal de plantas superiores y del tunicado (Atalla y Vanderhart, 1984). Las propiedades mecánicas de la celulosa han sido utilizadas en aplicaciones de materiales tales como la madera, el papel, construcción de mobiliario, ropa, empaques, etc., sin embargo las nanofibras de celulosa no han sido explotadas específicamente como refuerzo en polímeros termoplásticos (Giannelis y col., 1997).

1.5 Generalidades de los materiales lignocelulósicos

Los materiales lignocelulósicos, incluyendo los productos de origen agrícola y forestal, están constituidos por tres polímeros estructurales - celulosa, hemicelulosa y lignina -

y una serie de compuestos de bajo peso molecular solubles en agua (fracción hidrosoluble) o solventes orgánicos (los denominados extraíbles). También presentan pequeños contenidos en proteína y sales minerales (estimadas como cenizas tras combustión). La celulosa es el componente mayoritario (sobre un 50%), seguida de la lignina (alrededor de un 20%) y de la hemicelulosa (alrededor de un 15%) (Fengel y Wegener, 1984).

La lignina se encuentra más concentrada en la lámina media, que es la capa externa que une las paredes celulares de las fibras contiguas en los tejidos lignificados. El resto de las capas de la pared vegetal, incluyendo la pared secundaria que es la capa más gruesa, presentan también un cierto contenido de lignina pero están principalmente constituidas por celulosa y hemicelulosa (Rodríguez, 2006) tal y como se muestra en la figura 1.2.

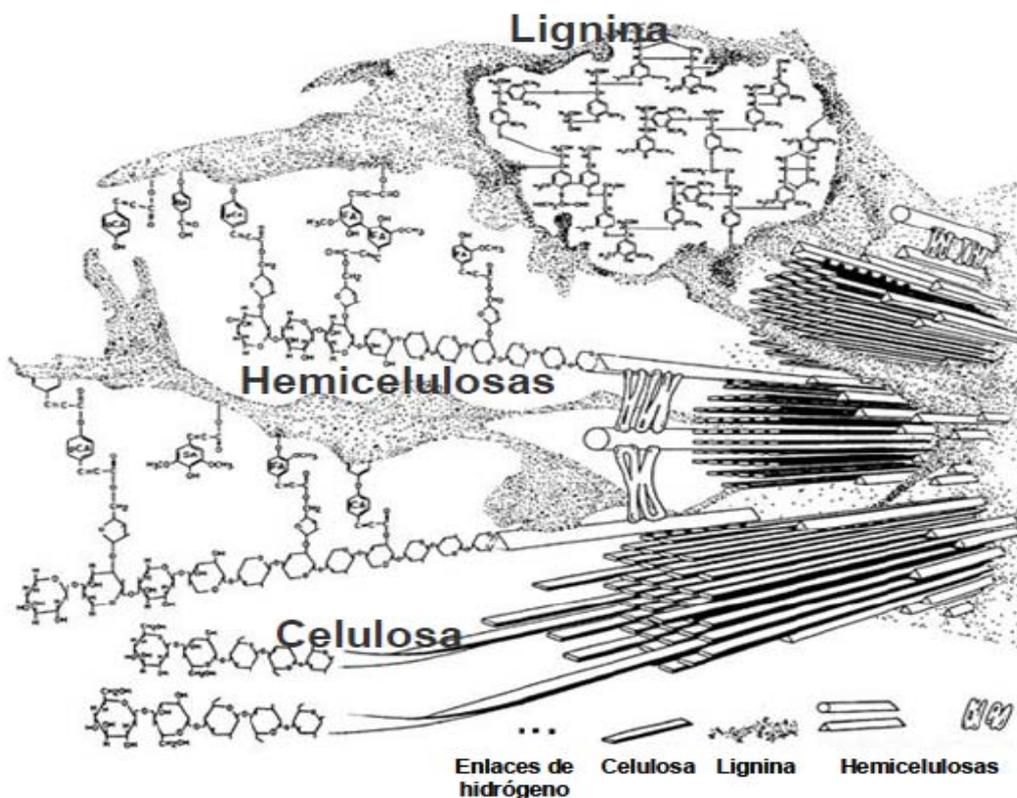


Figura 1.2 Representación esquemática de las relaciones entre los principales constituyentes de la pared celular vegetal (celulosa, lignina y hemicelulosa), (Bidlack y col., 1992).

En la figura anterior se aprecia que la lignina en la pared secundaria forma una matriz amorfa que protege a los polisacáridos frente a la degradación microbiana y la hidrólisis enzimática en general.

1.6 Generalidades de la hemicelulosa

Se llama hemicelulosa a un conjunto de polisacáridos (figura 1.3) químicamente heterogéneos, constituidos por diferentes unidades de monosacáridos incluyendo pentosas (xilosa y arabinosa), hexosas (glucosa, manosa y galactosa) y ácidos urónicos, enlazados entre sí por enlaces glicosídicos, formando estructuras ramificadas y en general amorfas. Algunas hemicelulosas están asociadas a la porción celulósica, mientras que otras lo están con la lignina. Actúan como matriz soporte para las microfibrillas de celulosa en la pared celular, y son de menor masa molecular, más accesibles, más fácilmente degradables y más fáciles de disolver que la celulosa (Rodríguez, 2006).

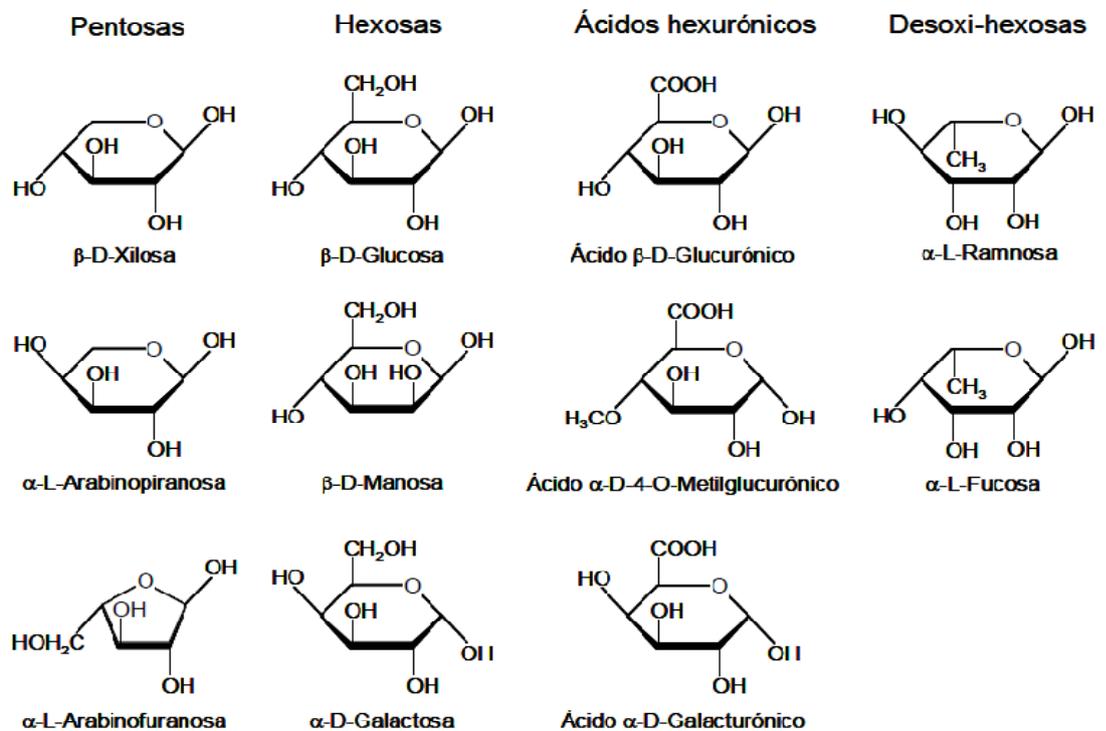


Figura 1.3 Componentes comunes de la hemicelulosa (Fengel y Wegener, 1984).

1.7 Generalidades de la lignina

La lignina es un polímero aromático formado por la condensación oxidativa de precursores fenólicos, muy ramificado y amorfo. Este polímero es muy resistente a la biodegradación y sus funciones son proteger a la celulosa del ataque microbiano, conferir resistencia e impermeabilidad a los materiales lignificados, y mantener unidas las fibras celulósicas (Rodríguez., 2006). La complejidad de la lignina se puede observar en la figura 1.4.

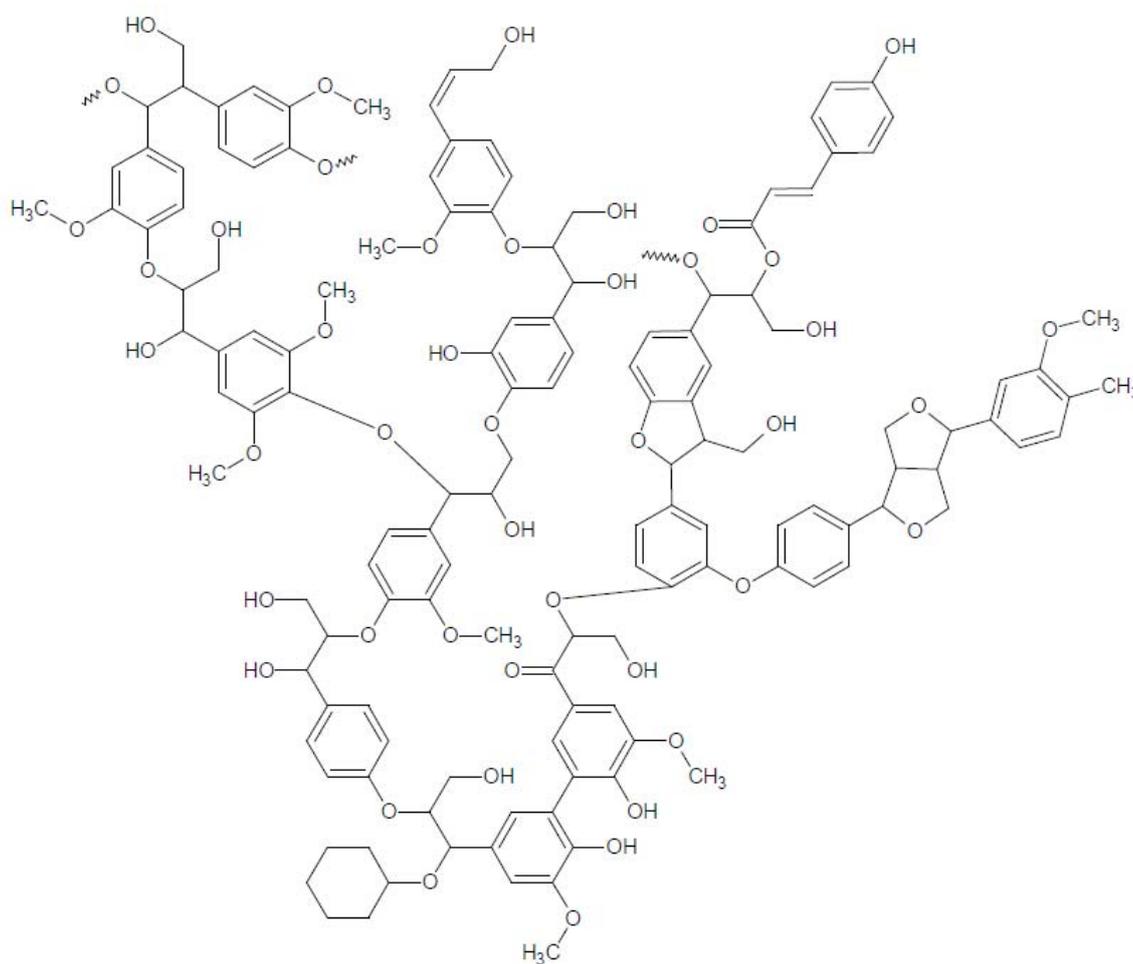


Figura 1.4 Estructura base de la lignina (Espitia, 2006).

1.8 Compuestos extraíbles

La biomasa vegetal incluye también una fracción de bajo peso molecular soluble en solventes orgánicos que engloba diferentes compuestos lipofílicos y polares (Fengel y Wegener, 1984). Una de las principales funciones de los compuestos extraíbles es la protección de la planta contra patógenos. La baja degradabilidad de muchos de estos compuestos contribuye a este fin, pero también origina problemas en ciertos aprovechamientos industriales de la biomasa vegetal (Hillis y Sumimoto, 1989). Entre estos compuestos se encuentran los ácidos grasos libres, alcoholes grasos libres, hidrocarburos, ceras, grasas, terpenos, y esteroides (Rodríguez, 2006). Los principales ácidos grasos esterificados en grasas y ceras son los ácidos oleico, y linolénico, junto con porcentajes muy inferiores de los ácidos palmítico y esteárico, entre otros (Peng y Roberts, 2000).

1.9 Generalidades de los nanocompósitos celulósicos

Las cargas que han sido estudiadas para la elaboración de nanocompósitos son muy variadas incluyendo sílice, arcilla, nanotubos de carbón y recientemente la celulosa, la cual es de particular interés debido a su forma y diversidad de fuentes de las que se puede obtener (Marchessault y col., 1959).

Una forma en la que se pueden clasificar los nanocompósitos reforzados con celulosa es de acuerdo a su origen, estos pueden ser provenientes del tunicado, bacterias o de la pared celular de las plantas.

1.9.1 Nanocompósitos reforzados con celulosa de tunicado.

El tunicado, es un animal marino de 5 – 10 cm de diámetro, que tiene una membrana de 1 cm de espesor que se localiza en el caparazón del tunicado donde se encuentra celulosa en forma de microfibras bien organizadas y por lo tanto altamente cristalinas. Su celulosa está constituida de varas delgadas (paralelepípedos) muy definidas llamadas “whiskers”, con dimensiones típicas de 15 – 20 nm de ancho y 1 μm de longitud, las cuales exhiben una alta

relación de aspecto y gran área superficial. Los whiskers de celulosa, obtenidos a partir de tunicado, se han empleado como cargas en matrices poliméricas que han estado constituidas de látex – acrilato, estireno, poliésteres, polihidroxioctanoato (PHO), polihidroxialcanoato (PHA), resinas epoxi y policloruro de vinilo (Favier y Chanzy, 1995).

1.9.2 Nanocompósitos reforzados con celulosa bacteriana

La celulosa bacteriana (CB) es un producto extracelular excretado por algunas bacterias, que son capaces de convertir azúcar, glucosa, glicerol u otras sustancias en celulosa pura. La celulosa bacteriana presenta la estructura de una red interpenetrada homogénea. La CB se ha utilizado para elaborar nanocompósitos ya que tiene características muy promisorias como material de refuerzo en plásticos ópticamente transparentes (Nogi y col., 2006).

1.9.3 Nanocompósitos reforzados con nanofibra celulósica

Hay una gama amplia de fibras orgánicas naturales que son potencialmente útiles para la elaboración de nanocompósitos, como el algodón, lino, yute, henequén así como la madera de diversos árboles.

Las propiedades de las fibras de celulosa son muy buenas en comparación con las fibras artificiales, particularmente en relación a la densidad. Aunque la producción de compuestos a base de tales fibras actualmente está muy limitada, puede aumentar en el futuro (Soulestin y col., 2007).

Las fibras de plantas naturales o biofibras se han usado en el pasado como un material de reforzamiento de diferentes tipos de matrices. Recientemente la atención se ha puesto en el uso para un material de reforzamiento de termoplásticos. Particularmente la industria automotriz ha mostrado interés en las ventajas que este tipo de fibras reforzadas pueden presentar. Las ventajas de las biofibras sobre las fibras reforzantes tradicionales, como la fibra de vidrio son: bajo costo, baja densidad (con ello buenas propiedades específicas), menos equipo de procesamiento, alta suavidad, biodegradabilidad y “ecológicamente

amigables” (ya que se produce a partir de recursos naturales). Las fibras naturales más usadas en la obtención de compósitos son: el sisal, el yute, el lino y las fibras de madera (Bledzki y Gasan, 1999).

En las plantas, la celulosa se encuentra en forma de microfibras en la pared celular primaria, secundaria y terciaria, organizadas ya sea de manera unidireccional o como una malla entretejida. Estas microfibras están asociadas a una matriz conformada principalmente de lignina y algo de hemicelulosa (Espitia, 2010). Las microfibras de celulosa tienen un diámetro desde 20 hasta 200 Å, mientras su longitud puede alcanzar varias decenas de micrones. Estas características son la causa de las propiedades mecánicas interesantes de las microfibras (Rondeau y col., 2003). La representación de la célula vegetal se aprecia en la figura 1.5.

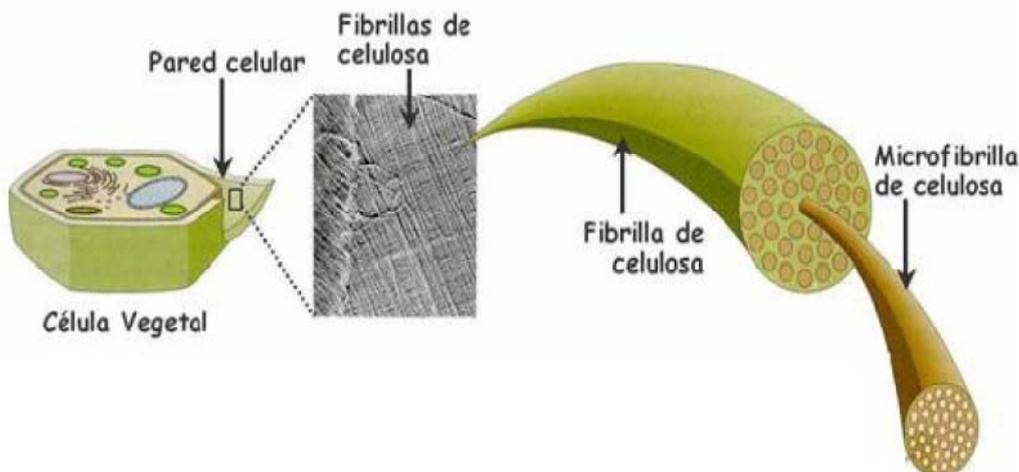


Figura 1.5 Representación de los componentes de la célula vegetal (KCPC,

Para la elaboración de nanocompósitos las microfibras son extraídas de la biomasa por un tratamiento químico seguido de un tratamiento mecánico, con el fin de obtener microfibras individuales. Como consecuencia, las microfibras de celulosa se desprenden del material que las rodea y mantiene unidas a otras microfibras para dar lugar a la formación de una estructura de red integrada por fibras de dimensiones nanométricas (Newman y Hemmingson, 1990).

1.10 Características y aplicaciones de los materiales reforzados con fibras naturales

Las características mecánicas y físicas del compuesto reforzado con fibras naturales son generalmente dependientes del contenido de fibra. El papel de la fibra es absorber choques y dar al material resistencia mecánica, mientras que la matriz sirve para distribuir los esfuerzos mecánicos sobre la estructura entera y protege las fibras contra daño (sobre todo químico) ambiental. La asociación fibra-matriz, ofrece combinaciones innumerables de características físicas y químicas con tan solo modificar los materiales constitutivos o la " arquitectura " del compuesto. Empleando diversas técnicas y orientación de las fibras, es posible controlar las características microscópicas del compuesto y poder obtener combinaciones con características inconcebibles para los materiales tradicionales. Los componentes de fibras naturales en termoplásticos y termofijos son usados para construir los soportes de las sillas, paneles de cielorrasos, bandejas, tableros y cubiertas de portamaletas. Las fibras de celulosa se pueden utilizar ya sea como fibras continuas, como colchoneta o petatillo.

1.11 Métodos de elaboración de nanocompuestos poliméricos

Los métodos desarrollados para la producción de nanocompósitos que han sido utilizados dependiendo de las propiedades de la fase dispersa y del polímero son tres: mezclado en solución, polimerización in-situ y mezclado en fundido.

Mezclado en solución: Consiste en disolver el material reforzante y el polímero en un solvente apropiado y colocar agitación al sistema para que el polímero pueda introducirse entre el refuerzo, posteriormente se evapora el solvente hasta obtener una muestra sólida, en la cual se espera obtener el nanocompósito (Yano, 1993).

Polimerización In-Situ: consiste en intercalar el sistema catalítico necesario para la reacción de polimerización en la región inter-facial de la fase dispersa e introducir el nuevo sistema a un reactor de polimerización donde se llevará a cabo una reacción. A medida que

crece la cadena de polímero, esta irá dispersando el refuerzo en si mismo (Heinemann y col., 1999).

Mezclado Mecánico en estado fundido: consiste en usar un mezclador mecánico tipo Brabender, el cual calienta el polímero hasta el punto de fundido, además el mezclador posee unas muelas que aplican un torque a la muestra generándole fuerza de cizalla. Cuando es adicionado el refuerzo el polímero es mezclado con éste (Vaia y Giannelis, 1993). En la figura 1.6 se representan los distintos métodos para preparar nanocompuestos poliméricos.

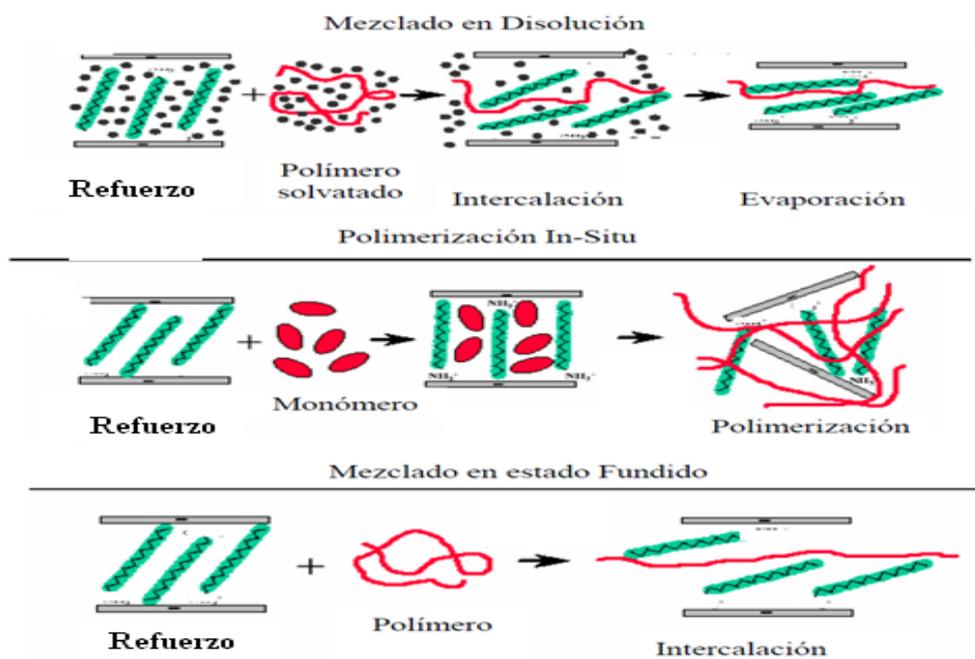


Figura 1.6 Métodos de elaboración de nanocompuestos poliméricos (Yano, 1993).

1.12 Problemas en la elaboración de composites reforzados con fibras celulósicas

Los termoplásticos no reforzados como el polipropileno y el polietileno tienden a ser procesados en extrusores monohusillo. Dentro de los problemas de procesabilidad que se presenta en los extrusores monohusillos para la elaboración de composites reforzados con fibras y nanofibras de origen vegetal se encuentran los siguientes: La utilización de materiales

celulósicos como agentes de refuerzo se ha visto limitada debido, a la presencia de los grupos OH, las fibras de celulosa tienen una alta cohesión molecular por lo que tienen poca compatibilidad con las resinas, las fibras naturales son generalmente hidrofílicas y muchos de los termoplásticos son hidrofóbicos, por lo tanto se requieren varias etapas para poder lograr la adecuada compatibilidad fibra/polímero y así mejorar la unión entre la matriz y la fibra reforzante (Torres y col., 2003). La mayoría de las fibras naturales se degradan alrededor de 180 a 200 °C (Mohanty y col., 2000). Como en la fabricación de papel, la formación de flóculos o irregularidades tienden a ser un problema en el procesamiento de los termoplásticos reforzados con fibras naturales, resultando en un decremento de la eficiencia del reforzamiento de los compósitos (Torres y col., 2003). La formación de burbujas en los compósitos depende del porcentaje de celulosa en el compósito, ya que con el incremento de la concentración de la misma provoca mayores dificultades en el procesamiento de la fibra y en la formación del compósito (Mohanty y col., 2000).

1.13 Compatibilización de los compósitos reforzados con celulosa

Cuando se preparan compósitos entre dos componentes que tienen naturaleza química diferente, no se presentan fuerzas de atracción entre ellos, por lo que se hace necesario un tercer componente que logre compatibilizar las fases (Salas, 2005). Un compatibilizante es generalmente una estructura de naturaleza semejante a la matriz polimérica, funcionalizada con grupos que pueden formar fuerzas de van der Waals entre la matriz y la fase dispersa o material de carga (Salas, 2005).

Uno de los compatibilizantes comerciales más conocidos es el Polybond, constituido por oligómeros de polipropileno funcionalizados con anhídrido maleico (Salas, 2005).

También se encuentran otros compuestos basados en polipropileno funcionalizado con ácido acrílico (Salas, 2005) y otros modificadores termoplásticos polares como monómeros funcionalizados con copolímeros de bloque estireno, entre otros (Espitia, 2010). En la figura

1.7 se esquematiza la interacción que se produce cuando se aplica un compatibilizante en la elaboración de un compuesto de matriz no polar y carga polar (celulosa).

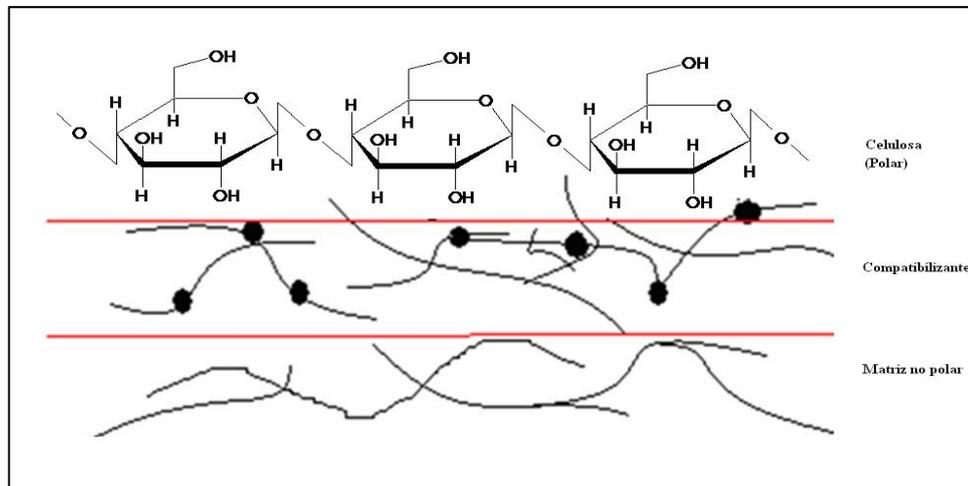


Figura 1.7 Representación de la interacción carga-compatibilizante-matriz

1.14 Generalidades del henequén

El henequén (figura 1.8) ha sido conocido y usado a través de muchos siglos en México, específicamente en la península de Yucatán. Fue cultivado en forma extensiva por los mayas. Posteriormente, los conquistadores españoles usaron las fibras para fabricar bramantes y cables para sus naves. La primera exportación a Europa se hizo en 1839 desde el puerto de Sisal en Yucatán. Aunque la planta ha sido introducida a varios países tropicales con fines experimentales, su cultivo a escala comercial no ha tenido mucho éxito fuera de Yucatán (Koeslag, 1991).

El henequén tiene un color desde casi blanco hasta el amarillento rojizo; se considera inferior a la fibra de Agave Sisal en resistencia, limpieza, textura y longitud. Un típico análisis de la fibra de henequén es el siguiente: humedad 4.6%, cenizas 1.1%, sustancias solubles en alcohol y benzol 3.6%, lignina 13.1% y celulosa 77.6%.

La producción mundial se calcula en 200,000 toneladas por año de fibra. El único país que produce henequén en gran escala es México. Su producción anual es de unas 175,000

toneladas. El segundo país productor es Cuba, con 10,000 toneladas, seguido por El Salvador con 2,000 toneladas.

A pesar de que la planta de henequén crece más lentamente que la de sisal, tiene más longevidad; en México puede vivir de 20 a 30 años. Esta planta produce cerca de 230 hojas durante su vida. Las células de las fibras son largas, con lumen grande.

La resistencia de los haces de fibras es menor que la del sisal. La longitud de la fibra de henequén varía de 60 a 150 cm y tiene de 0.13 a 0.5 mm de diámetro. Cada fibra comercial consta de uno o generalmente más hacesillos fibrovasculares compuestos de células alargadas de paredes gruesas, de 1.5 a 4 mm de largo. El promedio del diámetro mayor de las células es de 22.2μ y del menor 1.6μ , la célula es mayor que la de sisal, tiene ángulos redondeados y mucho menor uniformidad (Koeslag, 1991).



Figura 1.8 Planta de henequén (Xenoform, 2007).

