



**INSTITUTO TECNOLÓGICO
DE CD. MADERO**



DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



**PROCESADO DE COMPOSITO DE POLIPROPILENO (PP) Y
POLICLORURO DE VINILO (PVC) CON FIBRA DE CANDELILLA**

PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERIA QUÍMICA.

PRESENTA:

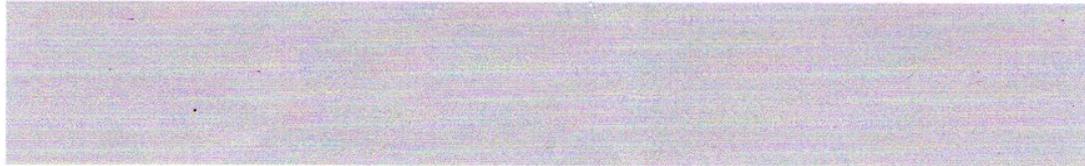
I.Q. HERNÁNDEZ HERNÁNDEZ DANIEL EUGENIO

ASESORES:

DRA. ANA BEATRIZ MORALES CEPEDA

DR. TOMAS LOZANO RAMÍREZ

CD. MADERO, TAM. DICIEMBRE 2012



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

SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA

Ciudad Madero, Tamps; a **09 de Noviembre de 2012.**

OFICIO No.: U1.731/12
AREA: DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
ASUNTO: AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN DE TESIS

C. ING. DANIEL EUGENIO HERNÁNDEZ HERNÁNDEZ
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:

**“PROCESADO DE COMPÓSITO DE POLIPROPILENO (PP)
Y POLICLORURO DE VINILO (PVC) CON FIBRA DE CANDELILLA”**

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



S.E.P.
DIVISION DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E
INVESTIGACION
ITCM

c.c.p.- Minuta
Archivo

MYCHC 'JLRA' jar



Ave. 1º. 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) 357 48 20, Ext. 1002, email: itcm@itcm.edu.mx
www.itcm.edu.mx



DEDICATORIA

Este trabajo está dedicado a mis padres Margarita y Eugenio quienes son los mejores padres porque me han guiado por un buen camino con sus principios y valores. También esto es dedicado a mi hermano Osvaldo y mi hermana Alma Delia que me han apoyado y animado para terminar mi carrera.

A mis tíos cercanos Hipólito y Samuel quienes son ejemplos de admiración y respeto para mí y que me han brindado su mano incondicionalmente.

A mis amigos que nombrarlos amerita un índice aparte. Este trabajo es para ustedes porque me han apoyado con sus consejos, compartido su tiempo y ayudado a lo largo de mi carrera.

AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por las becas otorgadas para la realización de mis estudios de maestría y por financiar mis estancias en Ecole Polytechnique de Montréal por 5 meses.

A la Dra. Ana Beatriz Morales Cepeda (DEPI - ITCM) por el apoyo brindado durante mi carrera de maestría y durante la dirección de la realización de este proyecto.

Al Dr. Tomas Lozano Ramírez (DEPI - ITCM) por su co-asesoría y su ayuda brindada para poder realizar mi estancia de investigación en Ecole Polytechnique de Montréal Canadá

Al profesor. Pierre G. Lafleur (Polytechnique de Montréal) por su co-asesoría y por brindarme la oportunidad de realizar mis estancias en Montréal.

A la maestra Lucie Riffard por su apoyo técnico durante la realización del proyecto en Montréal Canadá

A los Doctores de la DEPI - ITCM por su apoyo y asesoría durante mi formación en la carrera y la realización del proyecto.

A la empresa Multiceras de México S.A. de C.V. de García, Nuevo León por facilitarnos la fibra de candelilla.

A las empresas Indelpro Altamira S.A. de C.V. y Mexichem Altamira por brindarnos el polipropileno y el PVC.

Resumen

Ante el continuo uso de los productos provenientes del petróleo, los cuales contaminan el medio ambiente, surge la necesidad de reducir el consumo de éstos. El impacto ambiental de dichos productos es un problema mundial y las alternativas para su manejo son muy limitadas.

El presente estudio trata de determinar la posibilidad de usar residuos de bagazo de la planta de candelilla (*Euphorbia antisyphilitica*) como relleno de refuerzo en matrices poliméricas termoplásticas, compósitos de polipropileno (PP) y policloruro de vinilo (PVC) reforzados con residuo de bagazo de fibra de candelilla (FC) fueron preparados. Los compósitos fueron preparados por la Brabender y extrusión con un monohusillo de matriz polimérica con 5, 10 y 15 partes por cien de refuerzo de FC respectivamente a dos diferentes tamaños de partícula 150 μm y 420 μm . Los compósitos fueron preparados con Polybond (Pb) y sin (Pb) para determinar el efecto del compatibilizante en la matriz de (PP) utilizando cinco partes por cien de Polybond (Pb) como compatibilizante. Los efectos del compatibilizante y de tamaño de partícula de la fibra de candelilla sobre las propiedades físicas, mecánicas y térmicas de los compósitos fueron evaluadas con espectroscopia infrarrojo (IR), análisis mecánico dinámico, (DMA), reología y prueba de impacto de tipo Gardner, las probetas para las pruebas anteriores fueron fabricadas por el método de compresión en una prensa. Las probetas para prueba de impacto de tipo izod y de tensión fueron llevadas a cabo por moldeo – inyección. Fue encontrado el efecto del compatibilizante Pb en el compósito de PP en las pruebas de DMA. El módulo de almacenamiento (E'), módulo de pérdida (E'') y el factor mecánico de pérdida (tan delta) fueron colectados durante la prueba y graficados contra temperatura. Un incremento en los módulos de E' y E'' , y una disminución en la tan delta fueron observados para los compósitos con el compatibilizante indicando una buena interacción entre la fibra y la matriz de PP.