1.14.1 Morfología del henequén

El henequén es una planta xerofita perenne, que se diferencia del sisal principalmente por el color de las hojas, que en aquel es gris y por la presencia de espinas en sus bordes. Sus principales características morfológicas son:

- 1) Planta. La planta joven tiene una roseta de hojas al nivel del suelo y a medida que avanza en edad, se forman nuevas hojas y un tronco de 1 a 5 cm de longitud. Las raíces fasciculadas y adventicias que emergen de la base del tallo son más delgadas que las del sisal. A partir de rizomas, se originan brotes basales o hijuelos que sirven como material de propagación.
- 2) Hojas. Son rígidas, grises de 1 a 2 m de longitud y de 10 a 15 cm de ancho. En los márgenes tienen numerosas espinas delgadas y curvas de 3 a 5 cm de largo, y espaciadas de 1 a 3 cm y una fuerte espina terminal de 2 a 5 cm de largo.
- 3) Inflorescencia. Hacia el final del ciclo de vida de la planta, el meristemo produce una panícula multifloral erecta, sobre un péndulo largo.
- 4) Flores. Sobre las ramas de la inflorescencia se producen flores de color amarillo claro, de pedicelo corto, y de 5 a 6 cm de largo. Los estambres y el pistilo tienen aproximadamente 4 cm de longitud.
- 5) Ovario. Tienen de 2 a 3 cm de diámetro. En el corte transversal presenta 3 carpelos. Después de la fertilización, el ovario se transforma en una capsula ovoide, ligeramente estipulada y terminada en punta. Varias semillas se producen en cada cápsula. Al igual que en el sisal, a partir de las axilas de los pedúnculos florales se producen bulbillos que se pueden usar como materia de propagación (Koeslag, 1991).

1.14.2 Clasificación de las fibras de henequén

El henequén es una planta monocotiledónea incluida en el orden Liliales, en la familia Agavaceae y en el género Agave. Pertenece a la especie Agave Fourcroydes. Se le conoce también con los nombres de sisal yucateco, sisal mexicano o maguey. Ya seca y parcialmente clasificada, la fibra se somete al proceso de cepillado para despegar sus distintos filamentos, liberarla del polvo y adherencias naturales que le hayan quedado todavía, tornándose así, más suave y limpia, factores coadyuvantes para su más fácil y mejor comercialización.

La fibra de henequén mexicano se clasifica según su color, limpieza y longitud en los siguientes grados:

Grado 1, es una fibra cepillada, con longitud promedio de 105 cm, carente de defectos de desfibrado y empaque, tales como ripio, nudos y zonas endurecidas, color blanco cremoso a crema.

Grado “A”: Tiene características similares a la anterior, pero de color ligeramente amarillo, con pocas manchas y un poco descolorida.

Grado “2”: Posee una longitud mayor de 75 cm, con presencia de ripio o estopa, nudos, zonas endurecidas y puntas pegadas. De color blanco cremoso a crema.

Grado 3L (Longitud 3): Es cepillada, tiene una longitud superior a los 90 cm, con escasos defectos de limpieza y presumiblemente libre de estopa ó ripio, nudos y zonas endurecidas. De color blanco cremoso o amarillento, con mayor proporción de manchas y fibras descoloridas que las presentes en el Grado “A”.

Grado “3”: Fibra cepillada con características similares a la anterior y una longitud superior a los 60 cm. Su color puede variar entre blanco cremoso a ligeramente amarillo, con

alta proporción de manchas y fibras más descoloridas que la anterior.

Grado SCWF: Se refiere a una fibra corta, limpia y blanca, es decir, fibra con longitud superior a los 45 cm, cepillada, carente de estopa, nudos y zonas descoloridas, de color crema a blanco cremoso.

Calidad extra: Son aquellas fibras requeridas para propósitos especiales según sea su longitud, textura, color, limpieza y empaque respectivamente (Koeslag, 1991).

1.14.3 Clima y suelo óptimos para el cultivo del henequén

El henequén prospera mejor en climas secos tropicales. En el estado de Yucatán se cultiva con una precipitación de 760 mm anuales, temperatura de 10 a 38° C, con inviernos secos y soleados, y en zonas que no son apropiadas para otros cultivos. La planta requiere de plena exposición solar, es capaz de soportar sequías pero no prospera en los encharcamientos. El henequén requiere suelos ligeros sueltos y con buen drenaje como los de Yucatán, en los cuales se cultiva con éxito, mientras que en Cuba prospera en suelos arenosos calcáreos, a lo largo de la costa (Koeslag, 1991).

1.14.4.- Métodos de cultivos del henequén

Los métodos de cultivo son similares a los de sisal. El henequén se propaga principalmente por hijuelos o brotes que pueden trasplantarse al campo tan pronto se separa de la planta madre. En caso de utilizar bulbillos, las pequeñas plántulas deben cultivarse en el vivero por lo menos 1 o 2 años, antes de llevarse a su lugar definitivo.

Debido a que el henequén tiene espinas laterales en sus hojas, las distancias de plantación generalmente son mayores que para el sisal. Comúnmente se planta a 3 m entre hileras y 1.2 m entre plantas de esta manera caben 1000 plantas por hectárea.

El cultivo debe deshierbarse durante los primeros años. Si las condiciones ecológicas lo permiten puede sembrarse una leguminosa de cobertura o también cultivos intercalados, como en el caso del sisal. (Koeslag, 1991).

1.14.5.- Cosecha del henequén

Bajo condiciones de aridez que prevalecen en Yucatán, la primera cosecha se realiza seis o siete años después del trasplante. Las cosechas subsecuentes se hacen 2 veces por año. Generalmente se cortan 20 a 25 hojas a cada planta por año. En Cuba, con mayor precipitación, la primera cosecha se hace el cuarto año. La cosecha se realiza de la misma manera que en el sisal. Para la industrialización de las hojas, se emplea el descortezamiento mecánico. Al igual que el sisal, se usan raspadores para la separación de la fibra de las hojas. La fibra húmeda se lleva directamente a los patios de secado. La fibra seca es de color amarillo claro, o casi blanco, y se comercializa bajo el nombre de sisal mexicano. El henequén crece más lentamente que el sisal. Ambas especies producen el mismo número de hojas durante su vida, aunque en el henequén se cosechan menos hojas por año. Las hojas contienen cerca de 4% de fibra. Durante un ciclo de vida de 5 años, el henequén produce 9.8 toneladas de fibra (Cervantes, 2008).

1.15 Generalidades de los plásticos

Los plásticos son sustancias orgánicas de alto peso molecular que se sintetizan generalmente a partir de compuestos de bajo peso molecular. La mayoría de los compuestos denominados “plásticos” son polímeros sintetizados a partir de compuestos orgánicos. Los plásticos se caracterizan por una alta relación resistencia/densidad, que son propiedades excelentes para el aislamiento térmico y eléctrico y una buena resistencia a los ácidos, álcalis y solventes. Las enormes moléculas de las que están integradas pueden ser lineales, ramificadas o entrecruzadas, dependiendo del tipo de plástico. Se pueden dividir en dos grandes grupos en

función de su comportamiento ante el calor; los que son termoplásticos y los plásticos termoestables. Los primeros se caracterizan por estar compuestos de moléculas lineales con pocos o ningún enlace cruzado, que se reblandecen al calentarse y empiezan a fluir; al enfriarse se vuelven sólidos nuevamente. Este proceso se puede repetir numerosas veces, ocurre lo contrario con los productos termoestables, los cuales consisten inicialmente de moléculas lineales que por calentamiento forman irreversiblemente una red de enlaces cruzados. Una de las aplicaciones principales del plástico es el empaquetado. Se comercializa una buena cantidad de polietileno de baja densidad en forma de rollos de plástico transparente para envoltorios, mientras que el polipropileno es una buena barrera contra el vapor de agua y tiene aplicaciones domésticas, entre las cuales se puede mencionar, su uso para fabricar alfombras y sogas (Lonkensgrd, 1999).

1.16 Generalidades de los termoplásticos

Los termoplásticos representan entre el 70-80% del consumo total de los plásticos y se caracterizan porque son resinas con una estructura lineal, que durante el moldeo en caliente no sufren modificación química, y quedan blandos y conformables. Sus cadenas poliméricas son independientes entre sí, es decir, no existen uniones químicas fuertes entre ellas, por lo que su estructura es como un entrecruzamiento caprichoso de cadenas (Obtesol, 2007).

Los termoplásticos, al calentarse, permiten que las cadenas se deslicen y resbalen unas sobre otras adquiriendo el llamado estado viscoelástico, permitiendo que puedan ser moldeados a presión. Dentro de este grupo podemos distinguir entre termoplásticos amorfos y semi-cristalinos (Obtesol, 2007).

En los amorfos la unión de las macromoléculas se produce por enlaces intermoleculares, donde las macromoléculas se posicionan de forma desordenada o entrelazada. Son frágiles cuando no llevan aditivos. Su resistencia mecánica es media y presentan poca resistencia a la fatiga. Se identifican fácilmente, ya que en ausencia de

pigmentos son transparentes. Por ejemplo, los mostradores de las tiendas suelen estar hechos de acrílico, por la alta transparencia que presenta este termoplástico amorfo (Obtesol, 2007).

Por otra parte en los semicristalinos las macromoléculas tienen zonas donde se alinean, se pliegan sobre sí mismas, formando pequeños cristales dentro de la matriz amorfa. Sus principales ventajas frente a los materiales amorfos son su resistencia mecánica alta y especialmente a la fatiga; son más rígidos y más resistentes a la tracción; tienen mayor resistencia a la fluencia y al calor. Como propiedades negativas, tienen una mayor viscosidad y temperatura de fusión; tienen una mayor contracción y son menos flexibles. Dentro de este grupo destacan el polietileno y el polipropileno (Obtesol, 2007).

1.17 Generalidades del polipropileno

El polipropileno (PP) es un polímero termoplástico, parcialmente cristalino, que se obtiene de la polimerización del propileno. Pertenece al grupo de las poliolefinas y es utilizado en una amplia variedad de aplicaciones que incluyen empaques para alimentos, tejidos, equipo de laboratorio, componentes automotrices y películas transparentes. Tiene gran resistencia contra diversos solventes químicos, así como contra álcalis y ácidos. Las moléculas de PP (figura 1.9) se componen de una cadena principal de átomos de carbono enlazados entre sí, de la cual se encuentran unidos los grupos metilo a uno u otro lado de la cadena. Cuando todos los grupos metilo están del mismo lado se habla de "polipropileno isotáctico", Cuando los grupos metilo están alternados a uno u otro lado se llama "polipropileno sindiotáctico", es muy poco cristalino, lo cual le hace ser más elástico que el PP isotáctico pero también menos resistente. Cuando los sustituyentes no tienen un orden aparente el polímero se conoce como "polipropileno atáctico", el cual es completamente amorfo y tiene pocas aplicaciones (Lonkensgrd, 1999).

La mayoría del polipropileno disponible comercialmente es isotáctico. El polipropileno isotáctico fue sintetizado a principios de 1954 por Giulio Natta, basándose en los trabajos sobre los catalizadores del polietileno desarrollados por Ziegler. Los catalizadores

desarrollados por Ziegler y Natta fueron capaces de producir polipropilenos isotácticos de elevado peso molecular y alto control de la tacticidad, lo que permitió que se desarrollara un alto nivel de cristalinidad. Es precisamente esta alta cristalinidad la que suscita que sea el polipropileno isotáctico el de mayor interés industrial con respecto a las configuraciones sindiotáctica y atáctica, ya que hace que presente mejores propiedades mecánicas (Gámez, 2007).

El polipropileno presenta una combinación única de propiedades físicas y químicas tales como gran durabilidad, alto punto de fusión (por lo tanto altas temperaturas de servicio), buenas propiedades al impacto, rigidez, claridad, alta resistencia química, neutralidad organoléptica, buena resistencia a la fatiga y buen aislamiento eléctrico. Estas propiedades además de su bajo costo y amplia disponibilidad, hacen que el polipropileno y sus derivados encuentren aplicación en otros sectores industriales como son el envase y embalaje (tapones, botellas, películas, tubos, etc.), en donde casi el 90% de su consumo es utilizado para aplicaciones en alimentos. Otras aplicaciones incluyen electrodomésticos, canalizaciones, mobiliario, juguetes, construcción, textil, agricultura, etc. (Macauley y col., 1998).

El polipropileno puede existir en diferentes formas morfológicas, dependiendo de la tacticidad de la resina y las condiciones de cristalización, tales como la presión, la temperatura y la velocidad de enfriamiento. Diferentes formas coexisten y una forma puede cambiar a otra a medida que las condiciones cambian. Las distintas fases cristalinas presentan diferencias en la geometría de la celdilla unitaria y cada fase posee una serie de propiedades características, derivadas de la estabilidad termodinámica y de la densidad del empaquetamiento (Gámez, 2007).

La forma más común y estable del PP cristalino, es la monoclinica. Esta se forma en condiciones normales de cristalización desde fundido o disolución y presenta esferulitas de α -PP que mostrarán una birrefringencia negativa en lugar de positiva (Bingsberg y Delange, 1968). Otra forma de cristalización del polipropileno común es la beta o estructura hexagonal la que le confiere mejores propiedades a dicho material (Navarro, 2010).

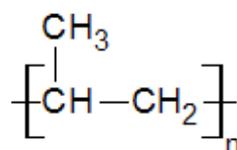


Figura 1.9 Fórmula del polipropileno (Alva, 2011).

1.18 Generalidades del polietileno de baja densidad

El polietileno de baja densidad (PEBD) es un polímero olefínico, termoplástico conformado por unidades repetitivas de etileno (Figura 1.10), tiene una estructura de cadenas muy ramificadas; esto hace que tenga una densidad más baja que la del polietileno de alta densidad, se caracteriza por tener buena resistencia térmica y química, ser resistente al impacto, es translúcido, poco cristalino, posee buena procesabilidad, es decir, se puede procesar por los métodos de conformado empleados para los termoplásticos, como inyección y extrusión, presenta dificultades para imprimir, pintar o pegar sobre él. Algunas de sus aplicaciones son: elaboración de sacos, bolsas, películas para invernaderos, juguetes, vasos, platos, cubiertos, botellas y recubrimiento de cables (Lonkensgrd, 1999). Se obtiene por polimerización del etileno a altas presiones con oxígeno o catalizador de peróxido y por mecanismo de radicales libres. Es un sólido más o menos flexible, según el grosor, ligero y buen aislante eléctrico es un material plástico que por sus características y bajo costo se utiliza mucho en envasado, revestimiento de cables y en la fabricación de tuberías (Alva, 2011). El PEBD es uno de los materiales poliméricos de mayor consumo debido a sus interesantes propiedades y bajo costo. Además poseen la ventaja de un fácil y económico procesado y posibilidad de reciclado y la incorporación de fibras cortas de refuerzo permite aumentar la rigidez y resistencia de estos materiales manteniendo la posibilidad de su transformación mediante las técnicas convencionales empleadas para procesar termoplásticos (Iducula y col., 2006).

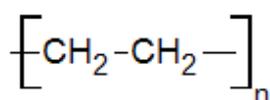


Figura 1.19 Formula del polietileno (Alva, 2011)

1.19 Generalidades sobre reciclado

El aumento en el consumo de los plásticos en la sociedad moderna, que se estima que crece un 4% anualmente, se ha producido en paralelo con el desarrollo tecnológico de estos materiales, cuyo uso se ha extendido además de en el campo ya convencional de los envases, en la fabricación de componentes en las industrias de automoción, vivienda, vestido y todo tipo de bienes de consumo. Se estima que se recupera o recicla menos del 15% de los materiales plásticos residuales. Los plásticos contenidos en los residuos sólidos urbanos (RSU) son mayoritariamente polietileno (PE) y polipropileno (PP) (alrededor del 60%) y en menor proporción están el poliestireno (PS), cloruro de polivinilo (PVC), polietilentereftalato (PET), poliestireno-butadieno (PS-BD), poli(metacrilato de metilo) (PMMA), etc. (Arandes y col., 2004). Desde esta perspectiva, la importancia de reciclar el plástico cobra así una dimensión inexistente en otros materiales y ayuda considerablemente a justificar su reciclado (Shelley y col., 1992). Un material reciclable es todo aquel material que posee propiedades físicas y químicas útiles después de ser utilizado para su propósito original y que puede ser utilizado o remanufacturado en productos nuevos. Las tecnologías de reciclado de plásticos se han dividido históricamente en cuatro categorías (Koeslag, 1991).

1. Reciclado primario. También conocido como reciclado de lazo cerrado, que involucra el procesado de un residuo poco contaminado en un producto con características similares a las de los productos elaborados en resina virgen. Ejemplo: el uso de botellas residuales para fabricar el mismo producto.

2. Reciclado secundario. Consiste en el procesado de plásticos residuales para obtener materiales que tienen propiedades inferiores a las del producto original. Ejemplo: los botes de leche de HDPE, frecuentemente son reciclados para obtener tubería para drenaje.

3. Reciclado terciario. Es la recuperación o producción de sustancias químicas y combustibles a partir de materiales residuales como parte de la corriente de residuos municipales o como un residuo independiente. Los procesos de pirólisis e hidrólisis, son ejemplos de este procesado terciario.

4. Reciclado cuaternario. Consiste en la recuperación del contenido energético de los plásticos residuales por medio de la combustión de los mismos. El proceso de incineración es el ejemplo más representativo.

Existen tres categorías generales de los plásticos residuales; post-consumo, pre-consumo e industrial o de manufactura (Arandes y col., 2004).

1. Materiales de post-consumo. Este grupo incluye materiales que han cumplido con el servicio para el cual fueron destinados sin considerar el tipo de consumidor, donde este puede ser una persona, una librería o un fabricante de partes automotrices.

2. Plásticos residuales de pre-consumo. Son aquellos materiales fabricados de productos terminados que no fueron comercializados. Ejemplo: botellas de shampoo color rojo que se llenaron con shampoo verde.

3. Plásticos residuales de manufactura. Son generados como parte de un proceso de fabricación de un producto plástico, que no fueron utilizados como producto acabado.

Por sus características muy similares y su misma procedencia, las dos últimas categorías se ubican dentro de un grupo de residuos industriales. Estos no suelen presentar

problemas de recuperación, ya que proceden de procesos en los que se utiliza un solo material polimérico. Los países de la comunidad europea que han participado más fuertemente en el reciclado de plásticos son, Alemania (694,000 toneladas), Italia (268,000 toneladas), Francia (196,000 toneladas), Países Bajos (Luxemburgo, Bélgica) (168,000 toneladas) y Reino Unido (163,000 toneladas) (Arandes y col., 2004).

1.19.1 Situación del reciclaje en México

México es uno de los países donde existe una problemática importante por la contaminación del agua, aire y suelo, ocasionada en gran medida, por los grandes volúmenes de residuos que se generan diariamente y que reciben escaso o nulo tratamiento adecuado. Esta situación se agrava porque la basura, que está conformada por residuos de composición muy variada, generalmente se junta y mezcla durante las labores de recolección lo que dificulta su manejo final. Si bien por sus características de peligrosidad la mayoría de los plásticos sintéticos no representan un riesgo para el ambiente, sí son un problema mayor porque no pueden ser degradados por el entorno. Al contrario de lo que ocurre con la madera, el papel, las fibras naturales o incluso el metal y el vidrio, los plásticos no se oxidan ni se descomponen con el tiempo. Se han desarrollado algunos plásticos biodegradables, pero ninguno ha demostrado ser válido para las condiciones requeridas en la mayoría de los vertederos de basura. Su eliminación es por lo tanto, un problema ambiental de dimensiones considerables.

La capacidad instalada de la industria de resinas sintéticas alcanzó aproximadamente 2.5 millones de toneladas, de las cuales el 77% corresponde a resinas termoplásticas y el 23% a resinas termoestables (INE, 2011).

Uno de los mayores problemas a los que se enfrenta el país en materia ambiental es el consumo del plástico; el consumo aparente en México fue de 29 kg/habitante, y se espera que por año se incremente a 49 kg/habitante (INR, 2011). Los residuos plásticos al año son

alrededor de 6 millones de toneladas y que se recolecta únicamente el 15% del plástico desechado. Por lo tanto se están poniendo en marcha estrategias que fomenten la cultura del reciclaje como las que aplica el Gobierno del Estado de México en la cual se obliga a los ciudadanos a separar los desechos en orgánicos e inorgánicos, además establecer acuerdos con grandes cadenas comerciales para ayudar a la recolección de materiales plásticos, con lo cual se espera aumentar el reciclaje en México. (INR, 2011).

2. Metodología experimental

2.1 Materiales y equipos

Las fibras del henequén se compraron como estropajos, en Cd. Madero, Tamaulipas, las matrices de polipropileno y de polietileno de baja densidad fueron compradas en forma de pellets al Grupo Reciclador Mexicano-Reciclaje de plásticos, de Monterrey Nuevo León. El polietileno de baja densidad es de color blanco con un peso molecular de 14000, mientras que el polipropileno es de color negro y tiene un peso molecular de 37000.

Las características de los reactivos utilizados se muestran a continuación.

Tolueno ($C_6H_5CH_3$) marca Baker ACS, 99.5% de pureza, PM= 92.14

Hidróxido de Sodio (NaOH) marca Fermont 98.9% de pureza

Alcohol etílico absoluto (CH_3CH_2OH) marca Fermont 99.9% de pureza

1-Octanol ($CH_3(CH_2)_7OH$) marca Sigma Aldrich 99% de pureza

Compatibilizante comercial Polybond 3002, 1% Anhídrido maleico

Etilenglicol (CH_2OHCH_2OH) marca Analytyka , PM= 62.07

Agua destilada (H_2O), PM=18.02

2.2 Tratamiento de las fibras

Para la obtención de nanofibras se utilizó la metodología de Antonio y col., 1999 con algunas modificaciones, dichos tratamientos fueron un proceso de purificación mediante extracción Soxhlet y otro de hidrólisis básica en alcohol, seguidas de otra etapa de secado, presurización y finalmente fueron recortadas con un triturador automático.

2.2.1 Purificación

Se purificaron 5 gramos de fibra con extracción Soxhlet (figura 2.1a) con una solución de 300 ml con volúmenes iguales de etanol/benceno por 24 horas a 90°C, seguidas de un lavado con etanol y agua para posteriormente secarlas a 60°C por 24 horas.

2.2.2 Mercerización

Después de purificar las fibras, 5 gramos de estas se sometieron a un proceso de mercerización (figura 2.1 b) en 10 ml de una solución acuosa de NaOH 40% en volumen con 400 ml de 1-octanol, aplicándoles agitación con la finalidad de homogeneizar la distribución del solvente en las fibras por un periodo de cuatro horas. Posteriormente fueron lavadas con etanol y agua hasta retirar el aroma a octanol y secadas a 60°C por otras 24 horas con la finalidad de eliminar la mayor cantidad de humedad posible.

2.2.3 Presurización

Una vez secas las fibras, estas fueron sometidas a tres kilogramos de presión con aire en reactor de alta presión marca Dedutel (figura 2.1 c) durante 12 horas para disminuir el diámetro de las fibras (Wang y col., 2009).



a)



b)



c)

Figura 2. 1 Tratamientos de la fibra a) Purificación, b) Mercerización, c) Presurización.

2.3 Elaboración del compuesto

Se elaboraron compósitos (figura 2.4 y 2.5) con 5 y 10% de nanofibra para cada tipo de plástico, adicionando a cada tipo de matriz 5% del peso total del compuesto de un compatibilizante comercial con anhídrido maleico (Polibond 3002) en un mezclador en fundido tipo Brabender (Figura 2.2) a 180°C y 70 rpm durante diez minutos, para posteriormente ser triturados en un molino para plásticos (figura 2.3).



Figura 2.2 Mezclador tipo Brabender.



Figura 2.3 Molino para plásticos.



Figura 2.4 Compósitos de polipropileno.



Figura 2.5 Compósitos de polietileno de baja densidad.

2.4 Técnicas de caracterización

Cuando se elabora un compuesto, es necesario caracterizarlo para conocer sus propiedades, lo que a su vez permite seleccionar las condiciones más adecuadas para su uso. En esta investigación se realizaron las siguientes técnicas de caracterización: Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier (FTIR), Microscopía de Fuerza Atómica (AFM), pruebas de tracción, Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y Microscopía de Luz Polarizada.

2.4.1 Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopía consiste en la medición e interpretación de fenómenos de absorción, dispersión o emisión de radiación electromagnética que ocurren en átomos, moléculas y otras especies químicas. Esta absorción o emisión se encuentra asociada a los cambios de estado de energía de las especies químicas que interactúan, puesto que cada especie tiene estados energéticos que la caracterizan, la espectroscopía puede utilizarse con fines de identificación. En la interacción con la radiación infrarroja, parte de la radiación incidente es absorbida a longitudes de onda específicas; la multiplicidad de vibraciones que ocurren simultáneamente produce un espectro de absorción muy complejo que es característico solamente de los grupos funcionales que están presentes en la molécula y de la configuración global de la molécula. Para el análisis cualitativo, uno de los mejores aspectos de un espectro de infrarrojo es que la absorción, o la no absorción, en regiones específicas de frecuencia pueden correlacionarse con movimientos específicos de estiramiento o de flexión y en algunos casos, con la relación de estos grupos y el resto de la molécula. El espectro de infrarrojo de un compuesto es esencialmente la superposición de bandas de absorción de sus grupos funcionales específicos, aunque las interacciones débiles con los átomos circundantes de la molécula le confieren un sello de individualidad al espectro de cada compuesto (Cervantes, 2008).

Para realizar este análisis se utilizó un espectrofotómetro IR por Transformada de Fourier (FTIR) marca Perkin Elmer modelo Spectrum One, ATR serial 10739 (figura 2.6).



Figura 2.6 Espectrofotómetro IR por Transformada de de Fourier (FTIR) marca Perkin Elmer.

2.4.2 Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

El Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) es un instrumento mecano-óptico capaz de detectar fuerzas del orden de los nanonewton. Al analizar una muestra, se registra continuamente la altura sobre la superficie de una sonda o punta cristalina de forma piramidal. La sonda va acoplada a un listón microscópico, muy sensible al efecto de las fuerzas, de sólo unos 200 μm de longitud. La fuerza atómica se puede detectar cuando la punta se aproxima a la superficie de la muestra. Se registra la pequeña flexión del listón mediante un haz láser reflejado en su parte posterior. Un sistema auxiliar piezoeléctrico desplaza la muestra tridimensionalmente, mientras que la punta recorre ordenadamente la superficie. Todos los movimientos son controlados por una computadora.

La resolución del instrumento es de menos de 1 nm, y la pantalla de visualización permite distinguir detalles en la superficie de la muestra con una amplificación de varios millones de aumentos (Nanotechnology, 2007). Los análisis de este tipo se realizaron con la finalidad de conocer el tamaño del diámetro que poseían las fibras utilizadas en la

elaboración de los compósitos, para ello se utilizó un Microscopio de Fuerza Atómica marca Veeco, de prueba de barrido.



Figura 2.7 Microscopio de fuerza atómica.

2.4.3.1 Elaboración de las probetas para pruebas mecánicas

Para la realización de los ensayos de tracción se elaboraron 5 probetas para cada concentración incluyendo aquellas que no fueron reforzadas, ya que estas se utilizaron como referencia para observar el cambio de las propiedades mecánicas. Las probetas fueron recortadas en forma de hueso siguiendo las especificaciones señaladas en la norma ASTM D638 a partir de placas que se elaboraron en una prensa hidráulica a 180°C y 10 toneladas de presión durante cinco minutos para posteriormente ser presionadas a 10 toneladas durante diez minutos en una prensa sin calentamiento.



a)



b)

Figura 2.8 Equipo para la elaboración de placas a) Prensa hidráulica con calentamiento
b) prensa manual sin calentamiento.

2.4.3.2 Pruebas de tracción

Si a un cuerpo o material definido se le aplica una fuerza, el resultado de esto es una deformación. Así la magnitud de la fuerza y el estiramiento pueden variar considerablemente con la muestra con respecto a la geometría del cuerpo y el tipo de cargamento (Birley y col., 1992). El principio de este tipo de pruebas se basa en que un cuerpo que es sujeto a la acción de una fuerza, sufre una deformación que es proporcional a la fuerza aplicada, si la fuerza es aumentada, llega el momento en que el material falla, es decir se rompe. Para observar las variaciones de los materiales elaborados se empleó una maquina universal Shimadzu y los resultados fueron analizados con el software Trapezium 2.



Figura 2.9 Máquina universal para pruebas mecánicas, marca Shimadzu.

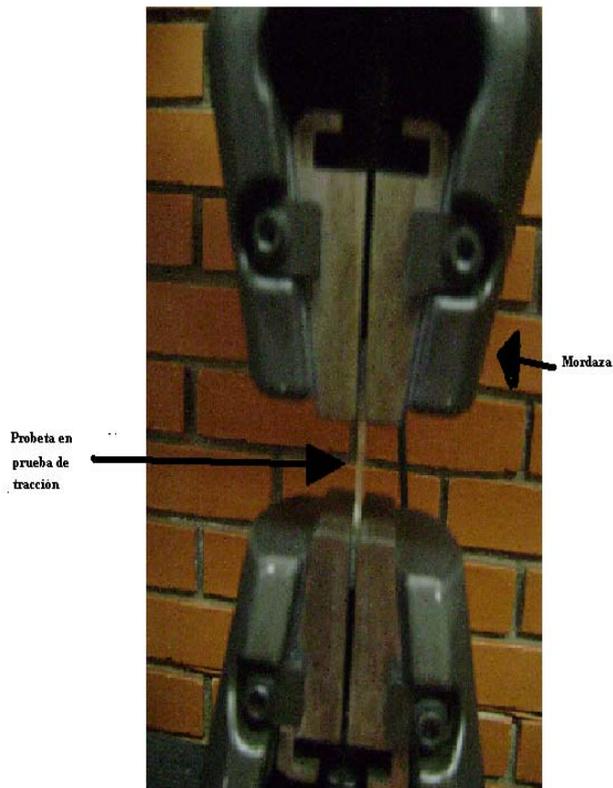


Figura 2.10 Probeta tensionada en la prueba de tracción.

2.4.4 Pruebas de impacto

La medición de impacto por caída libre de bola o dardo es un método tradicional para evaluar la resistencia al impacto o dureza de una película de plástico. Esta prueba utiliza una esfera metálica y una altura variable. Para realizar este tipo de pruebas se utilizó el medidor de Impacto Gardner el cual se utiliza también para establecer estándares de calidad para resistencia al impacto y penetración de superficies de muchos materiales de construcción como lo son los plásticos, resinas, fibra de vidrio, chapa, madera contrachapada, etc.

Los resultados del examen se puede utilizar como una evaluación de control de calidad o de comparaciones de uso final (Qualiest, 2011).

En este ensayo, se coloca una probeta en un agujero en un troquel montado sobre un yunque. El dardo es de punta redondeada. Posteriormente, se eleva hasta la altura deseada dentro de un tubo calibrado y se lo deja caer. Para esta tesis se realizaron 16 muestras de 28 mm de diámetro y 3 mm de espesor utilizando placas circulares y siguiendo la misma metodología que se empleó para la realización de las probetas mencionada en el punto 2.4.3.1, las primeras seis fueron para determinar el rango en que las placas romperían y las demás para confirmar su rotura al impacto a esa altura (Qualiest, 2011).



Figura 2.11 Medidor de Impacto Gardner.

2.5 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

La Calorimetría de Diferencial de Barrido es una técnica termoanalítica en la que la diferencia de calor entre una muestra y una referencia es medida como una función de la temperatura. La muestra y la referencia son mantenidas aproximadamente a la misma temperatura a través de un experimento. Generalmente, el programa de temperatura para un análisis DSC es diseñado de tal modo que la temperatura del portador de muestra aumenta linealmente como función del tiempo. La muestra de referencia debería tener una capacidad calorífica bien definida en el intervalo de temperaturas en que vaya a tener lugar el barrido. El principio básico subyacente a esta técnica es que, cuando la muestra experimenta una transformación física tal como una transición de fase, se necesitará que fluya más o menos calor a la muestra que a la referencia para mantener ambas a la misma temperatura. El que fluya más o menos calor a la muestra depende de si el proceso es exotérmico o endotérmico. Cuando la muestra experimenta procesos exotérmicos (tales como una cristalización) se requiere menos calor para alcanzar la temperatura de la muestra. Determinando la diferencia de flujo calorífico entre la muestra y la referencia, los calorímetros DSC son capaces de medir la cantidad de calor absorbido o eliminado durante tales transiciones (Cervantes, 2008).

En este trabajo se utilizó un calorímetro diferencial de barrido Perkin Elmer Pyris 1 (figura 2.12), en donde se corrieron muestras encapsuladas en celdas de aluminio y que fueron corridas de 50 a 200°C a una velocidad de 10°Cmin⁻¹, se utilizó nitrógeno como gas de arrastre.



Figura 2.12 Calorímetro diferencial de barrido marca Perkin Elmer.

2.5.1 Determinación de la cristalinidad

El propósito de la realización de los análisis de DSC en esta investigación, además de observar las transiciones, también fue el de determinar el grado de cristalinidad para lo cual se empleó la siguiente fórmula:

$$X_i = \left(\frac{\Delta H_i}{\Delta H_i^0} \right) \times 100$$

Donde X_i es el grado de cristalinidad y ΔH_i es el calor específico de fusión de la muestra el cual fue determinado al calcular el área bajo los picos de fusión de las muestras, utilizando el programa OriginLab 8.5, ΔH_i^0 es el calor de fusión estándar de los polímeros totalmente cristalinos que para el polietileno de baja densidad es de 276.98 Jg^{-1} . Debido a que el polipropileno utilizado presentó fases alfa y beta de cristalización se emplearon los valores de 177 Jg^{-1} y 168 Jg^{-1} respectivamente para sus calores de fusión y de 209 Jg^{-1} para calcular la cristalinidad total de la muestra ya, que de acuerdo con Chourday y col., 1991 esos son sus valores correspondientes.

2.4.6 Microscopía de Luz Polarizada

Para la observación de la textura cristalina que se presenta en el PP y para la observación de la distribución de las nanofibras en la matriz de PEBD se observaron dichas muestras bajo luz polarizada empleando un microscopio Zeiss.

El principio de un microscopio de luz polarizada es el de birrefringencia (doble refracción) en el que se utiliza un microscopio normal al que se le interpone un prisma de nicol que transforma la luz en luz polarizada plana y el objeto aparece como una estructura luminosa sobre un fondo oscuro (Zeiss, 2011).

Las fotografías fueron tomadas con una cámara digital Samsung ES1, con aumentos de 50x y 100x. En la figura 2.13 se aprecia el microscopio de luz polarizada marca Zeiss, que se utilizó en esta investigación.



Figura 2.13 Microscopio de luz polarizada marca Zeiss.

3. Resultados y discusión

3.1 Espectroscopía infrarroja

Los espectros infrarrojos realizados con el propósito de caracterizar a las fibras y los materiales poliméricos reforzados y sin reforzar se muestran a continuación con su respectiva interpretación.

En la figura 3.1 se aprecian los tres espectros infrarrojos de las fibras de henequén (sin tratar químicamente, purificadas y mercerizadas). En el espectro de la fibra mercerizada se observa la desaparición de los picos entre las regiones 1728 y 1610 cm^{-1} los cuales son atribuidos a las vibraciones de los anillos aromáticos de la lignina, la cual es el componente principal que envuelve a la celulosa en las fibras de Agave Fourcroydes. Además se observa el incremento de los picos entre 1025 cm^{-1} correspondiente a la tensión del enlace C-O-C y de los picos entre 3251 cm^{-1} de la tensión producida por el enlace OH, ambos pertenecientes a la estructura de la celulosa, con lo que se demuestra la extracción exitosa de celulosa, lo que se aprecia mejor en la figura 3.2, en donde se presentan los tres espectros sobrepuestos.

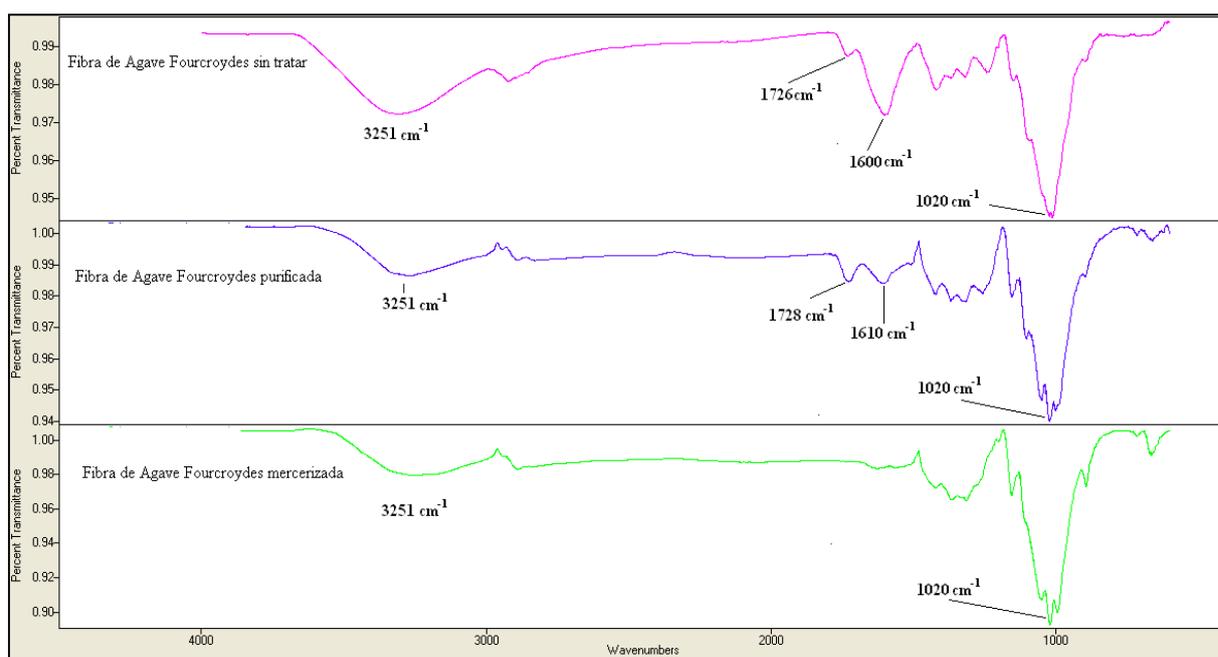


Figura 3.1 Espectros infrarrojos de la celulosa antes y después de sus tratamientos químicos.

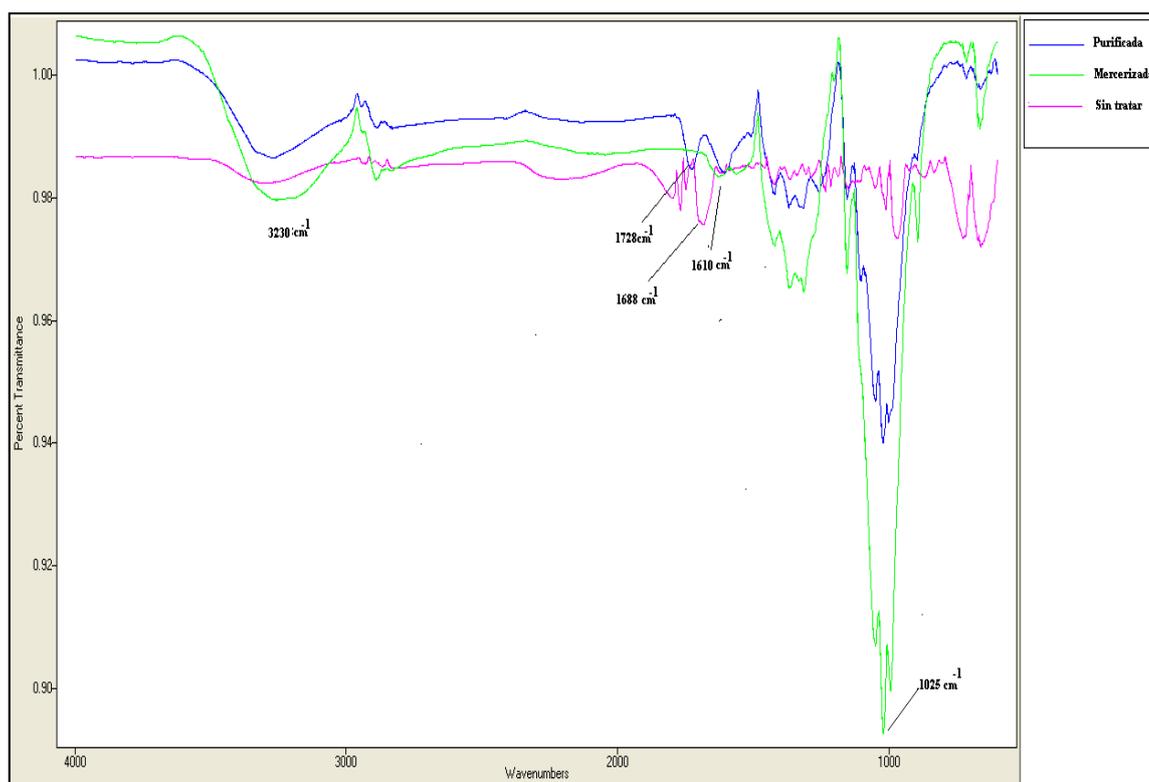


Figura 3.2 Comparación de los espectros infrarrojos de la celulosa.

En la figura 3.3 se aprecian los picos característicos del polietileno de baja densidad, en las regiones de 2915 y 2847 cm^{-1} aparecen los estiramientos asimétricos y simétricos del C-H y en 1465 cm^{-1} flexiones del enlace C-C, mientras que en 1684 cm^{-1} aparece el estiramiento simétrico del enlace C-C.

En las figuras 3.4 y 3.5 continúan observándose los picos en las regiones de 2915, 2847 y 1465 cm^{-1} , más los correspondientes al anhídrido maleico, que en 1769 y 1745 son debido a los estiramientos asimétricos y simétricos del enlace C=O y en 1147 al estiramiento asimétrico del C-O. Además se observa la presencia de los picos correspondientes a la celulosa.

En el espectro de la figura 3.6 y 3.7 se observan los picos característicos del polipropileno, en 2916 y 2850 cm^{-1} los estiramientos del enlace C-H, en 1467 cm^{-1} el doblamiento asimétrico de los enlaces C-H y CH_2 , en 1374 cm^{-1} el doblamiento simétrico del enlace CH_3 y en 1100 cm^{-1} el estiramiento del grupo C-C, mientras que en las figuras

3.7 y 3.8 se aprecia entre 1745 cm^{-1} el estiramiento asimétricos del enlace C=O del anhídrido maleico más los picos correspondientes a la celulosa.

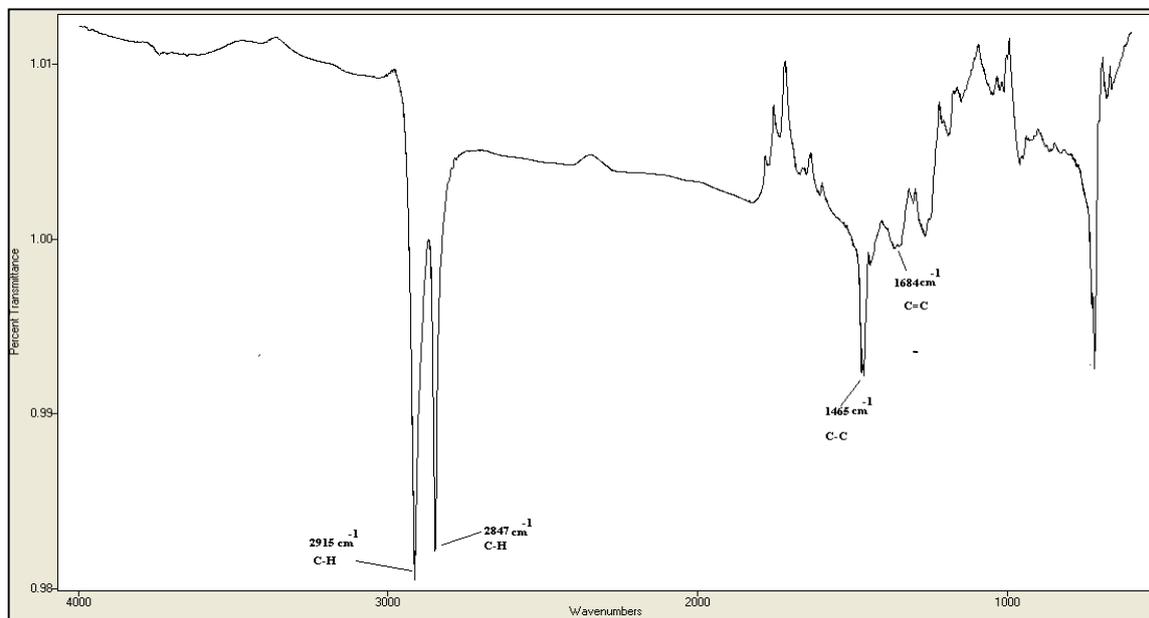


Figura 3.3 Espectro infrarrojo del polietileno de baja densidad.

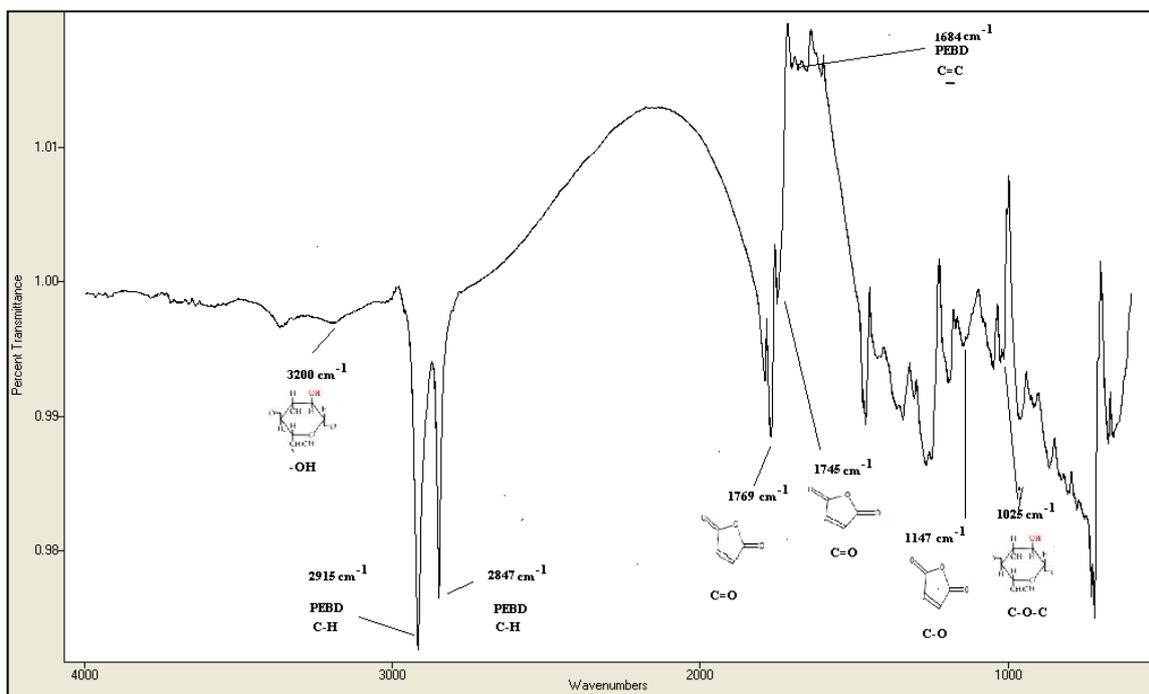


Figura 3.4 Espectro del compuesto del polietileno de baja densidad reforzado con 5% de nanofibra.

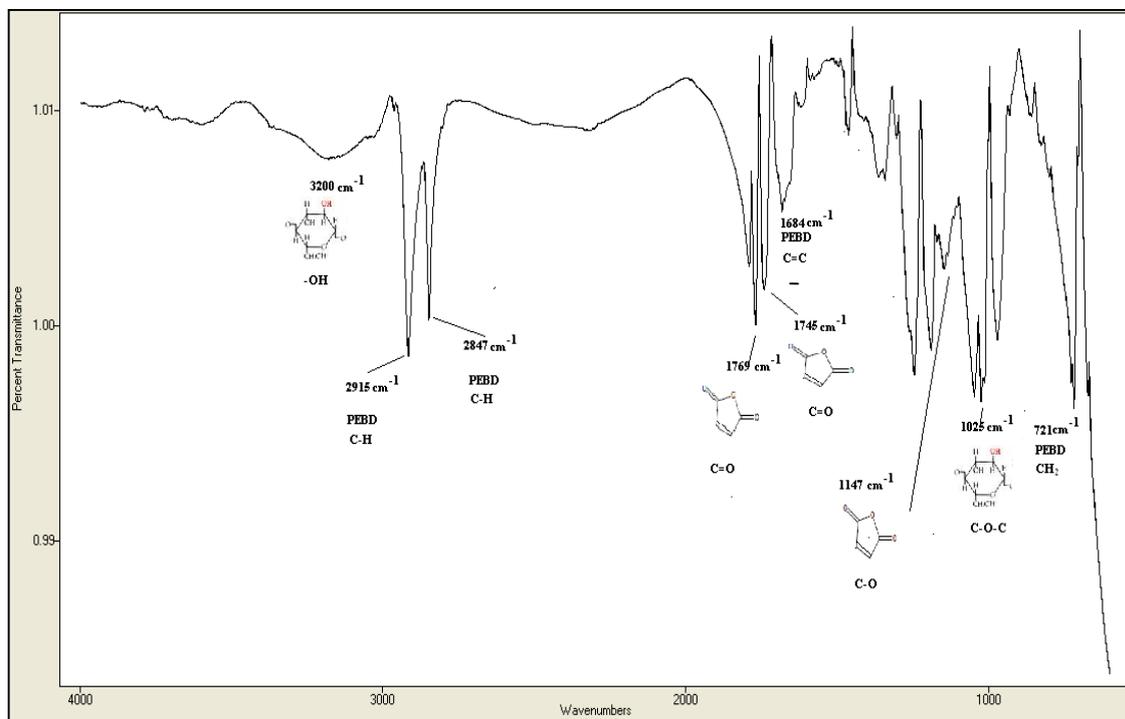


Figura 3.5 Espectro del compuesto del polietileno de baja densidad reforzado con 10% de nanofibra.

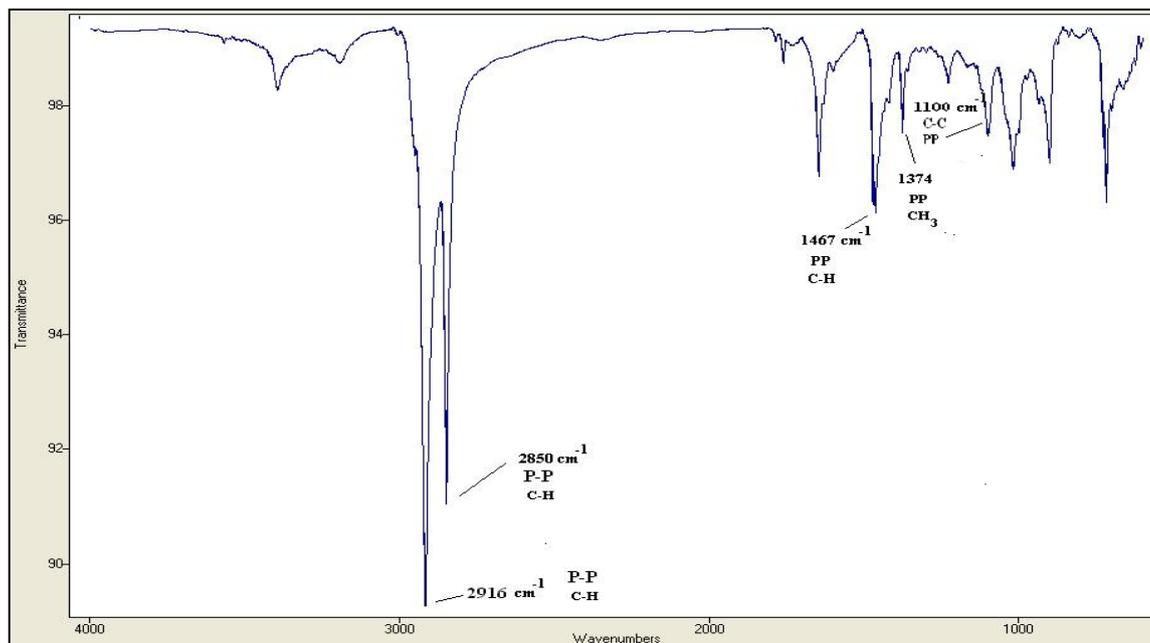


Figura 3.6 Espectro del polipropileno sin reforzar.

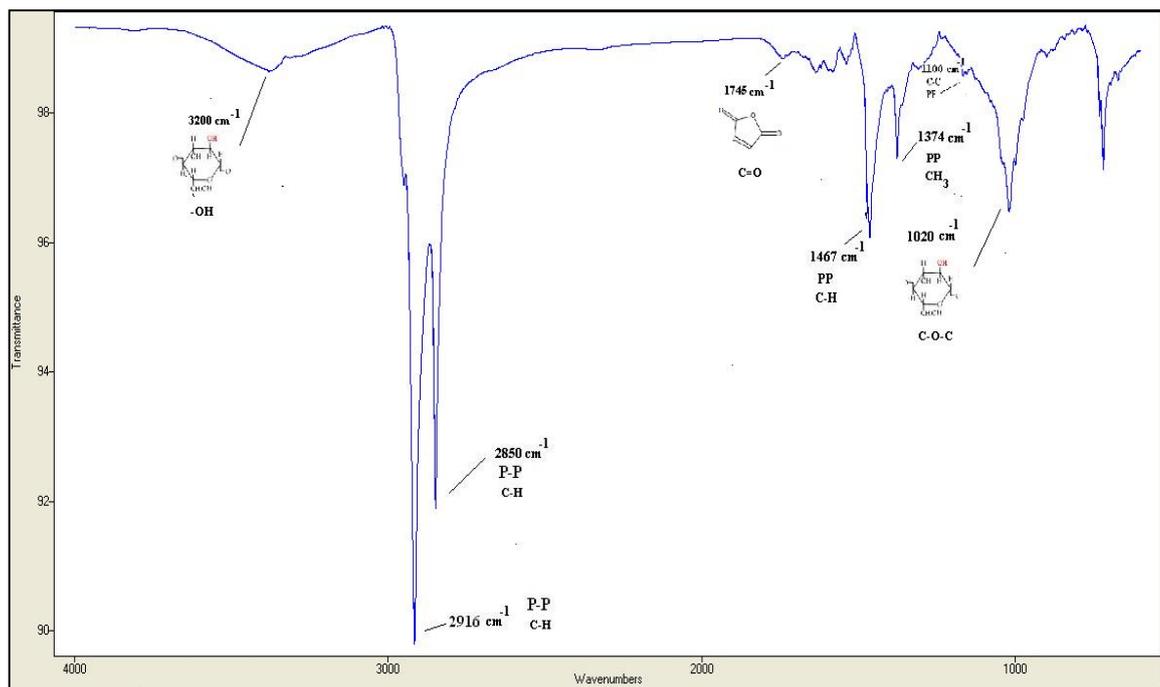


Figura 3.7 Espectro del compuesto de polipropileno reforzado con 5 % de nanofibra.

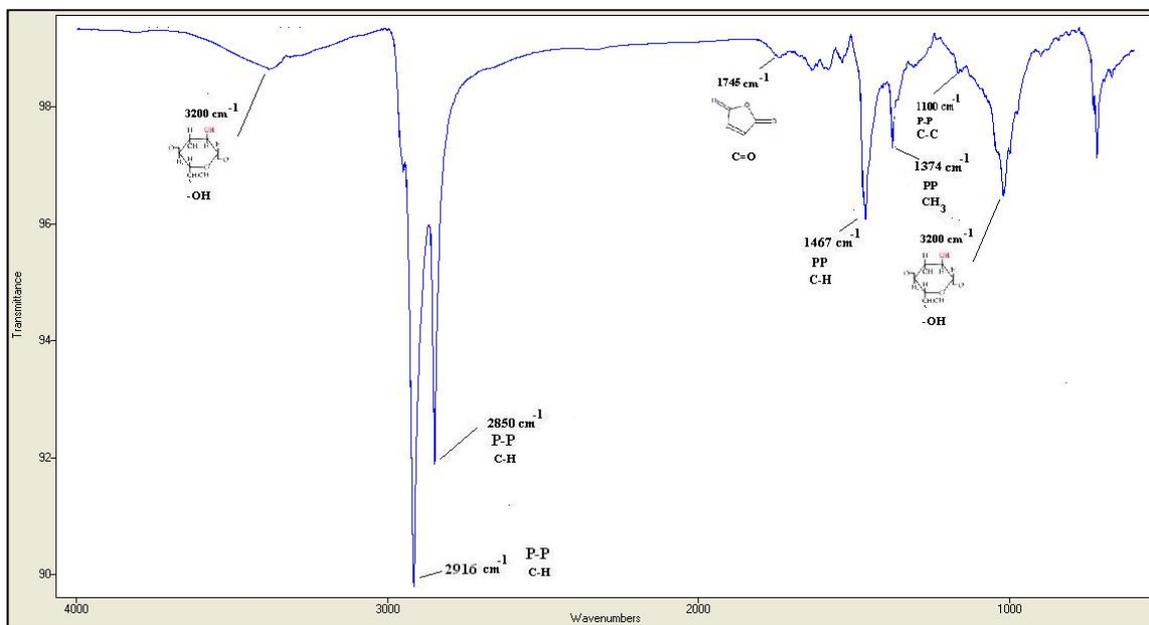


Figura 3.8 Espectro del compuesto de polipropileno reforzado con 10% de nanofibra celulósica.

En las figuras 3.9 y 3.10 se comparan los espectros reforzados con nanofibra celulósica de la matriz de polietileno de baja densidad y de polipropileno respectivamente. Se observa que las bandas absorción correspondientes a la estructura de la celulosa aparecen con mayor intensidad en los materiales compuestos con 10% de nanofibra, esto es debido a que se encuentra en mayor concentración, lo cual se ve reflejado en regiones alrededor de 1025 y 3200 cm^{-1} .

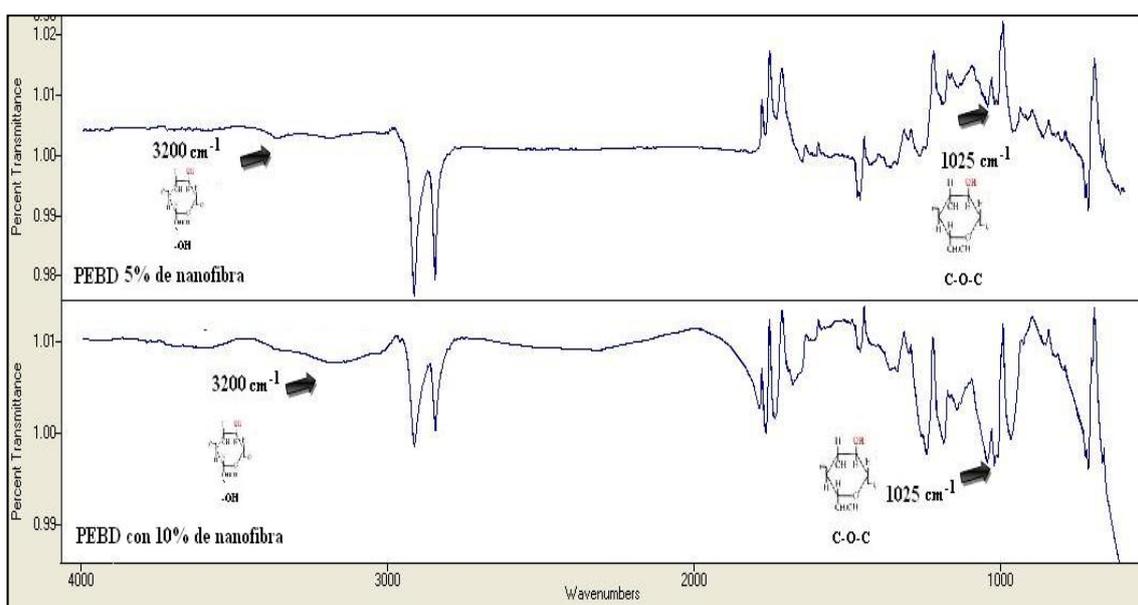


Figura 3.9 Comparación de los espectros de PEHD reforzados con nanofibra.

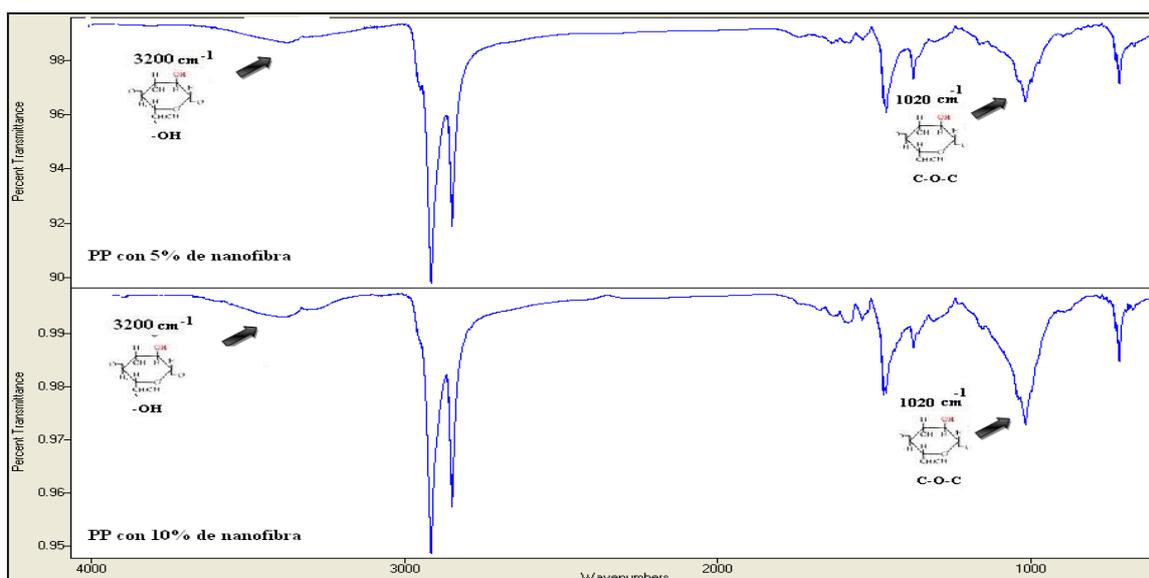


Figura 3.10 Comparación de los espectros de PP reforzados con nanofibra.

3.2 Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

La figura 3.11 muestra la fibra después de haber sido purificada con la mezcla etanol/tolueno, la cual se compone de filamentos con diámetros de alrededor de 4.84 micrómetros lo que fue medido en la imagen AFM que se observa a su lado. En la imagen 3.12 se observa la fibra después de haber sido mercerizada y en la figura 3.13 se aprecia la imagen tridimensional obtenida en el análisis AFM de la nanofibra, la ilustración 3.14 muestra la micrografía AFM realizada a una fibra después de ser mercerizada y presionada, donde se observan diámetros que varían de 65 a 36 nanómetros y la figura 3.15 se utilizó para medir el largo de la nanofibra, el cual dio como resultado 0.3 micrómetros y de acuerdo con Silva, 2004, una longitud de 0.1 a 100 micrómetros promueve una dispersión más eficiente dentro de la matriz, en comparación con la que se presenta cuando se usan fibras de longitudes mayores .

En las imágenes se aprecia el cambio físico de la fibra proceso tras proceso y con la micrografía tomada a la última muestra se comprobó que el diámetro final es de dimensiones nanométricas.

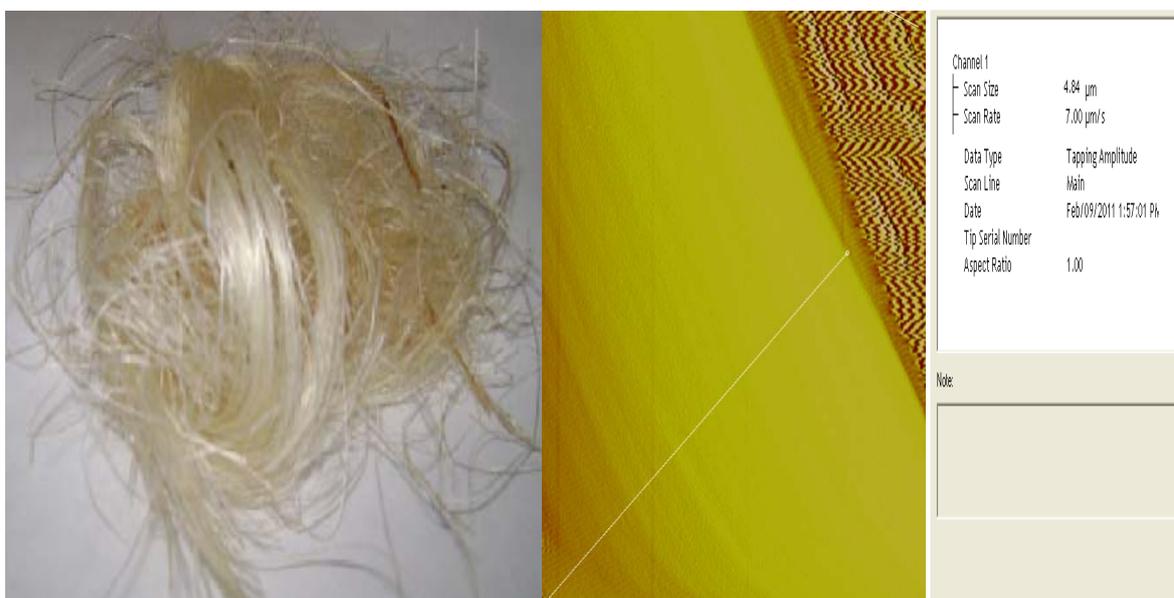


Figura 3.11 Fibra purificada y su espectro AFM usado para medir su longitud.



Figura 3.12 Fibra mercerizada.

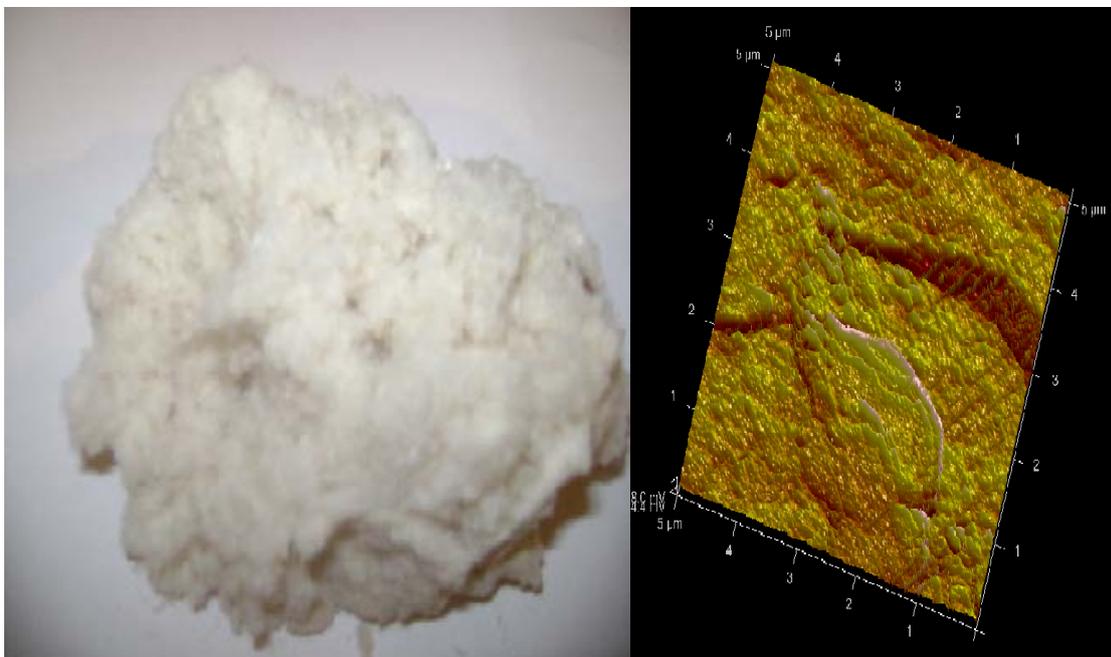


Figura 3.13 Fibra mercerizada recortada y presurizada con su imagen tridimensional AFM.

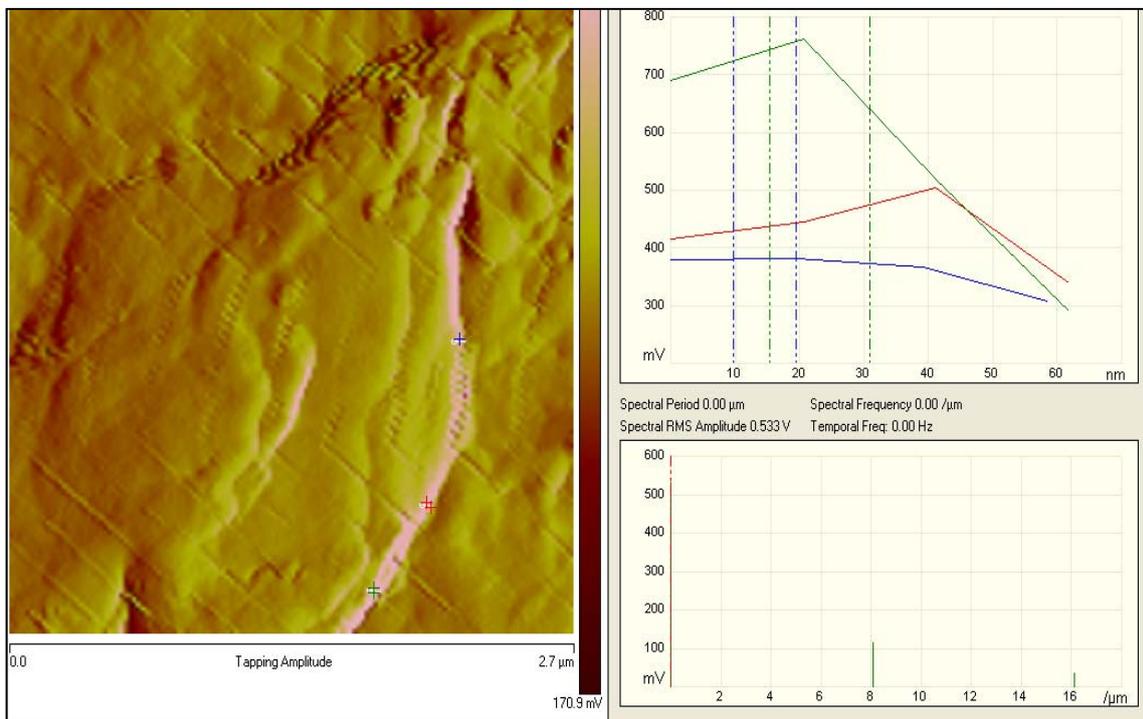


Figura 3.14 Micrografía para la medición del diámetro de la nanofibra.

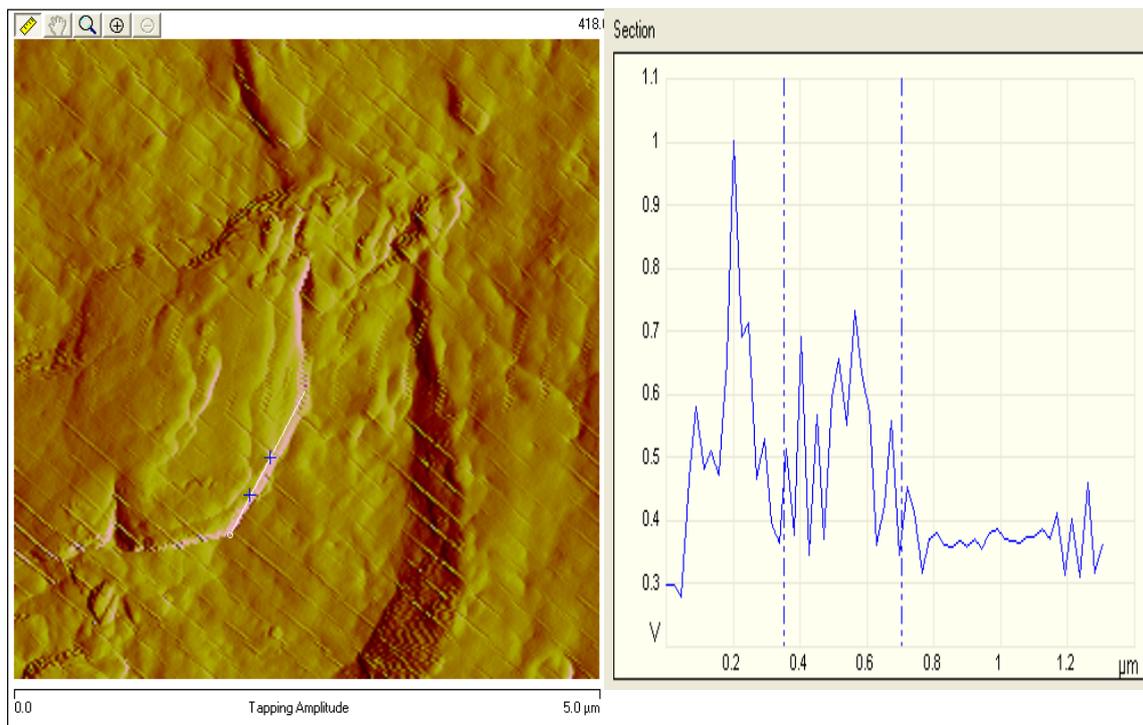


Figura 3.15 Micrografía para la medición del largo de la nanofibra.

3.3 Pruebas de tracción

En las pruebas de tracción realizadas se observa el efecto del porcentaje de nanofibra celulósica en las propiedades mecánicas del compuesto al compararlas con las de los materiales sin reforzar. Estas dieron como resultados datos de esfuerzo, deformación, módulo de Young, cargas de rotura y desplazamiento. Los cuales se analizan en los siguientes puntos de manera específica para posteriormente analizarlos de manera global y hacer sus respectivas discusiones.

3.3.1 Esfuerzo y deformación

Se conoce como esfuerzo a la fuerza por unidad de área o la intensidad de las fuerzas distribuidas a través de una sección dada, por lo tanto el esfuerzo en un elemento con área transversal sometido a una carga axial se obtiene al dividir la magnitud de la carga entre el área. Siempre que se somete un elemento a una tensión el esfuerzo resultará con signo positivo. Debido a que se emplean unidades del SI en estos análisis con la presión expresada en newtons y el área expresada en metros cuadrados, el esfuerzo se expresará en N/m^2 . Esta unidad se denomina pascal (Pa). Sin embargo, el pascal es una unidad muy pequeña, por lo que en la práctica se deben emplear múltiplos de esta unidad como el megapascal (MPa). Por otra parte conocer las deformaciones es importante debido a la necesidad de crear productos que eviten grandes deformaciones causadas por las cargas a las que se someterán (Beer y col., 2004).

Durante la prueba de tracción la probeta se alarga al ir aumentando progresivamente el esfuerzo. El software de la máquina universal lleva los valores de esfuerzo y deformación a un gráfico cuyo eje de ordenadas muestra los valores de esfuerzos en megapascuales y el de las abscisas los porcentajes en que se deforma la probeta. En la figura 3.16 y 3.17 se comparan los diagramas de esfuerzo contra deformación de los termoplásticos y los compósitos para el polietileno de baja densidad y el polipropileno

respectivamente. Se aprecia que los materiales con nanofibra tienden a presentar menor deformación que las matrices por si solas.

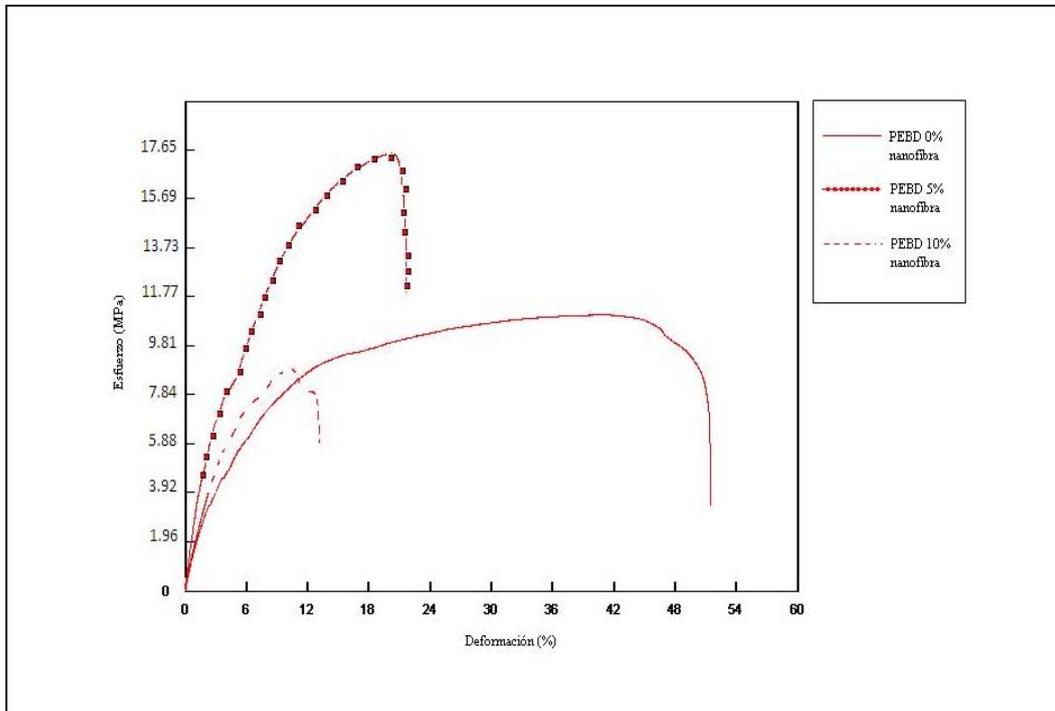


Figura 3.16 Diagrama esfuerzo-deformación para la matriz de polietileno de baja

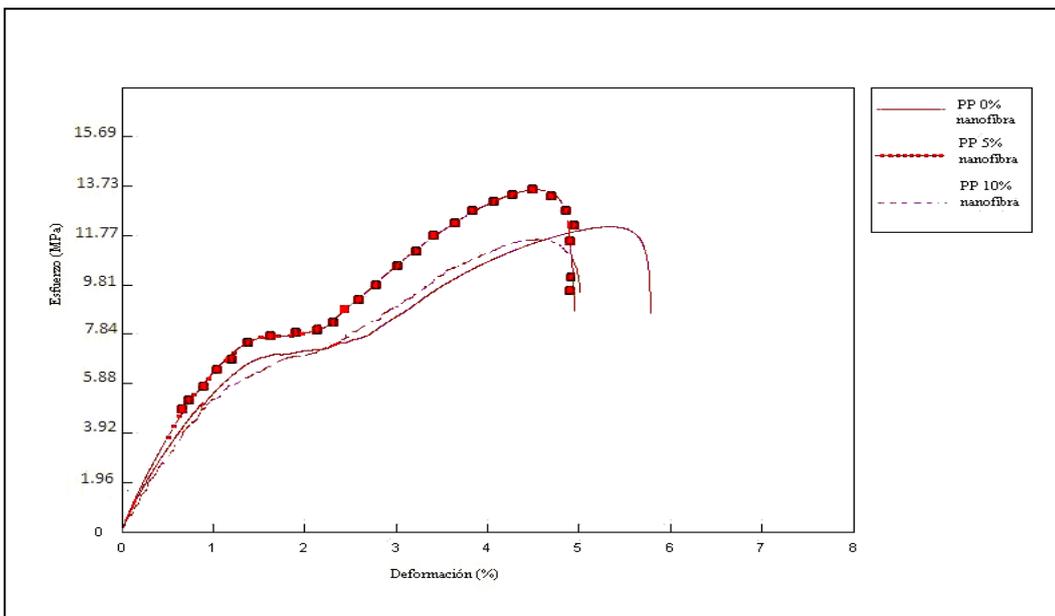


Figura 3.17 Diagrama esfuerzo-deformación para la matriz de polipropileno.

En las figura 3.18 se muestra el diagrama de esfuerzo contra deformación, de la matriz de polietileno de baja densidad sin reforzar, mientras que en las figuras 3.19 y 3.20 se presentan los diagramas para el PEBD que contienen 5 y 10% de nanofibra respectivamente. En las figuras 3.21 se aprecia el diagrama para el polipropileno sin nanofibra y en las figuras 3.22 y 3.23 se muestran los gráficos para dicha matriz con 5 y 10% de nanofibra.

En cada diagrama aparecen señalados los puntos A, B y C los cuales se usan para identificar los principales eventos que ocurren durante el ensayo.

Del origen a al punto A se muestra la zona elástica, en donde existe proporcionalidad de la magnitud del esfuerzo con las deformaciones (Ortíz., 1990).

Sobrepasando el punto A inicia la zona elástico-plástica, donde las deformaciones dejan de ser unitarias y se convierten en permanentes, dificultando que el material pueda volver a recuperar sus condiciones iniciales (Ortíz., 1990).

La zona elástico-plástica termina en el punto B y es ahí donde inicia la zona plástica, en la cual se produce un alargamiento constante hasta alcanzar un valor de esfuerzo máximo. Esto se debe a la propiedad de los materiales conocida como endurecimiento por deformación, después la tensión disminuye y el alargamiento aumenta hasta producirse la rotura (Ortíz., 1990), es entonces cuando el ensayo concluye y está señalado con el punto C.

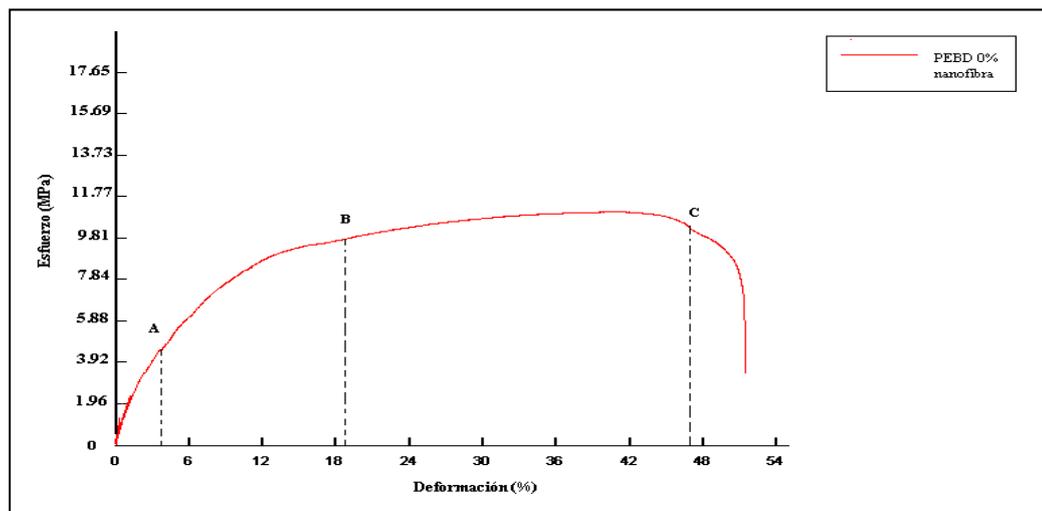


Figura 3.18 Diagrama esfuerzo-deformación del polietileno de baja densidad sin reforzar.

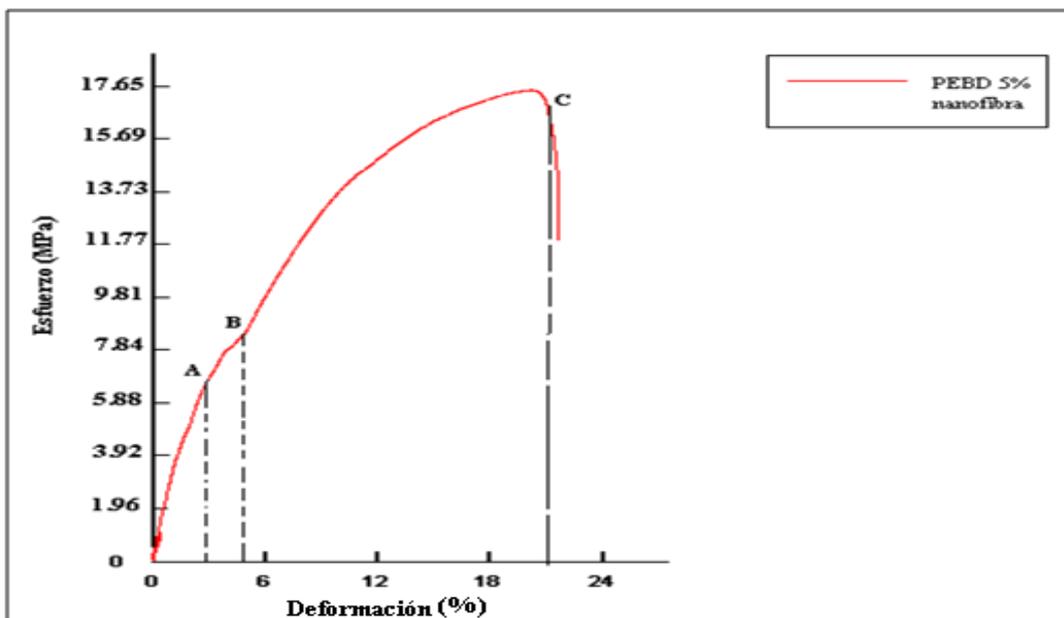


Figura 3.19 Diagrama esfuerzo-deformación del polietileno de baja densidad reforzado con 5% de nanofibra.

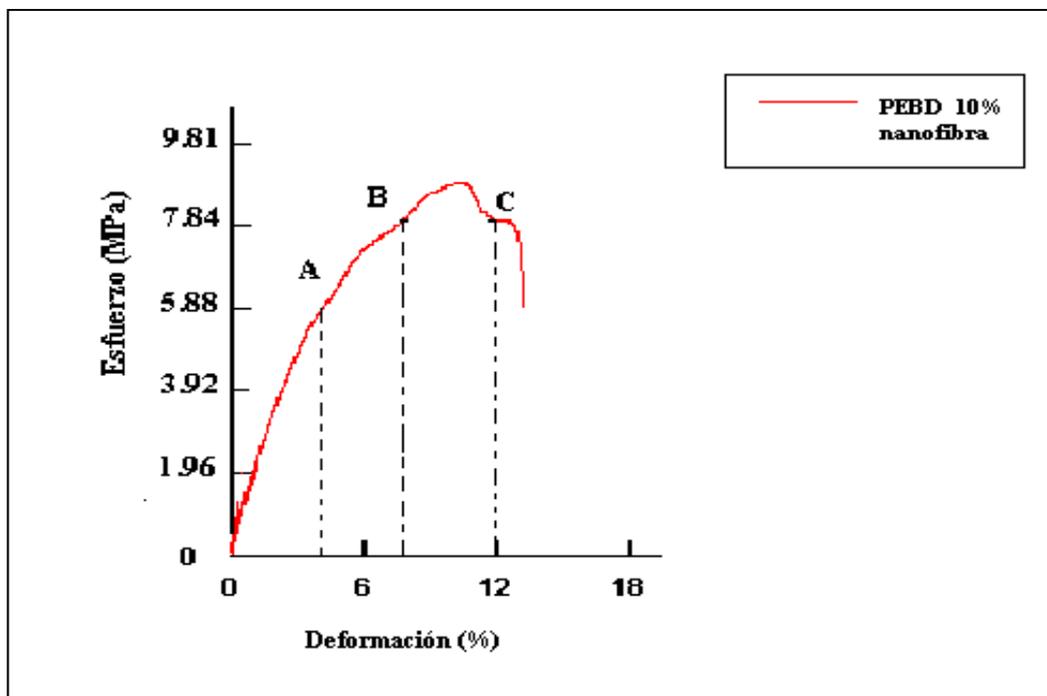


Figura 3.20 Diagrama esfuerzo-deformación del polietileno de baja densidad reforzado con 10% de nanofibra.

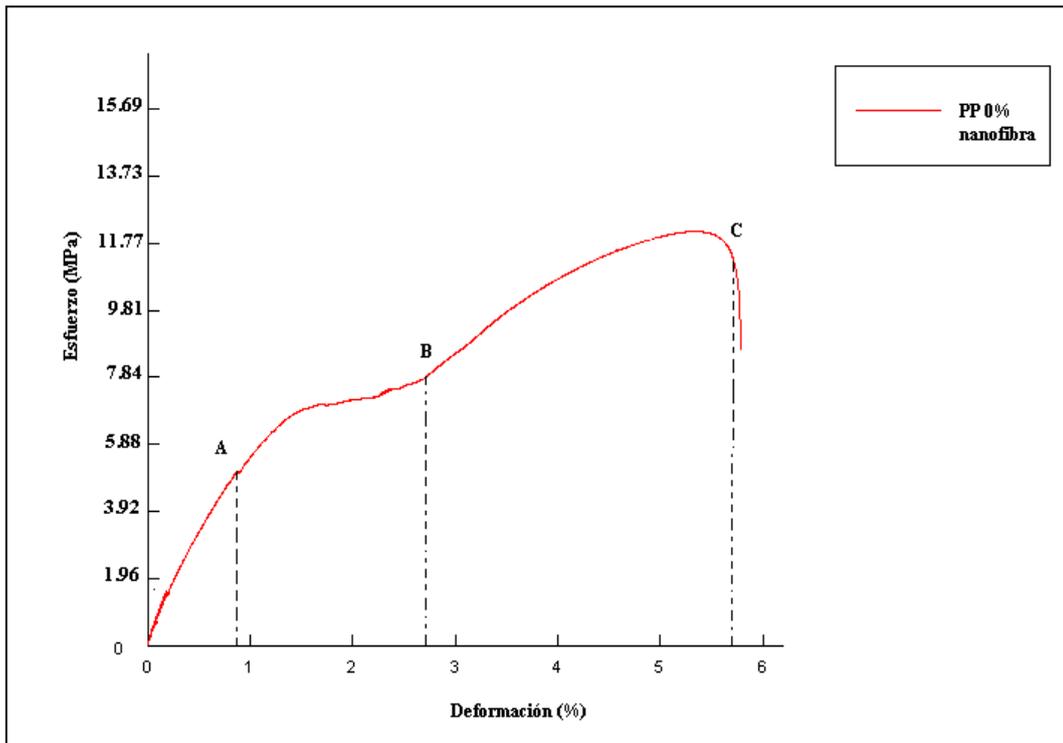


Figura 3.21 Diagrama esfuerzo-deformación del polipropileno sin reforzar.

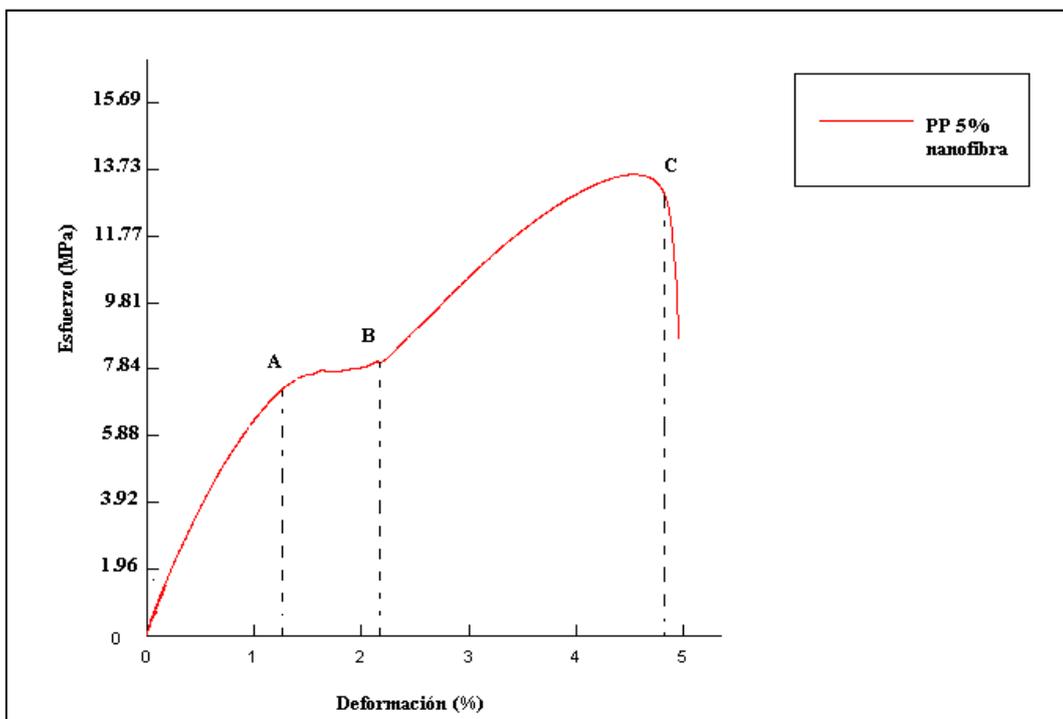


Figura 3.22 Diagrama esfuerzo-deformación del polipropileno reforzado con 5% de nanofibra.

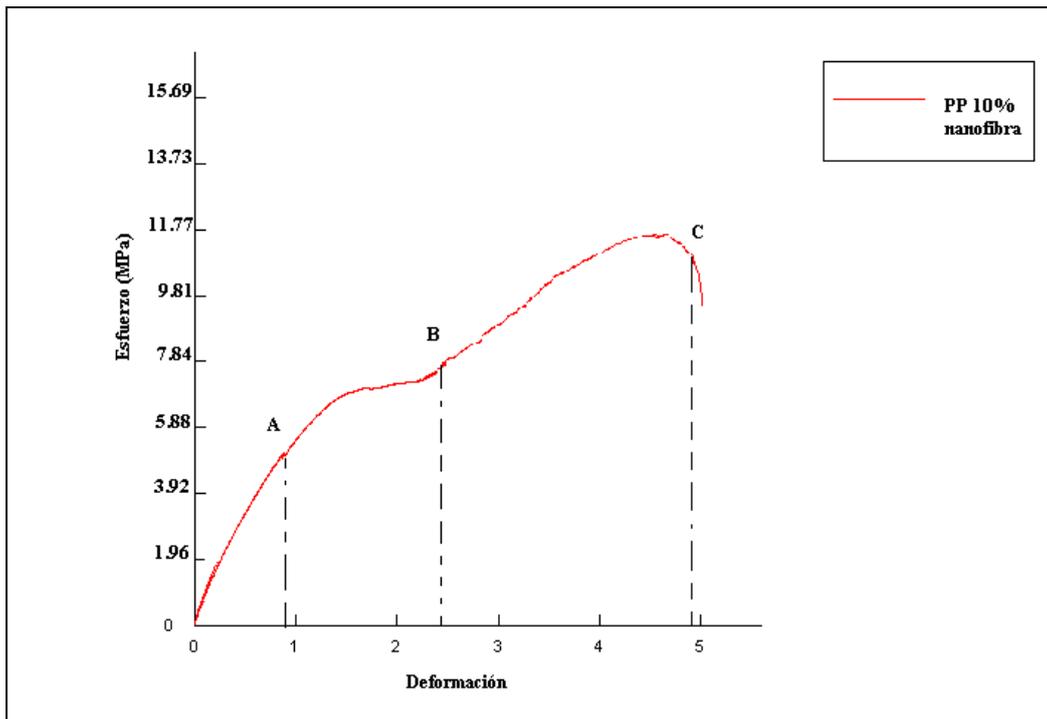


Figura 3.23 Diagrama esfuerzo-deformación del polipropileno reforzado con 10% de nanofibra.

En los gráficos anteriores se observa que los materiales compuestos presentaron disminuciones en las tres zonas con respecto a la deformación que pudieron soportar.

La disminución en la deformación elástica se debe a que, cuando se deforman elásticamente los termoplásticos ocurren doblamientos de los enlaces carbono-carbono instantáneos y reversibles (Anderson y col., 1998), por lo tanto la disminución de estas zonas se atribuye a la presencia de la nanocelulosa que refuerza a las matrices, ya que impide que el polímero recupere fácilmente su forma original, mientras que en el caso de las matrices sin reforzar, al no tener nada que contribuya a un aumento en su dureza, alcanzan un mayor porcentaje de deformación pero con menor esfuerzo.

Mientras que en la deformación plástica ocurre una dislocación de moléculas que se interceptan entre sí, haciendo que la deformación se desarrolle de manera más difícil, hasta llegar a un momento en que el deslizamiento se presenta de forma transversal y se produce la curva parabólica que apreciamos en los diagramas de esfuerzo-deformación, y cualquier

cosa que impida su movimiento aumenta el esfuerzo necesario para que se deforme plásticamente (Anderson y col., 1998).

Por lo tanto el material celulósico de los compósitos es considerado como un refuerzo que impide el desplazamiento libre de los termoplásticos durante la tracción y dificulta a este tipo de deformación, ya que todos los límites de los materiales de refuerzo, en este caso las nanofibras pueden actuar como barreras físicas para las dislocaciones, ocasionando que se acumulen más rápido e impidiendo su movimiento (Anderson y col., 1998).

Además, debido a que los materiales compuestos constan de dos fases el hecho de que la nanofibra celulósica esté distribuida en el termoplástico contribuye al endurecimiento del material, porque al encontrarse dispersa dentro de la matriz, dificulta que las dislocaciones ocurran de forma continua sobre la fase estacionaria y como las deformaciones no ocurren en la fase dispersa, la cantidad de fuerza por unidad de área necesaria para deformar un material reforzado se incrementa como resultado de que las dislocaciones tienden a suceder en forma de arco alrededor de los materiales de refuerzo y el esfuerzo necesario para la deformación se realiza a través del radio de la curvatura que rodea al material reforzante (Anderson y col., 1998).

En las figuras 3.24 y 3.25 se muestran los máximos esfuerzos alcanzados por dichos materiales y en las figuras 3.26 y 3.27 el cambio de la rotura al esfuerzo.

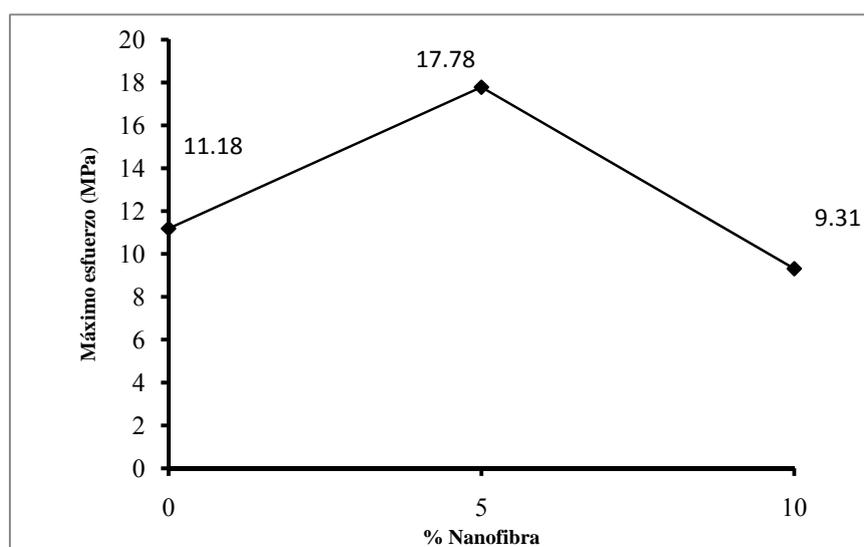


Figura 3.24 Cambio del máximo esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad.

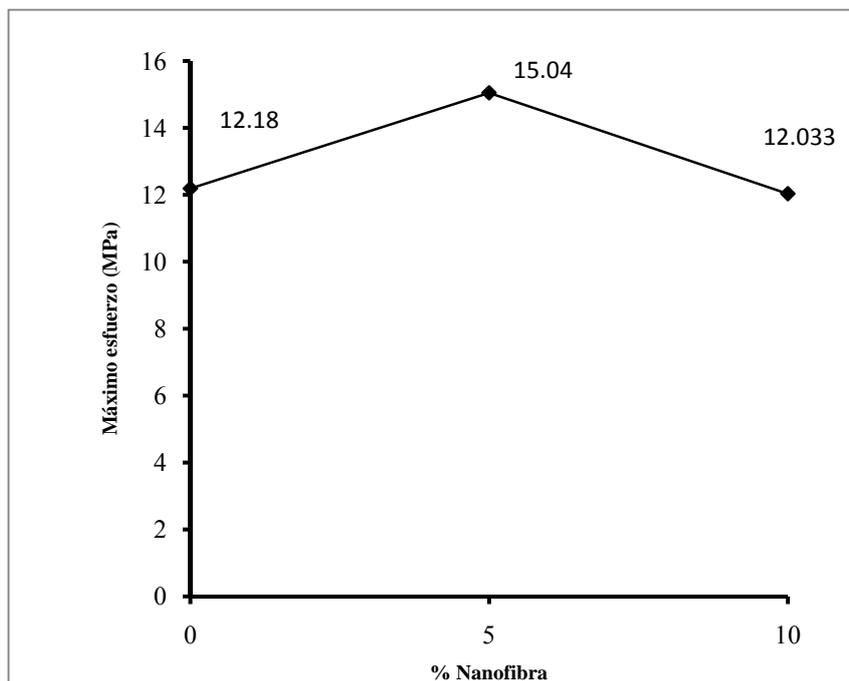


Figura 3.25 Cambio del máximo esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno.

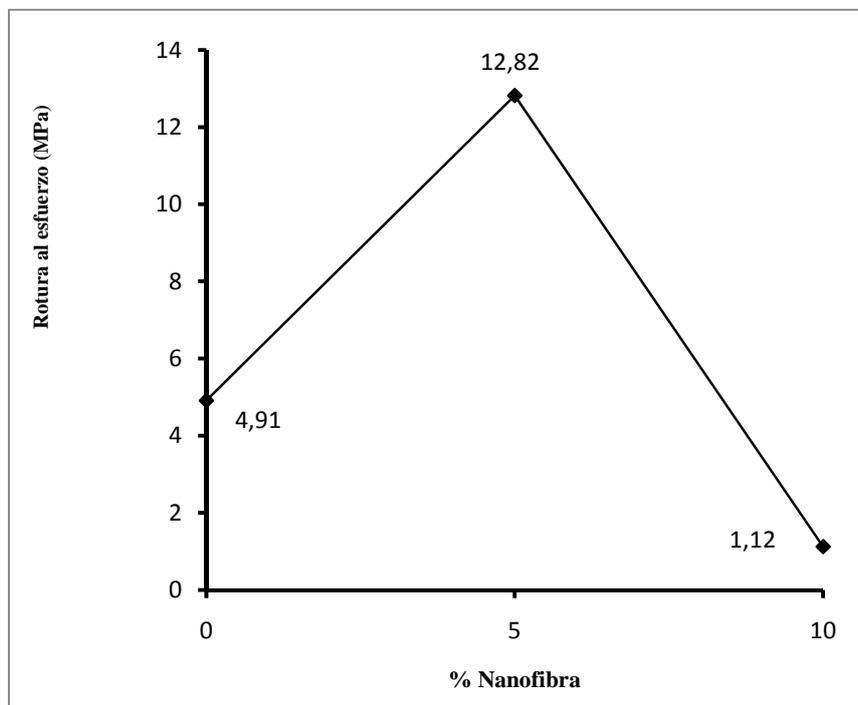


Figura 3.26 Cambio de la rotura al esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz del polietileno de baja densidad.

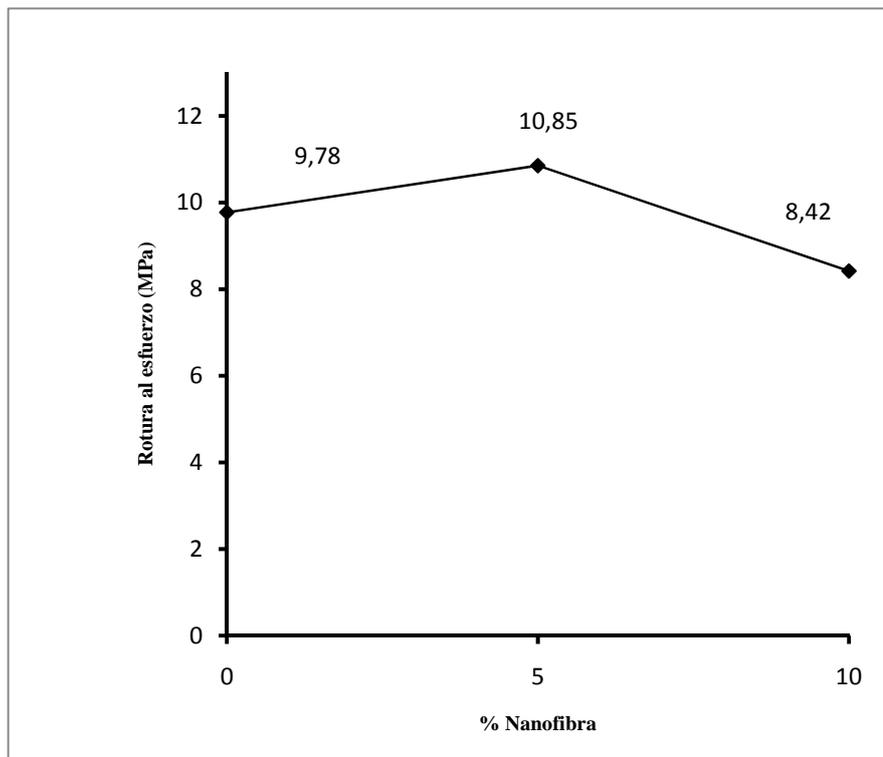


Figura 3.27 Cambio de la rotura al esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno.

Los compósitos con concentraciones más bajas fueron los que alcanzaron un mayor esfuerzo con respecto a los termoplásticos originales, en el caso de las matrices con 5% de nanofibra aumentaron un 59 y un 23% y la rotura producida por el esfuerzo aumentó 161% y 11% para el polietileno de baja densidad y el polipropileno respectivamente. Mientras que los termoplásticos con 10% de nanofibra disminuyeron su máximo esfuerzo en un 17% para el polietileno de baja densidad y en un 1% para el polipropileno. En cuanto a la rotura producto de dicho factor esta disminuyó 77% para el PEBD y 14% para el PP. Los compósitos reportaron una disminución en el grado de deformación con respecto a la matriz, en las figuras 3.28 y 3.29 se muestran sus máximas deformaciones mientras que en las figuras 3.30 y 3.31 se señala el porcentaje en ocurrieron las roturas por dichas deformaciones.

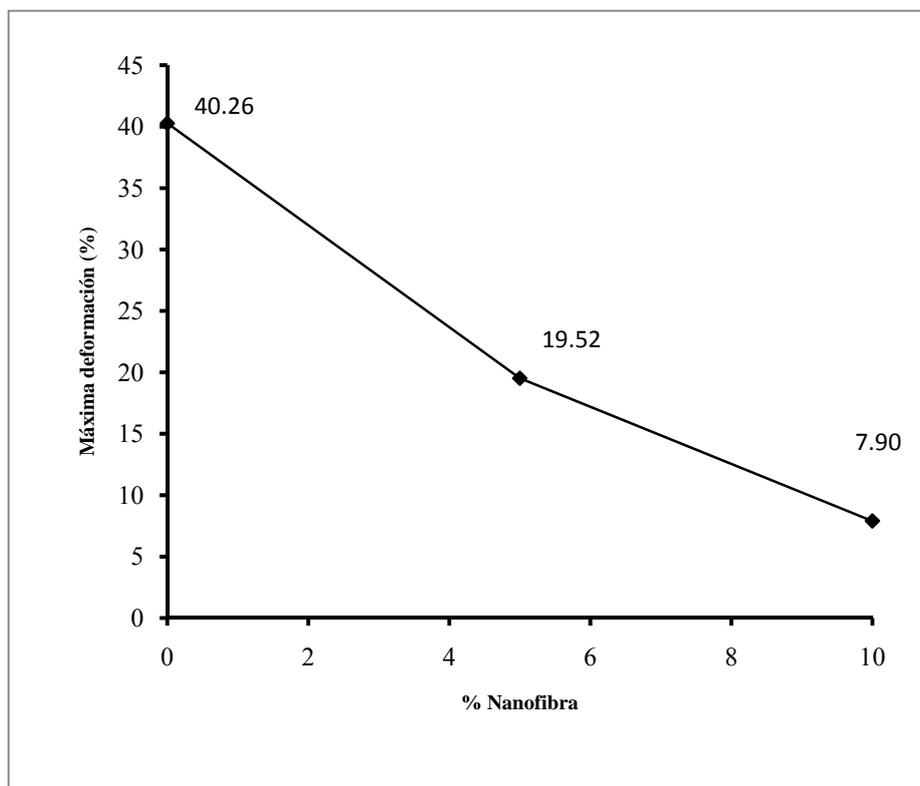


Figura. 3.28 Cambio de la máxima deformación en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad.

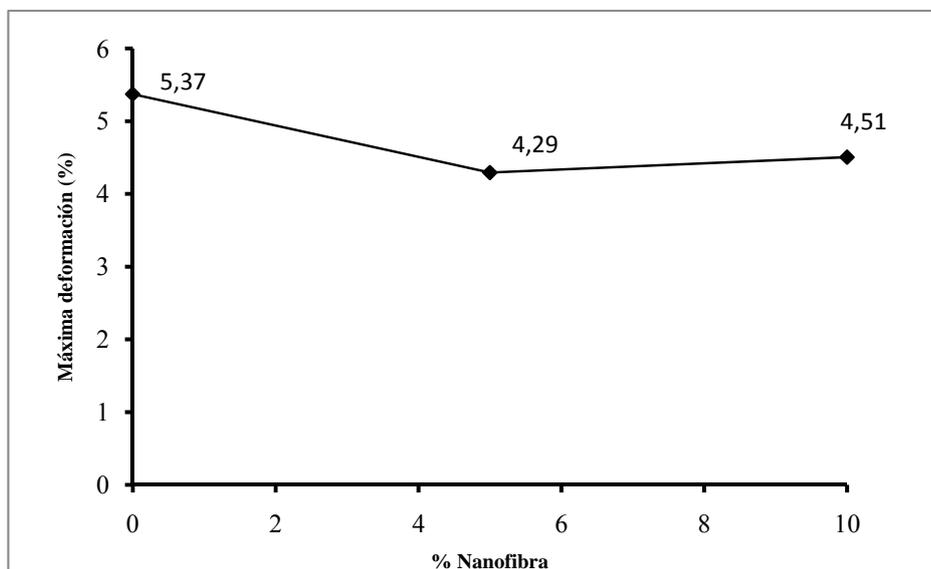


Figura 3.29 Cambio de la máxima deformación en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno.

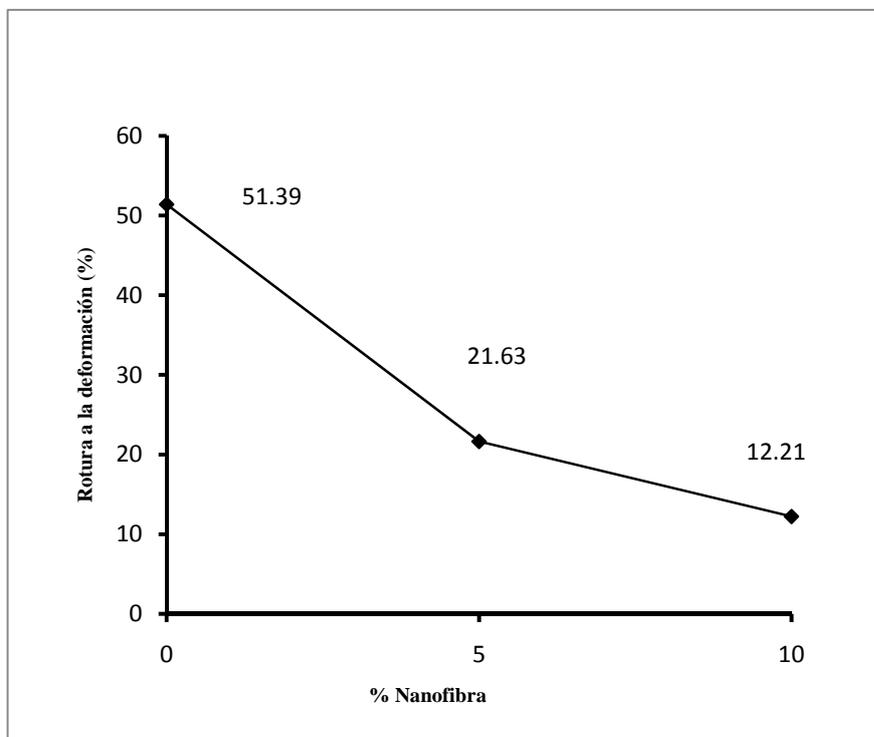


Figura. 3.30 Cambio de la rotura a la deformación en función del contenido de nanofibra en la matriz del polietileno de baja densidad.

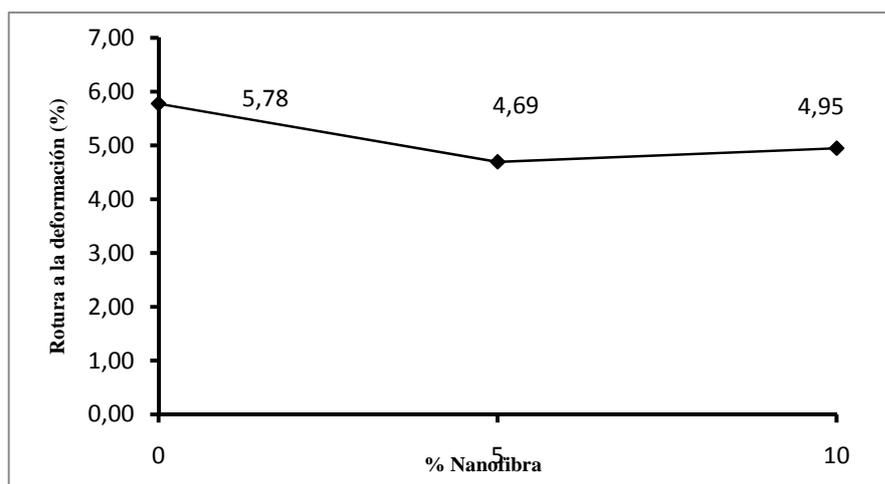


Figura. 3.31 Cambio de la rotura a la deformación en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno.

La máxima deformación para los compósitos de polietileno de baja densidad disminuyó 52 y 80% y la rotura se presentó en un porcentaje menor de 20 y 16% para los que tenían 5 y 10% de nanofibra respectivamente, mientras que para el polipropileno la disminución fue de 20 y 16% en cuanto a sus máximas deformaciones y de 19 a 14% a la rotura ocasionada por ella en los compósitos con 5 y 10% de material celulósico.

Estos resultados demuestran que las nanofibras celulósicas están actuando como barreras que impiden la deformación de los compósitos y traen como resultado la disminución en el grado de deformación de los compósitos con respecto al de las matrices.

3.3.2 Módulo de Young

El módulo de Young es el grado de deformación de un material cuando se aplica una fuerza o un esfuerzo, entre más alto es su módulo, experimentará menos deformación (Askeland, 1998), en las figuras 3.32 y 3.33 se muestra el comportamiento del módulo de Young de los polímeros originales y los reforzados.

Se aprecia que los materiales reforzados incrementaron el módulo de Young, esto se atribuye a que cuando se somete a tracción una matriz con material fibroso, al momento de producirse una grieta, se formarán puentes de fibra entre la fase estacionaria, los cuales dificultan que la grieta continúe creciendo y son estos puentes los que tienden a aumentar el módulo de Young (Anderson y col., 1998).

Tanto para los compósitos del polietileno de baja densidad como para los del polipropileno se observan aumentos en el módulo de Young al ser comparados con los termoplásticos no reforzados, dichos incrementos fueron de 133 y 63% para el polietileno de baja densidad con 5 y 10% de nanofibra respectivamente mientras que en el caso del polipropileno se apreció un aumento de 50 y 8% para los reforzados con 5 y 10% de material celulósico respectivamente.

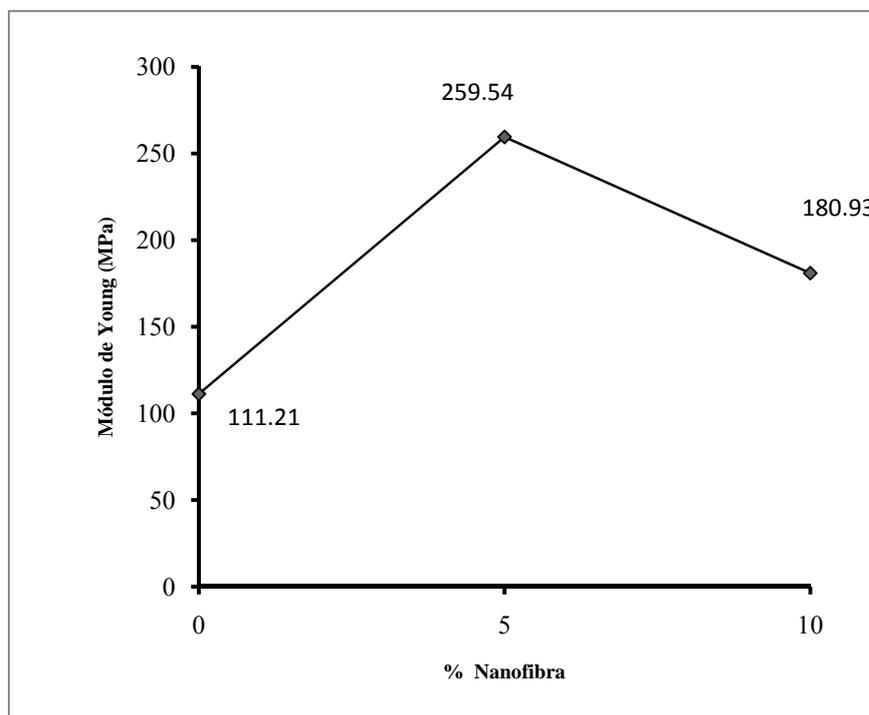


Figura 3.32 Cambio del módulo de Young en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad.

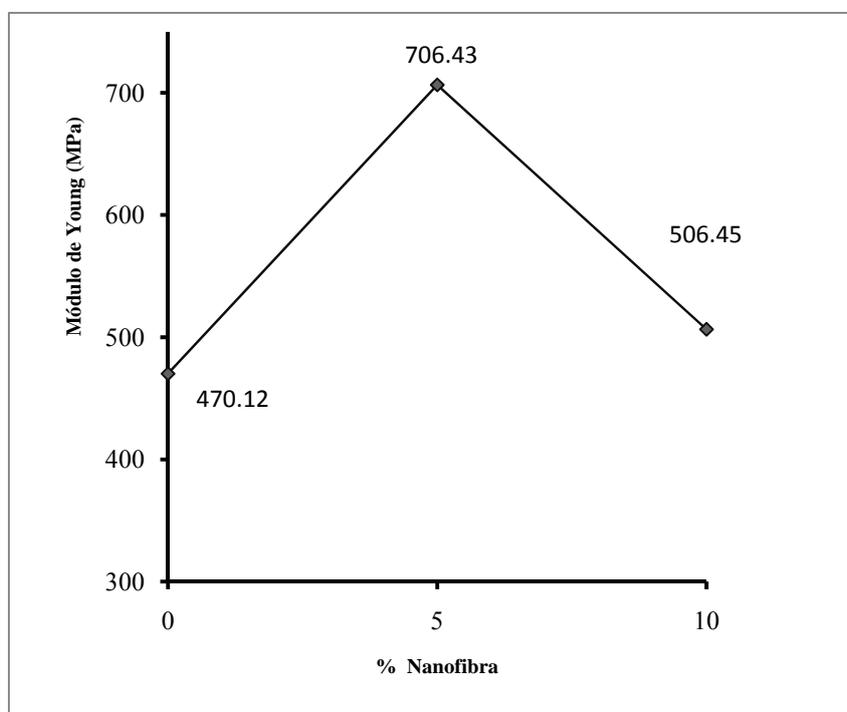


Figura 3.33 Cambio del módulo de Young en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno.

3.3.3 Máxima carga y rotura a la carga

La carga se define como la fuerza que es aplicada a un material durante un ensayo mecánico (Askeland, 1998) y la carga a la que es producida una fractura recibe el nombre de rotura a la carga (Askeland, 1998), en las figuras 3.34 y 3.35 se observan las máximas cargas que pudieron soportar las probetas al ser probadas en la máquina universal, mientras que en las figuras 3.36 y 3.37 se aprecia la rotura a la carga de cada material, en dichos gráficos se observa que los compósitos con mayor cantidad de nanofibra presentaron disminuciones en estos parámetros, esto se puede explicar debido a que cuando la cantidad del volumen de fibra es considerablemente alto, el número de nanofibras es tan grande, que son incapaces de soportar la carga que se transfiere en el momento en que se fractura la matriz y se produce lo que se conoce como fractura múltiple de matriz (Anderson y col., 1998).

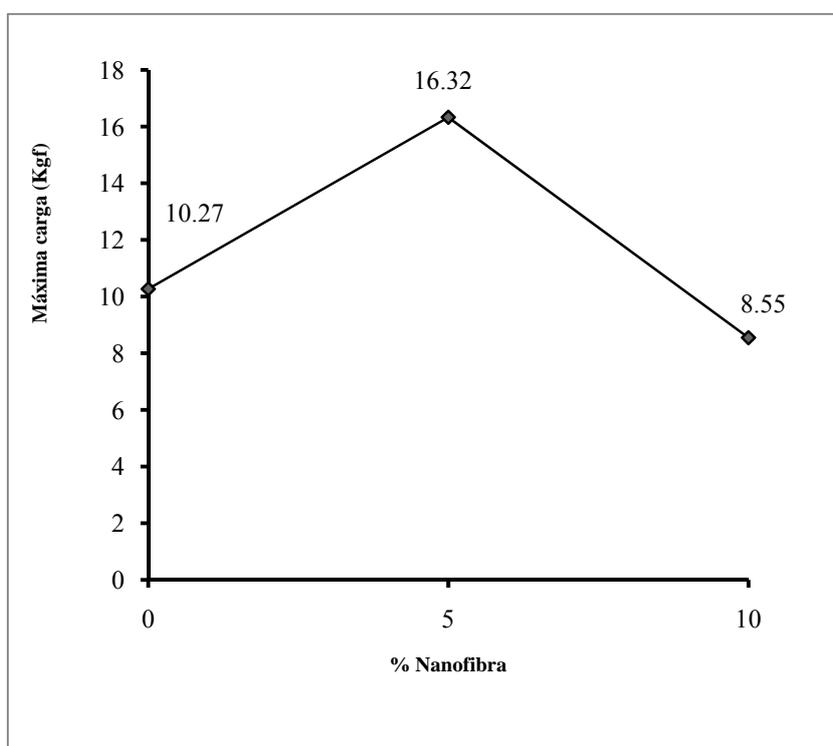


Figura 3.34 Cambio de la carga máxima en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad.

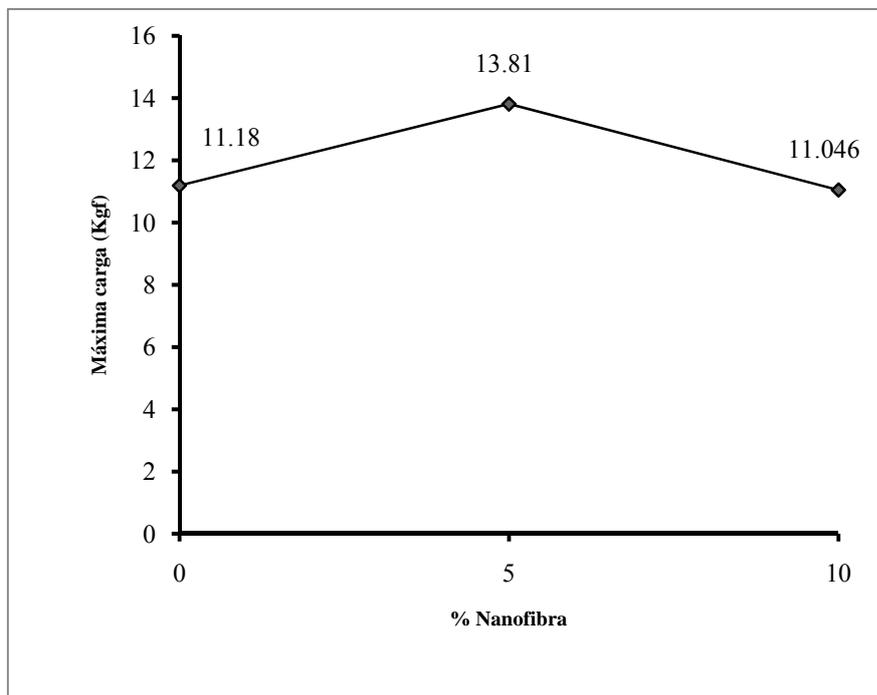


Figura 3.35 Cambio de la carga máxima en función del contenido de nanofibra en la matriz del polipropileno.

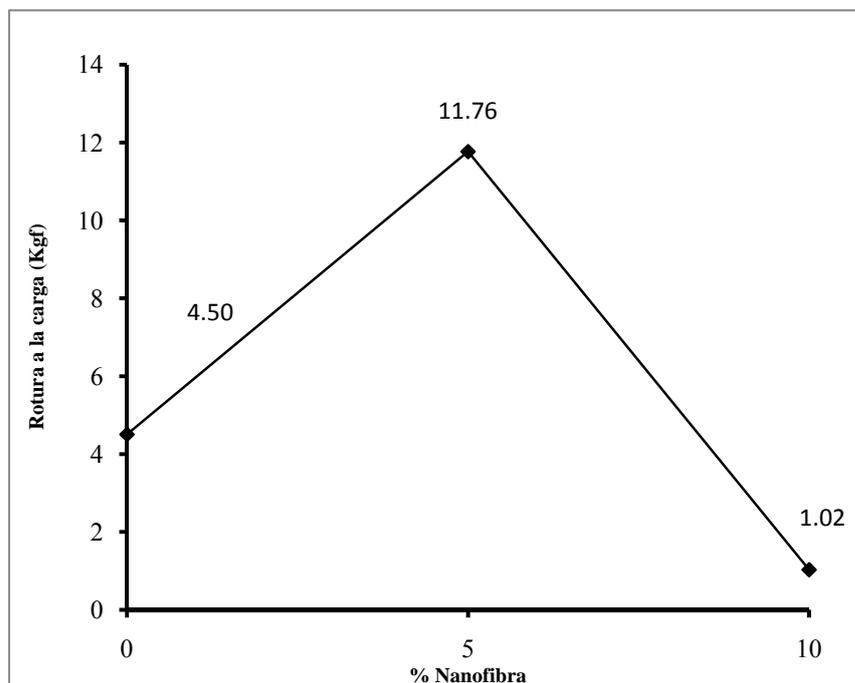


Figura 3.36 Cambio de la rotura a la carga en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad.

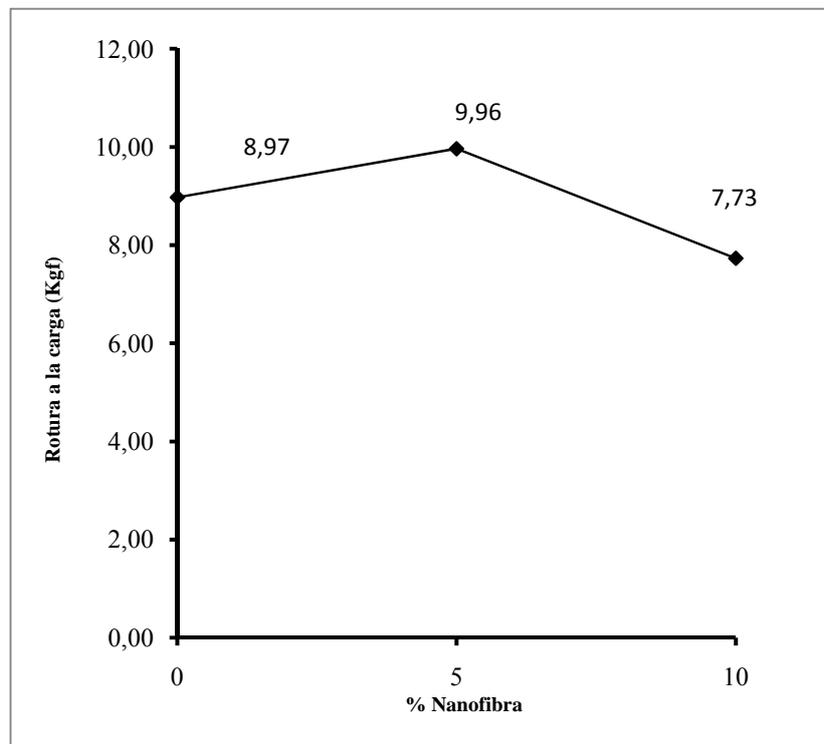


Figura 3.37 Cambio de la rotura a la carga en función del contenido de nanofibra en la matriz del polipropileno.

Con base en los resultados se establece que ambos compósitos experimentaron un aumento en la cantidad de carga que pudieron soportar cuando fueron reforzados con 5% de nanofibra, pero en contraste, los compuestos con 10% de ella, reportaron una disminución debido al exceso de material celulósico.

Para el polietileno de baja densidad la máxima carga aumentó en un 59% y disminuyó un 17%, mientras que en el polipropileno se reportó un aumento de 17% y una disminución de 6% para sus respectivas concentraciones.

Los resultados para la rotura a la carga fueron más alentadores para el polietileno de baja densidad con 5% de refuerzo ya que en este parámetro se alcanzó una mejora de 161% mientras que para los reforzados con 10% se observó una disminución de 77%. En

lo correspondiente al polipropileno reforzado se obtuvo una mejora de 11% y una disminución de 14% para las concentraciones de 5 y 10% de nanofibra respectivamente.

3.3.4 Máximo desplazamiento y rotura al desplazamiento

En las figuras 3.38 y 3.39 se observa el máximo desplazamiento que alcanzaron las probetas tensionadas en la maquina universal y en la 3.40 y 3.41 se aprecian los milímetros en que ocurrió la rotura por dicho desplazamiento.

En ambos caso los materiales compuestos reportaron disminución de estas propiedades en comparación con los plásticos originales.

La razón por la cual las matrices reforzadas presentan menor desplazamiento que los termoplásticos sin reforzar puede atribuirse a la presencia de la nanofibra dentro de la matriz ya que al igual que en el caso de la deformación plástica, esta dificulta que ocurran dislocaciones en el termoplástico, sirviendo como barreras que impiden un libre desplazamiento, a diferencia de como ocurre en los polímeros no reforzados (Anderson y col., 1998).

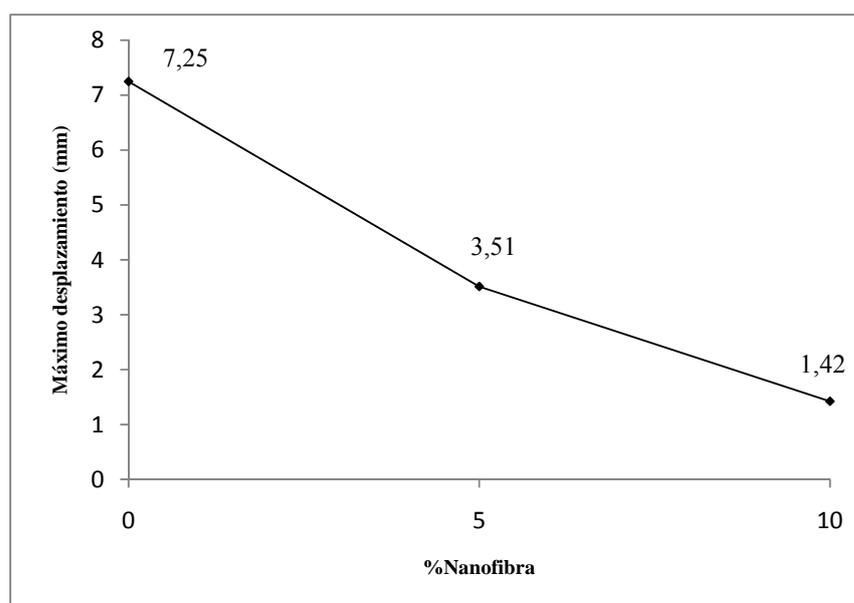


Figura 3.38 Cambio del máximo esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz del polietileno de baja densidad.

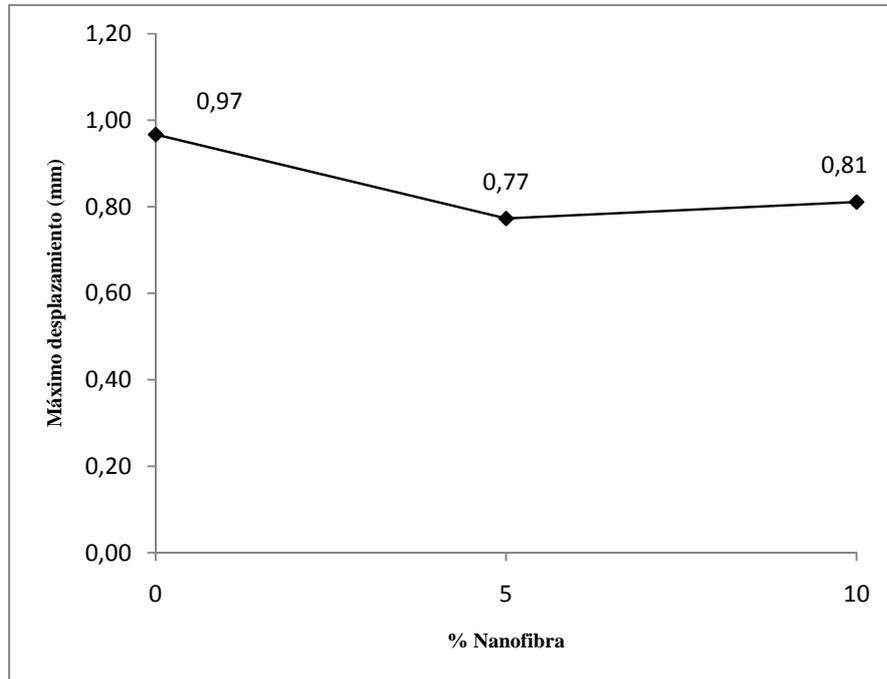


Figura 3.39 Cambio del máximo esfuerzo en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno.

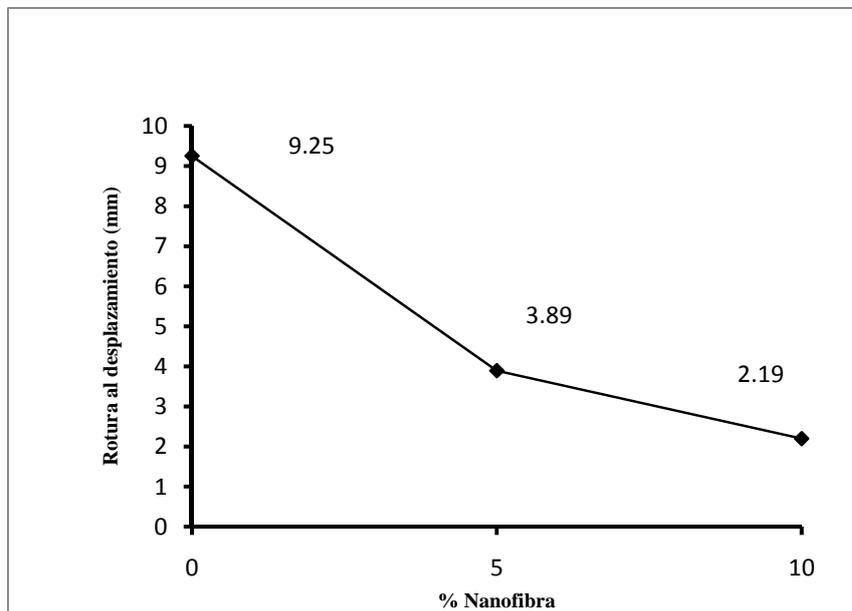


Figura 3.40 Cambio de la rotura al desplazamiento en función del contenido de nanofibra en la matriz de polietileno de baja densidad.

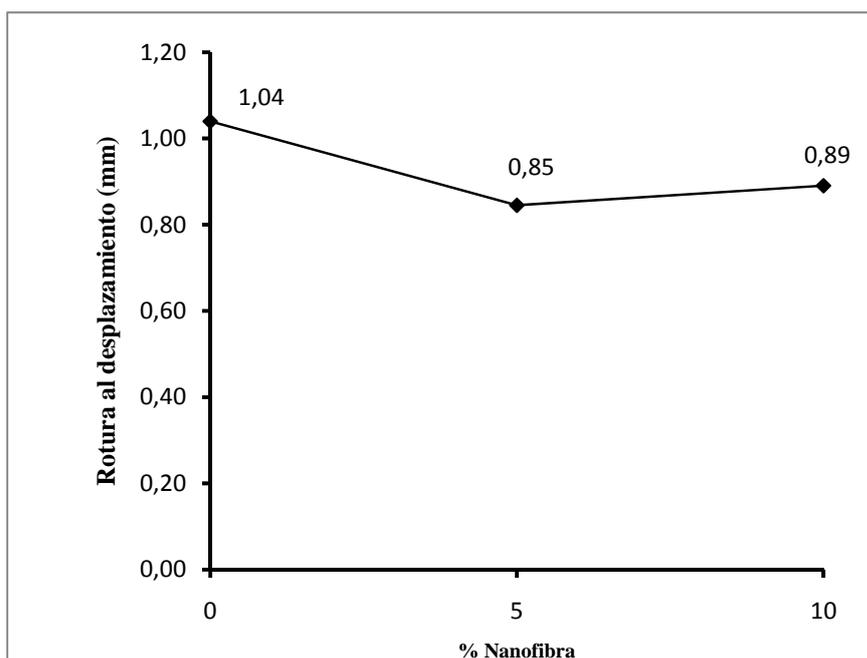


Figura 3.41 Cambio de la rotura al desplazamiento en función del contenido de nanofibra en la matriz de polipropileno.

El polietileno de baja densidad disminuyó su máximo desplazamiento en un 52 y 80% y los milímetros a los que se presentó la rotura causada por el desplazamiento disminuyeron en 58 y 78% al contener 5 y 10% de nanofibra respectivamente, mientras que el polipropileno presentó una disminución del máximo desplazamiento de 21 y 16% y la rotura por dicho parámetro disminuyó en 18 y 14% para los contenidos de 5 y 10% de material celulósico respectivamente. En la tabla 3.1 se aprecian todos los resultados obtenidos en las pruebas tracción.

Tabla 3.1 Resultados globales de las pruebas de tracción.

| Parámetro medido | PEBD 0% nanofibra | PEBD 5% nanofibra | PEBD 10% Nanofibra | PP 0% nanofibra | PP 5% nanofibra | PP 10% nanofibra |
|-------------------------------|-------------------|-------------------|--------------------|-----------------|-----------------|------------------|
| Máximo esfuerzo (MPa) | 11.18 | 17.78 | 9.31 | 12.18 | 15.04 | 12.033 |
| Rotura al esfuerzo (MPa) | 4.91 | 12.82 | 1.12 | 9.78 | 10.85 | 8.42 |
| Máxima deformación (%) | 40.26 | 19.52 | 7.9 | 5.37 | 4.29 | 4.51 |
| Rotura a la deformación (%) | 51.39 | 21.63 | 12.21 | 5.78 | 4.69 | 4.95 |
| Módulo de Young (MPa) | 111.21 | 259.54 | 180.93 | 470.12 | 706.43 | 506.45 |
| Máxima carga (Kgf) | 10.27 | 6.32 | 8.55 | 11.8 | 13.81 | 11.046 |
| Rotura a la carga (Kgf) | 4.5 | 1.76 | 1.02 | 8.97 | 9.96 | 7.73 |
| Máximo desplazamiento (mm) | 7.25 | 3.51 | 1.42 | 0.97 | 0.77 | 0.81 |
| Rotura al desplazamiento (mm) | 9.25 | 3.89 | 2.19 | 1.04 | 0.85 | 0.89 |

3.3.5 Análisis global de los resultados de las pruebas de tracción

En los resultados de la tabla 3.1 se observa que las matrices reforzadas con menor cantidad de fibra fueron las que obtuvieron mejoras en las propiedades relacionadas con esfuerzos y cargas, a pesar de que el módulo de Young tuvo incrementos tanto para los contenidos de 5 y 10% de material celulósico fueron estas últimas quienes presentaron una menor mejora. Esto se puede atribuir que al llegar a un 10% de nanocelulosa en la matriz, se ha rebasado la fracción volumétrica de fibras adecuada para la mejora de las propiedades mecánicas (Anderson y col., 1998), debido a esto la cantidad excesiva de fibra en el compuesto dio como resultado un mayor número de puntos de fractura en las probetas. En lo correspondiente a los resultados de deformación y desplazamiento se aprecia que los termoplásticos sin nanocelulosa fueron los que alcanzaron mayor deformación, esto es atribuido a que al producirse una deformación plástica debido al desplazamiento cualquier cosa que impida su movimiento actúa como impedimento para las dislocaciones y como resultado dificultan las deformaciones (Anderson y col., 1998), en este caso las nanofibras impiden que los compósitos se deformen y desplacen más que las matrices.

En la tabla 3.2 se proporcionan los resultados reportados por algunos autores que han utilizado fibra de henequén.

Tabla 3.2 Comparación del máximo esfuerzo en compósitos con fibras de henequén.

| Refuerzo(%) | Matriz | Parámetro medido | Observaciones | | Autor |
|-------------------------|---------------|------------------|------------------------------------|----|--------------------|
| Fibra de henequen (5%) | Polipropileno | Máximo esfuerzo | Disminuyó con respecto a la matriz | 20 | Cocom y col., 2006 |
| Fibra de henequen (10%) | Polipropileno | Máximo esfuerzo | Aumentó con respecto a la matriz | 14 | Cocom y col., 2006 |
| Fibra de henequen (20%) | Polietileno | Máximo esfuerzo | Aumentó con respecto a la matriz | 10 | Carrillo, 1998 |

Cocom y col., utilizaron fibra de henequén con diámetros de entre 0.11 y 0.78 mm y reportaron una disminución del 20% en el máximo esfuerzo al elaborar un cómposito con 5% de fibra de henequén pero al utilizar 10% de material celulósico lograron incrementar este parámetro en un 14%.

Carrillo, 1998 utilizó fibra de henequén con un diámetro promedio de 0.51 mm en cantidades de 20% en una matriz de polietileno, con lo que logró un incremento del 10% en el máximo esfuerzo.

Al comparar los resultados anteriores con los obtenidos en esta investigación se observa que la influencia del tamaño del diámetro de la fibra en la matriz es fundamental en el mejoramiento de sus propiedades mecánicas. Ya que el máximo esfuerzo alcanzado por un refuerzo con 5% de nanofibra es superior al que reportaron con el uso de fibra de dimensiones no nanométricas.

En el caso de la matriz con 5% de nanofibra la diferencia con el máximo esfuerzo que reportaron al utilizar el doble de porcentaje de fibra en la matriz de polipropileno es de 9%. Mientras que para el polietileno al emplear 20% de fibra la diferencia con el máximo esfuerzo alcanzado en comparación con el uso de 5% de nanofibra es de 13%. Esto se debe a que un menor diámetro propicia una mejor interface del refuerzo en la matriz y que las pequeñas longitudes propician una mejor dispersión del material celulósico en el termoplástico (Silva., 2004).

3.4 Pruebas de impacto.

La prueba de resistencia al impacto demostró que los compósitos reforzados no son capaces de resistir una cantidad de fuerza mayor o igual que los termoplásticos utilizados como matrices. Siendo los compósitos de polipropileno los que demostraron una disminución menor además se aprecia que no existió diferencia entre el impacto soportado con respecto a la cantidad de nanofibra. En la tabla 3.3 se observan los resultados obtenidos en la prueba de impacto mediante el método de caída libre de dardo o bola. Pero como se demostrará al observar la tabla 3.4, la disminución en la resistencia al impacto es un efecto común en los materiales reforzados con celulosa, ya que las fibras impiden la disipación de la fuerza de impacto sobre el compósito.

Tabla 3.3 Resultados de las pruebas de impacto.

| Material | Resistencia al impacto Kg _f /(mm ²) |
|-----------------------|---|
| PEBD | 0.0408 |
| PEBD (5% nanofibra) | 0.0141 |
| PEBD (10 % nanofibra) | 0.0112 |
| PP | 16.375 |
| PP(5% nanofibra) | 8.5 |
| PP(10 % nanofibra) | 8.5 |

Tabla 3.4 Resistencia al impacto de algunos compósitos reforzados con materiales celulósicos.

| Refuerzo(%) | Matriz | Parámetro medido | Observaciones | | Autor |
|----------------------|---------------|------------------------|------------------------------------|-----|----------------------|
| Fibra de sisal (5%) | Almidón | Resistencia al impacto | Disminuyó con respecto a la matriz | 72 | Alvares y col., 2003 |
| Fibra de sisal (10%) | Almidón | Resistencia al impacto | Disminuyó con respecto a la matriz | 72 | Alvares y col., 2003 |
| Madera de pino (10%) | Polietileno | Resistencia al impacto | Disminuyó con respecto a la matriz | 81 | Jara y col., 2002 |
| Madera de pino (20%) | Polietileno | Resistencia al impacto | Disminuyó con respecto a la matriz | 81 | Jara y col., 2002 |
| Madera de pino (10%) | Polipropileno | Resistencia al impacto | Disminuyó con respecto a la matriz | 80% | Jara y col., 2002 |

Con los resultados anteriores es posible apreciar que la disminución de la resistencia al impacto de los compósitos alcanza valores significativos que en términos de porcentajes en comparación con el polímero sin reforzar corresponden a un 48% para el PP y de 72.5% para el PEBD. De acuerdo a esto es posible postular que la distribución de nanofibra celulósica en la matriz polimérica dificulta la disipación de energía necesaria para mantener la resistencia al impacto.

En la tabla 3.4 se presentaron algunos autores cuyos trabajos están relacionados con matrices reforzadas con materiales celulósicos y cuyos resultados fueron similares.

Alvares y col., 2003 utilizaron fibras de sisal con un diámetro de 300 micras en cantidades de 5 y 10% dentro de una matriz de almidón con lo que obtuvieron una disminución de la resistencia al impacto de 72%.

Jara y col., 2002 estudiaron la resistencia al impacto en una matriz de polietileno reforzada con 10 y 20% de madera de pino de 100 mesh y reportaron una disminución de 81% en ambos casos

Jara y col., 2002 también utilizaron polipropileno como fase estacionaria y como fase dispersa emplearon madera de pino en concentración de 10%, el resultado de su investigación fue una disminución de 80% en cuanto al impacto que pudieron soportar.

Con los resultados anteriores se aprecia que los materiales compuestos que emplean materiales celulósicos muestran disminuciones significativas en cuanto a su resistencia al impacto, ya que los refuerzos actúan como barreras o estorbos para distribuir la energía provocada al momento de impactar el compuesto (Anderson y col., 1998).

Aun así se aprecia que los materiales elaborados en esta investigación disminuyeron en menor cantidad su resistencia al impacto que los reportados con otros refuerzos de mayor tamaño, presentados en la tabla 3.4, posiblemente porque a mayor tamaño, los refuerzos impiden mejor la disipación de energía al momento del impacto.

3.5 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

En las figuras 3.42 se aprecia el pico de fusión para el polietileno de baja densidad y en las figuras 3.43 y 3.44 el de los compósitos de polietileno de baja densidad con 5 y 10% de nanofibra respectivamente, todos estos materiales presentaron un pico de fusión alrededor de los 110°C.

En las figuras 3.45 se muestran los picos de fusión del polipropileno y en la 3.46 y 3.47 aparecen los picos de fusión de los materiales compuestos con 5 y 10% de nanofibra. En cada termograma de PP se observan dos picos los cuales se atribuyen a la presencia de dos fases cristalinas en el polipropileno, la temperatura más baja donde se presentan los picos, corresponde a la fase beta y la más alta a la alfa (Navarro, 2010).

En este caso puede apreciarse que los termogramas de calentamiento del polipropileno y sus compósitos presentan una temperatura de fusión para la fase alfa alrededor de los 161°C y para la fase beta cerca de los 129°C.

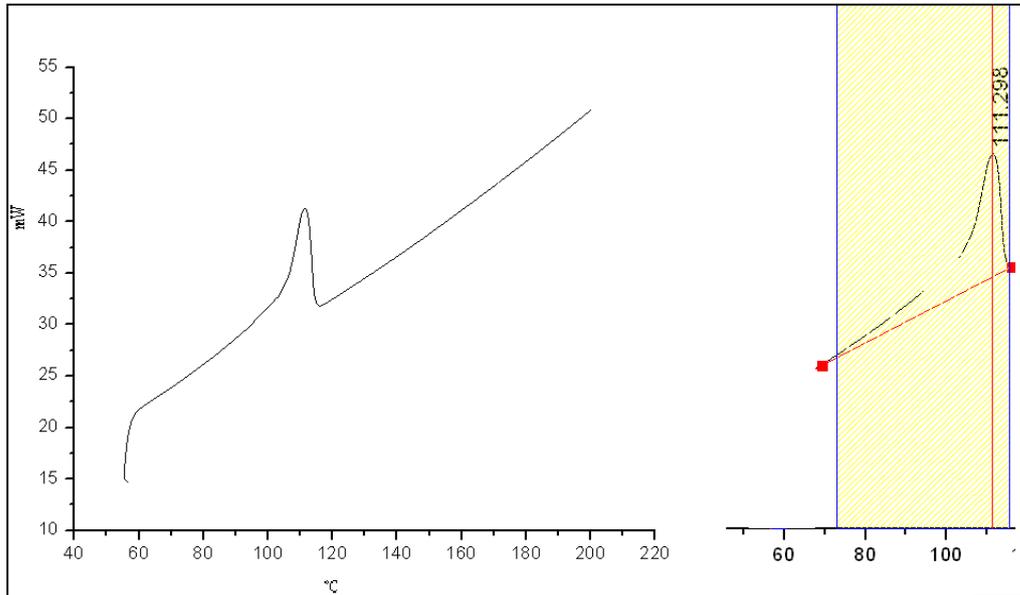


Figura 3.42 Termograma de calentamiento para la matriz de polietileno de baja densidad.

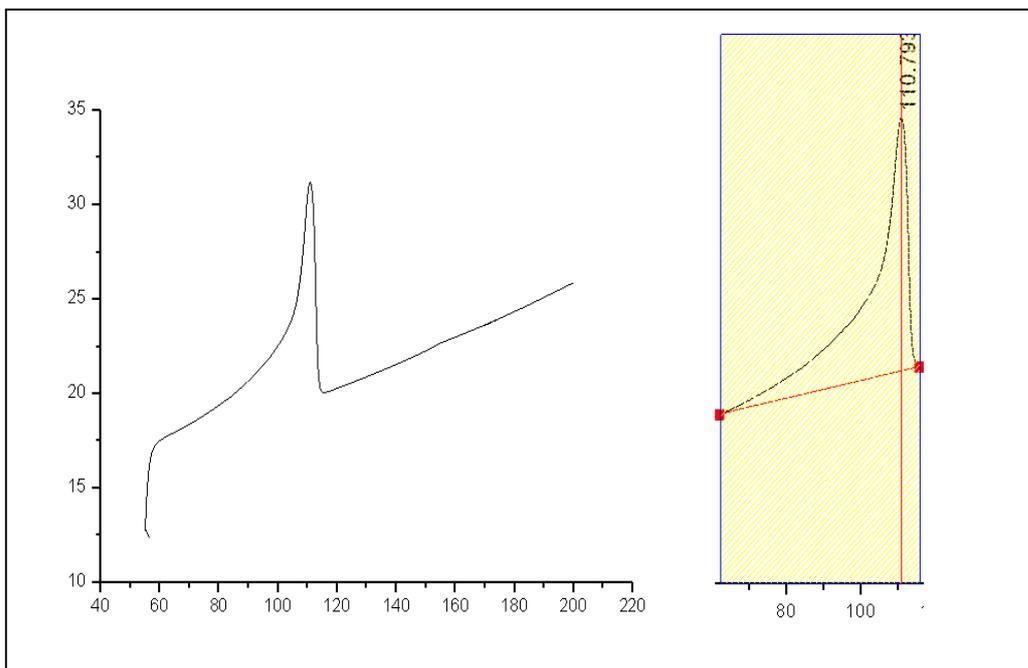


Figura 3.43 Termograma de calentamiento para el polietileno de baja densidad reforzado con 5% de nanofibra

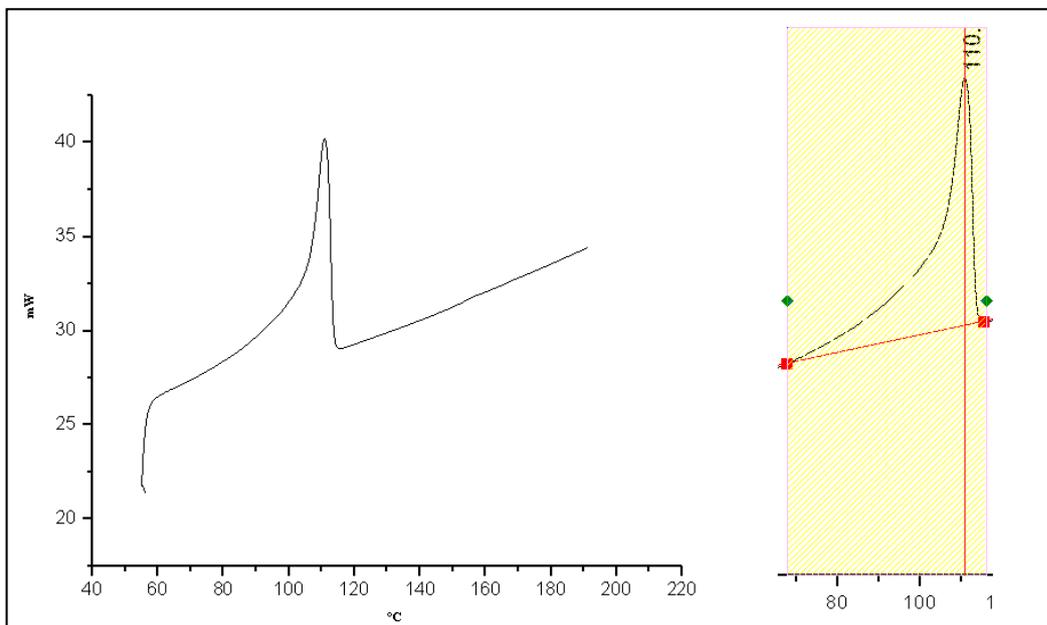


Figura 3.44 Termograma de calentamiento para el polietileno de baja densidad reforzado con 10% de nanofibra.

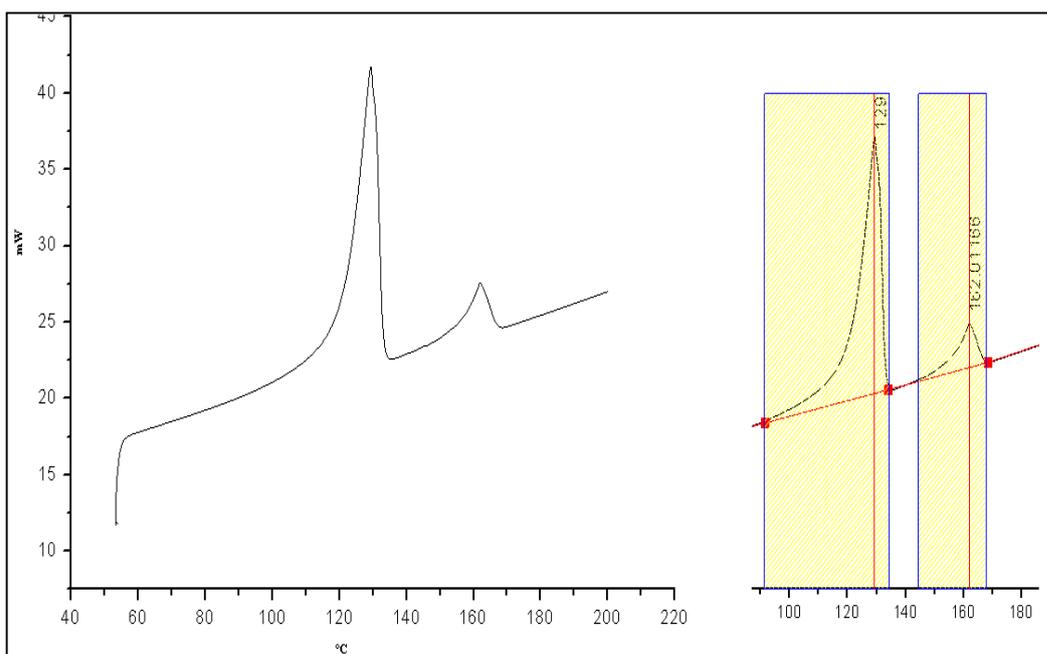


Figura 3.45 Termograma de calentamiento para la matriz de polipropileno.

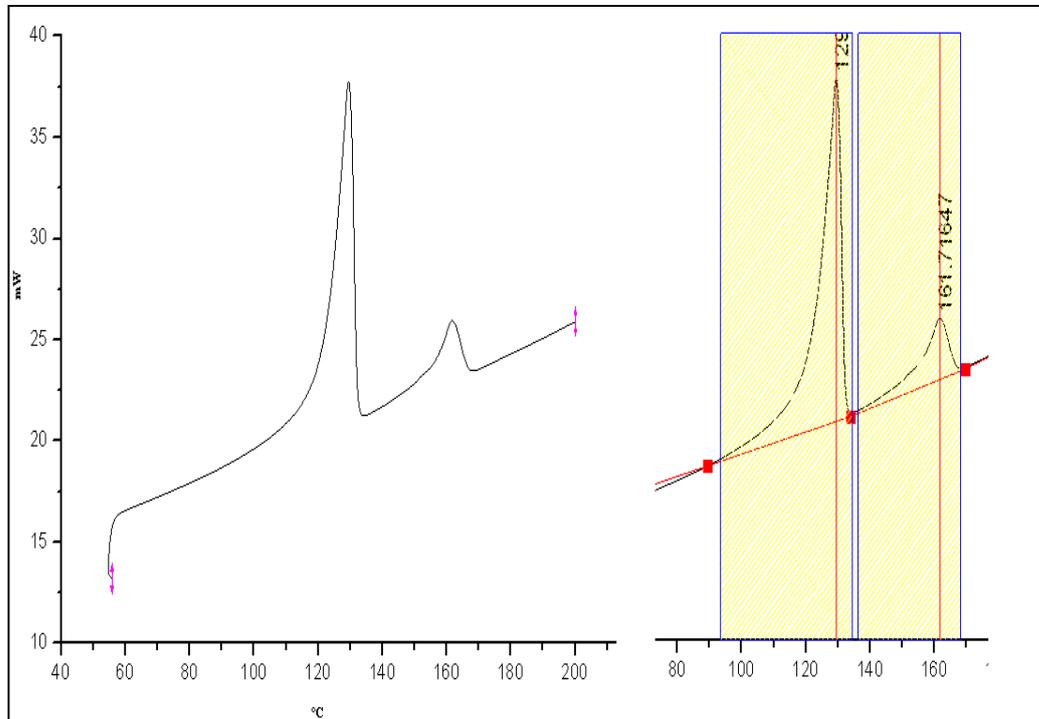


Figura 3.46 Termograma de calentamiento para el polipropileno reforzado con 5% de nanofibra.

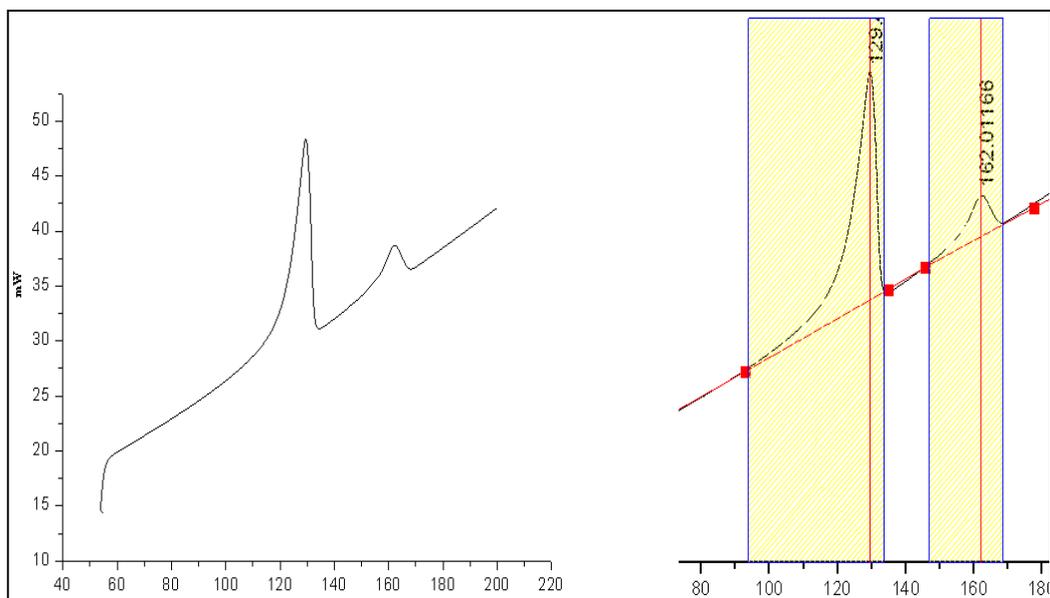


Figura 3.47 Termograma de calentamiento para el polipropileno reforzado con 10% de nanofibra.

Las entalpías de fusión resultado de los picos que fueron mostrados en los termogramas anteriores y la comparación de las cristalinidades que se determinaron a partir de ellos se observan en las tablas 3.5 y 3.6

Tabla 3.5 Cambio de cristalinidad en los materiales de PEBD con y sin

| Plástico (% nanofibra) | Peso de la muestra (g) | ΔH_c (Joules/g) | Cristalinidad total (%) |
|------------------------|------------------------|-------------------------|-------------------------|
| PEBD (0% nanofibra) | 0.0071 | 95.86 48 | 0.3461 |
| PEBD (5% nanofibra) | 0.0060 | 122.8 946 | 0.4437 |
| PEBD (10% nanofibra) | 0.0055 | 137.1 927 | 0.4953 |

Tabla 3.6 Cambio de cristalinidad en los materiales de PP con y sin nanofibra.

| Plástico (% nanofibra) | Peso de la muestra (g) | ΔH_c de la fase β (Joules/g) | ΔH_c de la fase α (Joules/g) | Cristalinidad de la fase β (%) | Cristalinidad de la fase α (%) | Cristalinidad total (%) |
|------------------------|------------------------|--|---|--------------------------------------|---------------------------------------|-------------------------|
| PP(0% nanofibra) | 0.0098 | 112.1019 | 17.2619 | 0.6673 | 0.1027 | 0.6190 |
| PP(5% nanofibra) | 0.0078 | 135.0383 | 24.9894 | 0.8038 | 0.1487 | 0.7657 |
| PP(10% nanofibra) | 0.0060 | 153.6841 | 28.2774 | 0.9148 | 0.1683 | 0.8706 |

En los resultados anteriores se observa que la cristalinidad aumenta conforme se incrementa el porcentaje de nanofibra en la matriz polimérica de ambos termoplásticos, debido a que el contenido de material fibroso impide el movimiento molecular de las cadenas poliméricas, por lo tanto se necesita mayor cantidad de flujo de calor para movilizar una a una estructura con pocos espacios intramoleculares y esto eleva su grado de cristalinidad, además de que la presencia de materiales dentro de la matriz actúan como sitios de nucleación que favorecen a la cristalinidad (Anderson y col., 1998). A pesar de que la cristalinidad podría haber sido la causa principal de que los compósitos disminuyeran la resistencia al impacto en comparación con la matriz este comportamiento se le atribuye a que la dispersión de las nanofibras impide la distribución de la fuerza de impacto ya que sin importar el cambio de cristalinidad la resistencia fue la misma.

En las figuras 3.48 se observa el termogramas de enfriamiento para el polietileno de baja densidad y en las figuras 3.49 y 3.50 para las matrices de polietileno de baja densidad reforzadas con 5 y 10% de nanofibra respectivamente. De igual forma en la figura 3.51 se muestra el termograma de enfriamiento para la el polipropileno sin nanofibra y en la 3.52 y 3.53 para los materiales compuestos de polipropileno con 5 y 10% de material celulósico respectivamente.

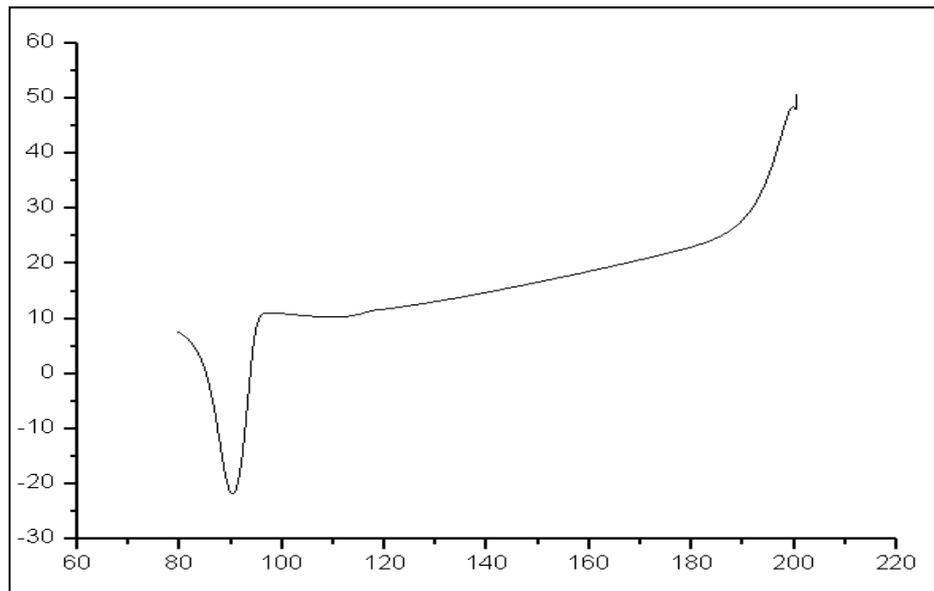


Figura 3.48 Termograma de enfriamiento del polietileno de baja densidad sin reforzar.

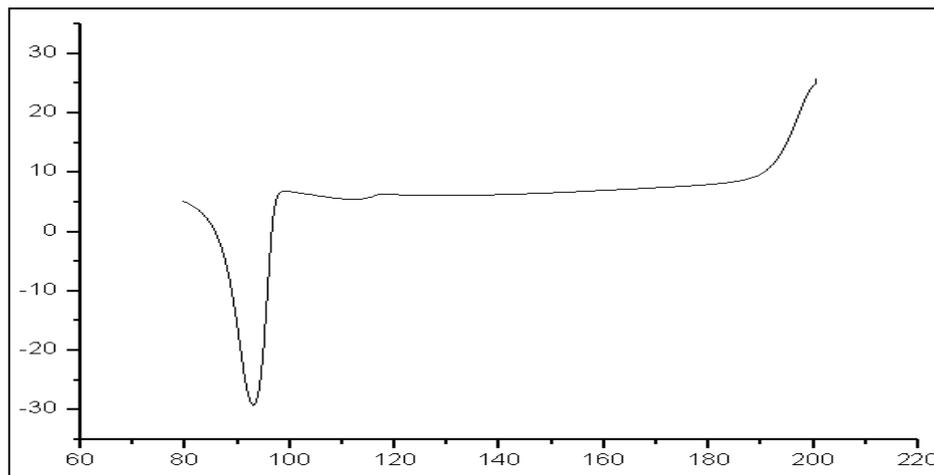


Figura 3.49 Termograma de enfriamiento del compuesto de polietileno de baja densidad reforzado con 5% de nanofibra.

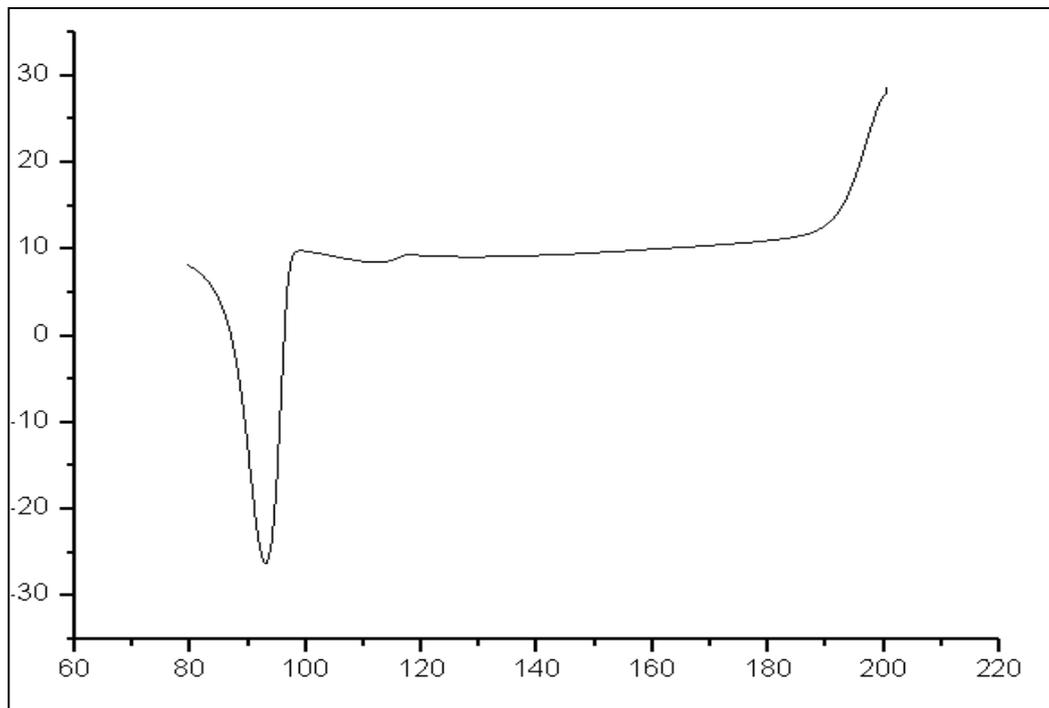


Figura 3.50 Termograma de enfriamiento del compuesto de polietileno de baja densidad reforzado con 10% de nanofibra.

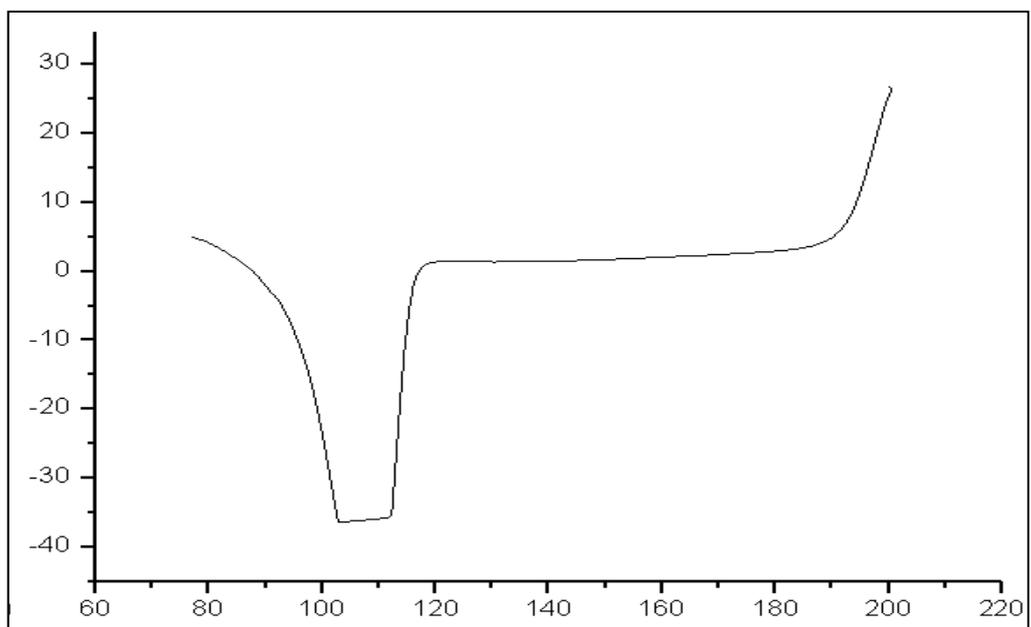


Figura 3.51 Termograma de enfriamiento del polipropileno sin reforzar.

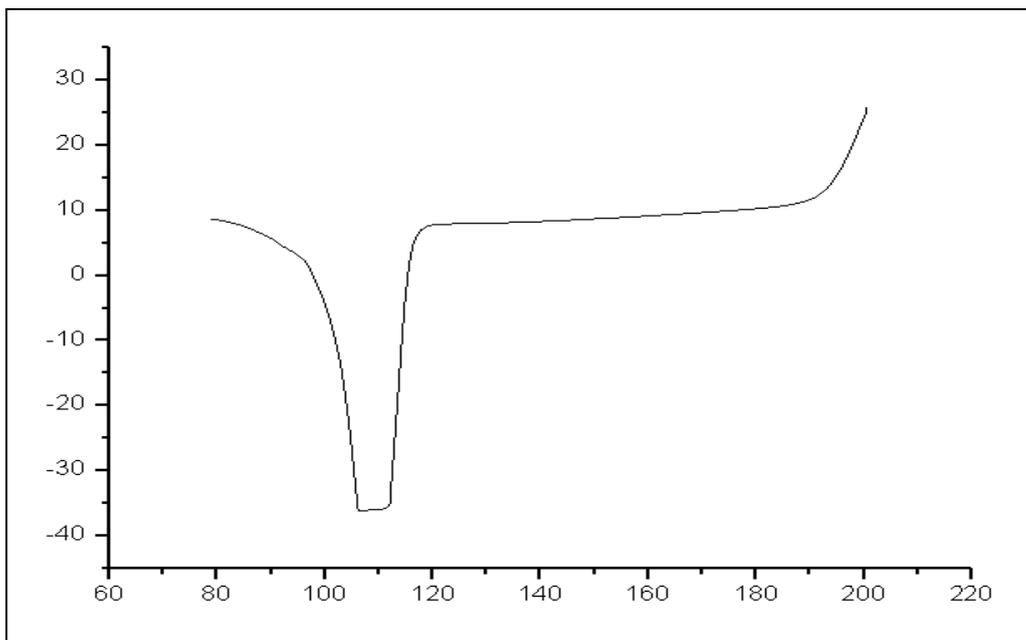


Figura 3.52 Termograma de enfriamiento del compuesto de polipropileno reforzado con 5% de nanofibra.

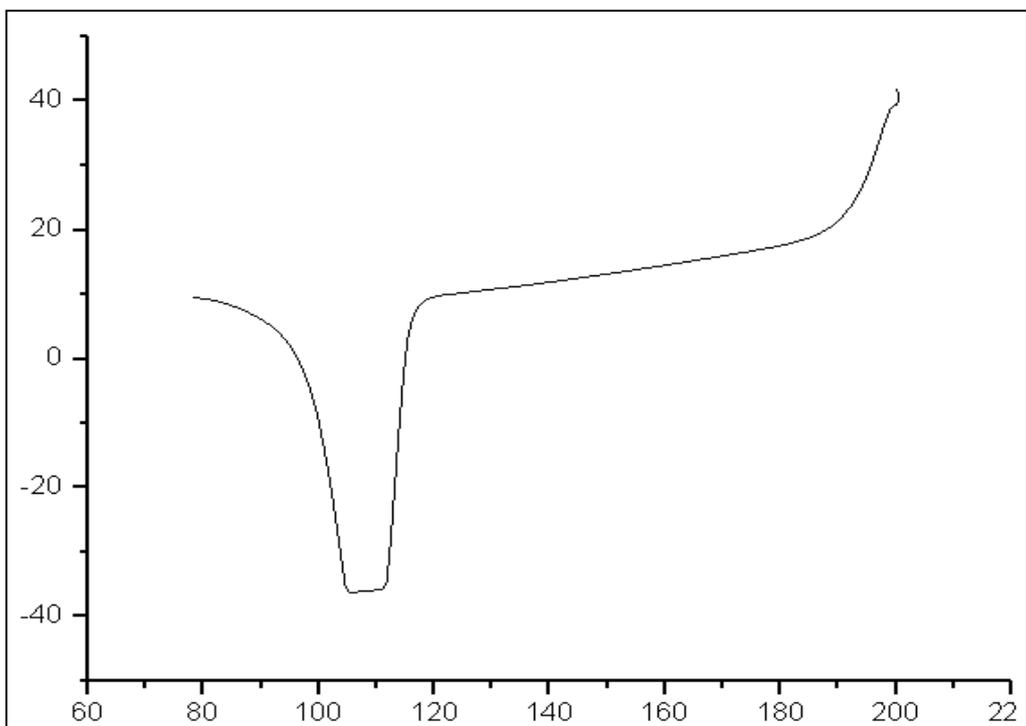


Figura 3.53 Termograma de enfriamiento del compuesto de polipropileno reforzado con 10 % de nanofibra.

En los termogramas de enfriamiento se aprecia que la temperatura de cristalización para los materiales con polietileno de baja densidad se localiza a 93°C y para los que contienen polipropileno se localiza alrededor de los 108°C.

Ni las temperaturas de fusión mostrada en los termogramas de calentamiento, ni las temperaturas de cristalización que se observan en los termogramas de enfriamiento presentaron una variación significativa, esto se puede atribuir a que el compósito está actuando como una unidad donde la matriz representa la fase predominante, al encontrarse en mayor cantidad y envolviendo a la fase dispersa, por lo tanto es el termoplástico y no la nanofibra, el que determina ambas temperaturas de transición.

3.6 Microscopía de luz polarizada

En la figura 3.54 se observa la micrografía de la matriz de PEBD y en las micrografías de la figura 3.55 y 3.56 se observa la orientación de las nanofibras dentro de la matriz de polietileno de baja densidad. La distribución de las nanofibras dentro de los plásticos es de forma desorientada. Debido al color del polipropileno no fue posible apreciar la distribución de las nanofibras en esta matriz, pero se supone que las nanofibras se encuentran desorientadas al igual que en la matriz de PEBD debido a que el proceso de comprensión por el que fueron elaboradas las placas no produce ninguna orientación a los materiales de refuerzo (Anderson y col., 1998).

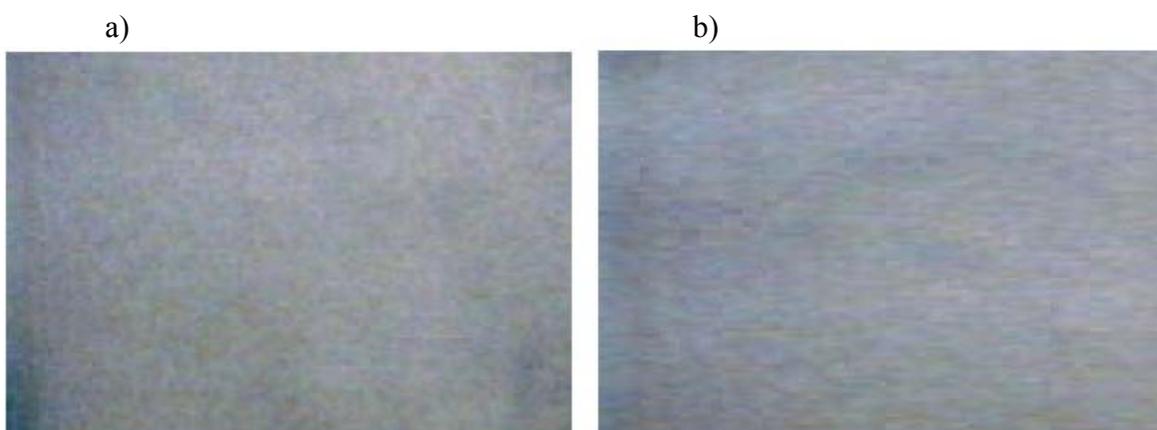


Figura 3.54 Micrografía de PEBD sin reforzar: a) 50 x y b) 100x.

En las imágenes 3.55 y 3.56 se aprecia que los compósitos con 5% de nanofibra presentan menor número de espacios sin refuerzo pero de mayor área que los que se presentan en los compósitos con 10% de material celulósico y como se mencionó anteriormente, el mayor número de espacios vacíos es el que contribuye a la disminución de algunas propiedades mecánicas de los compósitos con 10% de nanocelulosa.

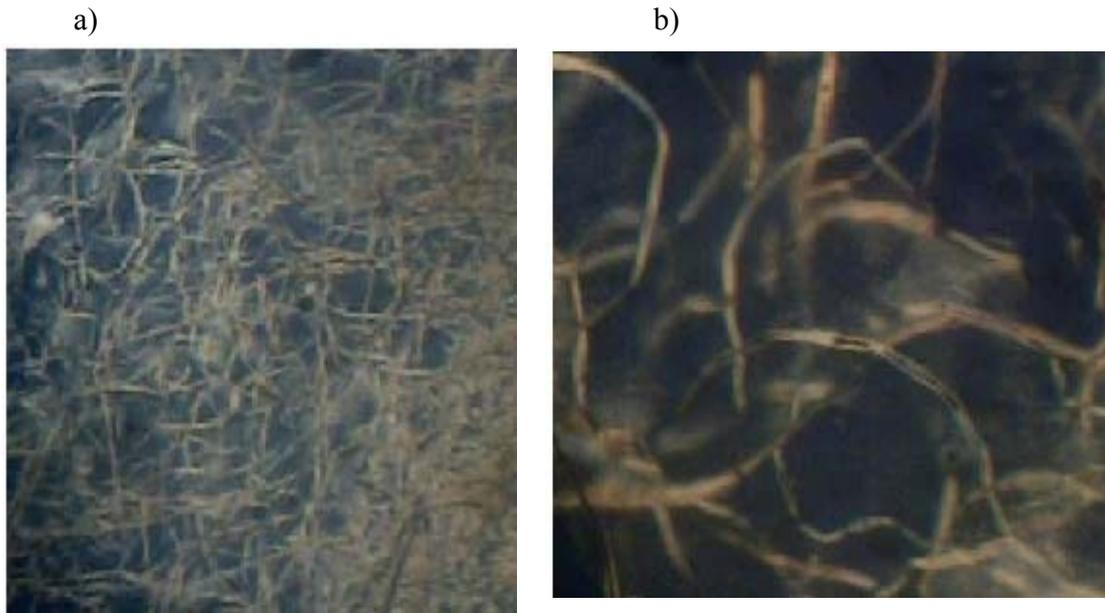


Figura 3.55 Micrografías de PEBD reforzado con 5% de nanofibra: a) 50x y b) 100x.

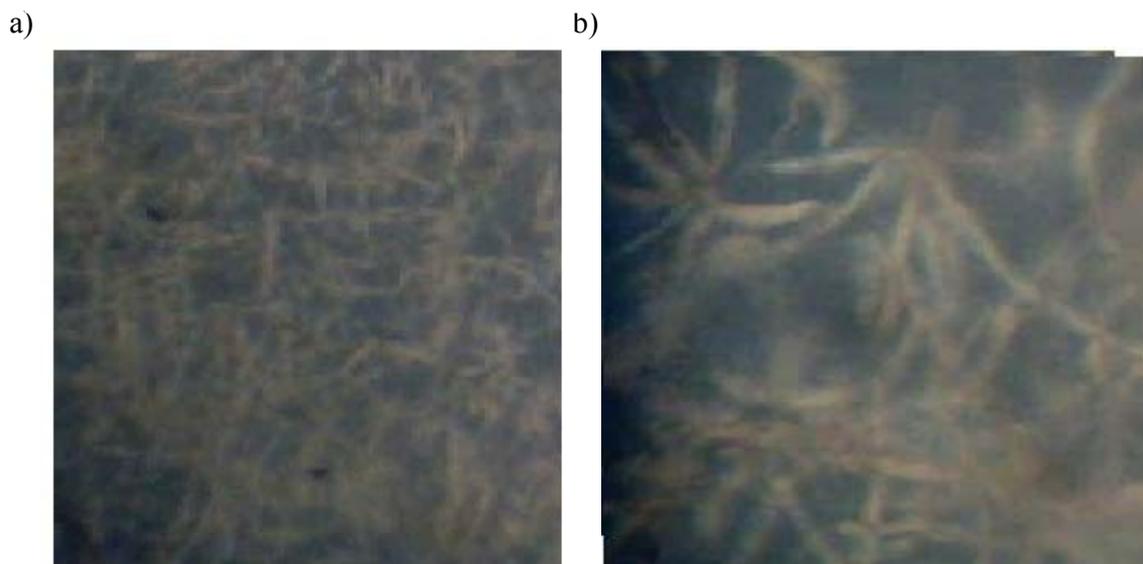


Figura 3.56 Micrografías de PEBD reforzado con 10% de nanofibra: a) 50x y b) 100x.

Las micrografías realizadas a las muestras con polipropileno se aprecian en las figuras 3.57, 3.58 y 3.59, donde se comprueba la presencia de la fase beta en dichos materiales, al observar esferulitas de alta birrefringencia. Las imágenes fueron tomadas con 50 y 100 aumentos, se observa que las esferulitas son más definidas y dispersas conforme aumenta la cantidad de nanofibra lo cual se atribuye al incremento de la cristalinidad producido por la adición de materiales celulósicos (Lustiger y col., 1995).



Figura 3.57 Micrografías de PP sin reforzar: a) 50x y b) 100x.

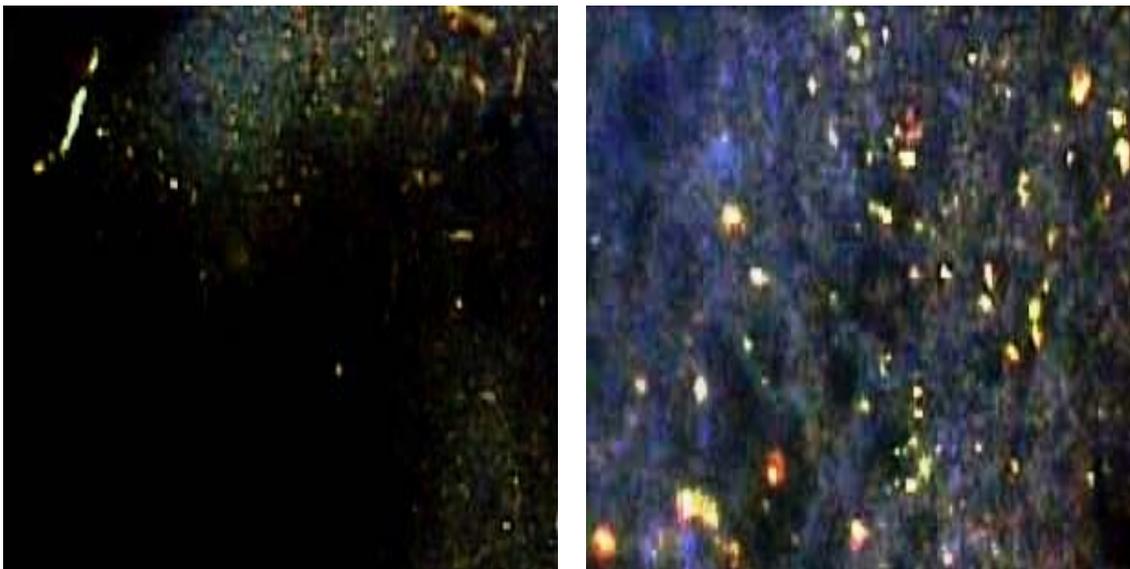


Figura 3.58 Micrografías de PEBD reforzado con 5% de nanofibra: a) 50x y b) 100x.

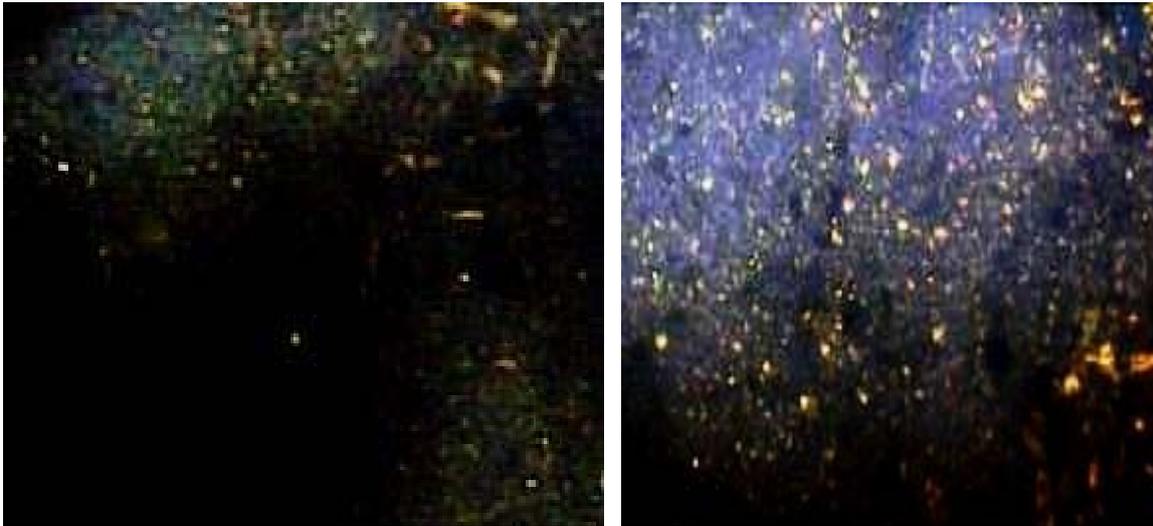


Figura 3.59 Micrografías de PEBD reforzado con 10% de nanofibra: a) 50x y b) 100x.

Conclusiones

Con base en los resultados obtenidos y mencionados en el capítulo anterior se llegó a las siguientes conclusiones.

- Se extrajo exitosamente celulosa mediante los tratamientos químicos realizados a las fibras del Agave Fourcroydes lo cual fue confirmado mediante los espectros de FTIR.
- Mediante las imágenes obtenidas con la técnica AFM se confirmó la obtención de nanofibras de celulosa con diámetros que varían de 65 a 36 nanómetros y 0.3 micrómetros de largo.
- Los compósitos reforzados con 5% de nanofibra fueron los que reportaron mejoras en sus propiedades relacionadas con el esfuerzo y la carga, mientras que los reforzados con 10% presentaron disminuciones en estos parámetros debido a que la cantidad de nanofibra en la matriz fue excesiva y ocasionó un mayor número de puntos de fractura.
- El módulo de Young se incrementó en todos los compósitos debido a que la nanofibra tiende a crear puentes entre la matriz al momento de la tracción, lo que ocasiona que este parámetro se incremente.
- Los materiales compuestos presentaron una disminución significativa en cuanto a su deformación y su desplazamiento, lo cual se atribuye a que la nanofibra dentro de los termoplásticos impide las dislocaciones y el libre movimiento de la matriz.
- Los compósitos de matriz de polietileno de baja densidad reforzados con 5% de nanofibra aumentaron: 59% su máximo esfuerzo, 161% la rotura producida por el esfuerzo y la rotura a la carga, un 133% el módulo de Young, 59% la máxima carga

que soportaron. Además disminuyeron 55 y 58% el máximo desplazamiento y la rotura al desplazamiento respectivamente.

- Los materiales compuestos con 5% de nanofibra en una matriz de polipropileno aumentaron 23% su máximo esfuerzo, 11 % la rotura producida por el esfuerzo y la rotura a la carga, un 50% el módulo de Young, 17% la máxima carga que soportaron. Estos materiales también disminuyeron 21 y 18% el máximo desplazamiento y la rotura al desplazamiento respectivamente.
- Los materiales de polietileno de baja densidad reforzados con 10% de nanofibra disminuyeron 17% su máximo esfuerzo, 77% la rotura producida por el esfuerzo y la rotura a la carga, 17% la máxima carga que soportaron, 80% el máximo desplazamiento y 76% la rotura al desplazamiento respectivamente. Así también se obtuvo un aumento de 63% en el módulo de Young.
- El polipropileno reforzado con 10% de material celulósico disminuyó 1% su máximo esfuerzo, 14% la rotura producida por el esfuerzo y la rotura a la carga, 6% la máxima carga que soportaron, 16% el máximo desplazamiento y 14% la rotura al desplazamiento respectivamente. Así también se obtuvo un aumento de 8% en el módulo de Young.
- Las pruebas de impacto demostraron que sin importar la cantidad de fibra esta no permite la disipación de la energía a través de la matriz, lo que trajo como resultado la disminución de 48 y 72.5% para las matrices de polipropileno y polietileno de baja densidad respectivamente a la fuerza que pudieron soportar los compósitos al ser impactadas.
- Al compararse los máximos esfuerzos soportados por los compósitos que contienen 5% de nanofibra con los resultados obtenidos por otros autores que trabajaron con fibras de dimensiones mayores a las empleadas en esta investigación, se postula que

si se emplean fibras de tamaño nanométrico la cantidad necesaria para mejorar este parámetro debe ser menor debido a que se dispersan más eficientemente.

- Al comparar la disminución de la resistencia al impacto de los compósitos elaborados en esta investigación con los datos reportados por autores que investigaron el mismo efecto con otros materiales celulósicos se aprecia que las dimensiones nanométricas producen un efecto más favorable que las dimensiones mayores ya que estas últimas presentaron una disminución más significativa de la resistencia al impacto, posiblemente porque un refuerzo de mayor tamaño dificulta más fácilmente la disipación de la energía sobre la matriz.
- En los resultados obtenidos mediante el DSC se observa que a mayor cantidad de celulosa el porcentaje de cristalinidad aumenta debido a que la nanofibra genera menor número de espacios intermoleculares y más sitios de nucleación. En esta investigación se aumentó la cristalinidad en un 24 y 40% para el polietileno de baja densidad, y en un 25 y 40% para el polipropileno, reforzados con 5 y 10% de nanofibra respectivamente.
- Además se observó que las temperaturas de transición no se ven afectadas por dicho refuerzo, esto es porque la matriz se encuentra en mayor cantidad y envuelve a la fase dispersa.
- La microscopía de luz polarizada permitió confirmar que la orientación de las nanofibras es desordenada o discontinua, debido a que las placas fueron elaboradas por compresión.

Referencias bibliográficas

Acevedo, M., E., Nanotecnología y nanocompositos, y su influencia en la ciencia de los materiales, Tesis de Doctorado, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacéuticas, Universidad de Chile, 77p, 2006

Alvarez V., B., Celina, V., A., Comportamiento mecánico de celulosa midificada/almidón reforzado con fibras de sisal cortas, CONAMET, Instituto Tecnológico de Materiales Universidad de Mar de Plata, Argentina, 2003

Anderson, J., C., Leaver, K., D., Rawlings, R., D., Alexander, J., M., Ciencia de los materiales, Editoria Limusa, 1998

Antonio, C., R del C., Tesis de Doctorado. División de Estudios de Postgrado e Investigación del Instituto Tecnológico de Cd. Madero, 1999

Arandes, M, J., Bilbao J., López, D., V., Reciclado de residuos plásticos, Revista Iberoamericana de Polímeros, 5(1), 2004

Askeland, D., R., Ciencia e Ingeniería de los materiales, *Editorial* Thompson, 1998

Atalla, R., H., Vanderhart, D., L., Science, 223, 1984

Alva, R., Introducción a la química orgánica, disponible desde <http://www.telecable.es/personales/albatros1/quimica/industria.htm>, 2011

Beer, P., F., Russel, E., Jr, J., Mecanica de Materiales, Mac Graw Hill, 3ra edición, 2004

Birley, A., W., Haworth, B., J., Physics of Plastics, Processing, Properties and Materials Engineering, Editorial Hanser, 253, 1992

Bidlack, J., M., Benson, R., Molecular structure and component integration of secondary cell walls in plants. proceedings of the Oklahoma, Academy of Science 72, 51-56. (1992).

Binsberg, F., I., Delange, B., G, M., Morphology of Polypropylene Crystallized from Melt.Polymer, 9(1), 23-28, 1968

CERMAV, 2010 Centre de Recherches sur les Macromolécules Végétales. Disponible desde: <http://www.cermav.cnrs.fr/glyco3d/lessons/cellulose/index.html>

Cervantes, L., J, J., Copolimerización de PMMA sobre fibra de henequén vía ATRP, Tesis de Maestría, División de Estudios de Posgrado e Investigación, Instituto Tecnológico de Cd. Madero, 2008

- Choudhary, V., H. S., Varma, I., K., V., Effect of EPDM rubber on melt rheology, morphology and mechanical properties of polypropylene/HDPE (90/10) blend. *Polymer*. 32 (14) 2541-2545, 1991
- Cocom, B., R., J., Duarte, S., A., Escamilla, C., G., Obtención y caracterización de compuestos de fibras de henequén y polipropileno, *Revista Mexicana de Ingeniería Química, Universidad Autónoma Metropolitana- Iztapalapa*, 39, 44, 2006
- Giannelis, E., P., Krishnamoorti, R., E., M., *Polymer Science*, 138 , 107, 1999
- Espitia, S., Hector, M., Aislamiento de nanofibras de celulosa a partir de residuos agroindustriales de fique y caña de azúcar, con potencial aplicación en reforzamiento de polímeros termoplásticos, Tesis de Doctorado para ingeniería química, Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ciencias Químicas Sede Medellín, 2010
- Favier, I., V., Cavaille., J., Y., Chanzy, H., *Macromolecules*, 28, 6365, 1995
- Fengel, D., Wegener, G., *Wood: Chemistry, ultrastructure, reactions*, De Gruyter, Berlin, 1984
- Gámez, P., J., Relación estructura-propiedades en placas y láminas de polipropileno y copolímeros en bloque etileno-propileno obtenidas por diferentes procesos de transformación, Tesis Doctoral, UPC, 2007
- Hillis, W., E., Sumimoto, M., Effect of extractives on pulping. In *Natural Products of Woody Plants II*, Rowe, J.W., Ed., Springer-Verlag, Berlin, 880-920, 1989
- Hull, D., Clyne, T., W., *An introduction to composite materials*, New York, 1-5, 1996
- Idicula, M., B., A., Umadevi, L., I., L., Candau, Y., T., S., *Composites Science and Technology*, 66, 2719–2725, 2006
- Instituto Nacional de Ecología (INE), Envases, disponible desde <http://www.2.ine.gob.mx/publicaciones/gacetitas/422/envases.html>, 2011
- Instituto Nacional de Recicladores (INR), Plásticos, disponible desde <http://www.inare.org.mx/plastico.htm>, 2011
- Heinemann, J., P., Reichert, R., T., R., Mulhaupt, *Macromol. Rapid. Commun.* 20, 423, 1999
- Jara, S., Mario., Compuestos mixtos a base de plásticos y madera, *Theoria*, Universidad del Bio,Bio, Chillán-Chile, 35, 40, 2002
- KCPC Education Resource Web Site Cellulose, disponible desde: http://www.kcpc.usyd.edu.au/discovery/9.2.2/9.2.2_Cellulose.html, 2000

- Koeslag, J., H., Manuales para la Educación Agropecuaria, Editorial Trillas 2ª. Edición, 1991
- Kroon-Batenburg, L., M, J., Kroon, J., N., M.G. PolymerCommunication, 27, 290, 1986
- Lonkengard, E., Industria del Plástico, Editorial Editorial Cengage, 1999
- Lustiger, A., M., Cary, N., Devorest, Y., Materiales compuestos polipropileno/fibra, Oficina española de patentes y marcas, 1995
- Macauley, N., J., Harkin-Jones, E., M, A., Murphy, W., R., The influence of extrusion parameters on the mechanical properties of polypropylene sheet. Polymer Engineering and Science, 38(4), 662-673, 1998
- Marchessault, R., H., Morehead, F., F., Walter, N., M., Nature, 184, 632, 1959
- Maya, J., S, T., Biofibras and biocomposites. En: Carbohydrate Polymers. 71, 343–364, 2008
- Miravete, A., Cuartero J., Materiales Compuestos, Edit. Reverté, España, 2004
- Kawasumi, M., Macromolecules, 30(20), 633, 1997
- Mohanty A., K., Misra M., Hinrichsen., G., Macromol Mater Eng, 276, 277, 2000
- Nanotechnology, disponible desde http://www.sld.cu/Pdf/sitios/histologia/el_microscopio_de_fuerza_atmica.pdf, 2007
- Navarro, P., F., Estudio de la inducción de fase beta en polipropileno isostático con extrusor monohusillo, Tesis de Maestría, Instituto Tecnológico de Cd. Madero Tamaulipas, 2010
- Newman, R., H., Hemmingson, J., A., Holzforschung, 44, 351, 1990
- Nogi, M., Abe, K., Handa, K., Nakatsubo, F., Ifuku, S., Yano, H., Applied Physics Letter, 89, 123, (2006)
- Observatorio Tecnológico de la Soldadura(Obtesol),Termoplásticos, disponible desde <http://www.obtesol.es/Title:Termoplásticos>, 2007
- Ortiz, L., B., Resistencia de los materiales, Mc Graw Hill, 1990
- Peng, G., M., Roberts, J., C., Solubility and toxicity of resin acids, Water Res, 34, 2785, 2000

Pukanszky, B., Fekete, E., Mineral Fillers in Thermoplastics I; Springer, Nueva York, 109, 1999

Rodríguez, G., I, María., Caracterización química de fibras de plantas herbáceas utilizadas para la fabricación de pastas de papel de alta calidad, Tesis Doctoral, Ciencias Químicas por la Universidad de Sevilla, 202, 2006

Rondeau, C., Bouchet, B., Pontoire, B., R., P., Mazoyer, J., B., A., Carbohydrate Polymers, 53, 241, 2003

Vaia, R., A., G., Chem. Mater, 5(12), 1694, 1993

Salas, P., M., Influencia del Compatibilizante sobre las Propiedades Mecánicas en Aleaciones de PA/PP en Análisis de Mecánica de La Fractura, 459, 46, 2005

Shelley, S., F, K., Moore, S., S., Chem. Eng, 30, 1992

Silva S., M, A., “Memorias del World Polymer Congress Macro”, IUPAQ, Paris, Francia, 2004

Soulestin, J., Q, N., Sclavons, M., D, J., Polymer Engineering and Science, 468, 2007

Torres, F., G., Ochoa B., Machicao., Single Screw Extrusion of Natural Fibre, 40, 33-35, Peru, 2003

Qualiest, Tecnologías avanzadas para pruebas de plásticos, disponible desde <http://www.fing.uncu.edu.ar/catedras/.../archivos/TPGMUniversal.pdf>, 2011

Wang, H., Huang, Li., Lu, Y., Preparation and Characterization of micro and nano-fibrils from jute, 443-444, Beijing, 2009

Xenoform, Guía de plantas, disponible desde <http://www.devasgarden.com>, 2007

Yano, K., J., Polym. Sci., Part A: Polym. Chem, 31(10), 2493, 1993

Zeiss, Microscopía e imagen digital, disponible desde <http://www.zeiss.com>, 2011