Abstract

Before the continuous use of the products from the oil, which contaminate the environment, there arises the need to reduce the consumption of these. The environmental impact of the above mentioned products is a world problem and the alternatives to manage it

and to solve it are very limited. For this reason the research and development of biodegradable materials have acquired much importance.

The present study deals to determine the possibility of using candelilla bagasse waste of candelilla plant (*Euphorbia antisyphilitica*) as reinforcing filler in the thermoplastic polymer matrices. The candelilla fiber bagasse (FC) reinforced polypropylene (PP) and polyvinyl chloride (PVC) composites were prepared. The composites were prepared by Brabender and extruder single screw of polymeric matrix with 5, 10 y 15 parts per hundred of FC filler respectively at two different particle size 50 μm and 420 μm . Composite were prepared with Polybond (Pb) and without Pb to determine the compatibilizer effect in the PP matrix at five parts per hundred of Pb were used as compatibilizer. The effects of compatibilizer and fiber particle size of candelilla fiber on the physical, mechanical and thermal properties of the composites were evaluated with Infrared (IR) spectroscopy, dynamic mechanic analysis (DMA), rheology, and Gardner impact test, the specimens for above tests were fabricated for compression method at the press. Specimens for izod impact strengths and tensile were cut out of injection – molded. It was found the compatibilizer effect Pb in the PP composite at the DMA test. Storage modulus (E'), loss modulus (E''), and mechanical loss factor ($\tan \delta$) were collected during the test and were plotted versus temperature. An increase in storage and loss modulus and a decrease in the mechanical loss factor were observed for the composites with compatibilizer indicated a good interaction between the fiber and PP.

Keywords: composites; polypropylene; polyvinyl chloride; natural fiber; compatibilizer; mechanical properties; izod impact test; DMA.

Índice

Introducción	1
1. Marco teórico	3
1.1. ¿Qué son los biocompósitos?	3
1.1.1.- Fibras naturales como refuerzo en biocompósitos	5
1.2. Generalidades de la celulosa	6
1.2.1. Generalidades de los materiales lignocelulósicos	7
1.3. Planta de candelilla.....	9
1.3.1. Extracción de cera de candelilla.....	11
1.3.1.1 Recolección de la planta de candelilla	11
1.3.1.2. Proceso de extracción de cera de candelilla	11
1.3.2. Deshechos de bagazo de fibra de candelilla	12
1.4. Termoplásticos	13
1.4.1. Generalidades del polipropileno.....	14
1.4.2. Generalidades del PVC	15
1.5. Generalidades del compatibilizante.....	16
1.6. Procesado de compósitos	17
1.6.1. Extrusión	18
1.6.2. Moldeo por inyección.....	19
1.7 Antecedentes	22
2. Metodología experimental.....	28
2.1 Materiales	28
2.2. Trituración y lavado de bagazo de fibra de candelilla.....	29
2.3. Análisis gravimétrico de la fibra de candelilla	30
2.3.1. Determinación porcentual de celulosa de la fibra de candelilla	30
2.3.2. Determinación porcentual de lignina de la fibra de candelilla	31
2.4. Procesado de compósitos con bagazo de fibra de candelilla como relleno reforzante y PVC, PP como matrices poliméricas por el método de extrusión	32
2.4.1. Procesado de compósitos	33
2.5. Procesado de compósitos con bagazo de fibra de candelilla como relleno reforzante y PVC, PP como matrices poliméricas por el método de inyección	34
2.5.1. Procesado de compósitos por Brabender.....	34
2.5.2. Procesado de compósito moldeo por inyección.	35

2.6. Caracterización de los compósitos	36
2.6.1 Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier (FTIR)	36
2.6.2. Distribución de tamaño de partícula.....	37
2.6.3. Reometría	37
2.6.4 Análisis dinámico mecánico (DMA).....	38
2.6.5. Pruebas de resistencia al impacto.....	39
2.6.5.1. Impacto por el método Gardner.....	39
2.6.5.2. Impacto por método Izod	39
2.6.5. Prueba de tensión-deformación.....	40
3. Resultados y discusión	42
3.1. Análisis gravimétrico de la planta verde y bagazo de candelilla.....	42
3.2. Espectroscopía Infrarrojo	43
3.3 Análisis de distribución de partícula	44
3.4 Reología	45
3.4.1. Análisis de reología de compósitos de FC/PP.....	45
3.4.2. Análisis de reología de compósitos de FC/PVC	50
3.5.-Resultados de Análisis Dinámico Mecánico (DMA).....	52
3.5.1. Resultados de Análisis Dinámico Mecánico (DMA) de los compósitos de FC/PP	53
3.5.2. Resultados de Análisis Dinámico Mecánico (DMA) de los compósitos de FC/PVC	59
3.6. Pruebas de impacto.....	61
3.6.1.1. Prueba de impacto Gardner para los compósitos procesados por extrusión.....	61
3.6.1.2. Prueba de impacto izod para compósitos procesados por moldeo por inyección	62
3.6.2 Pruebas de impacto para los compósitos de FC/PVC	64
3.7. Pruebas tensiles	66
3.7.3. Resultados de la deformación tensil en el punto de cedencia	70
3.7.4. Resultados de esfuerzo tensil y deformación tensil a la rotura	72
Conclusión.....	¡Error! Marcador no definido.
Recomendaciones.....	82
Anexo	83
Bibliografía	84

Índice de Figuras

1. Marco Teórico

Figura 1. 1. Compósitos plásticos reforzados con fibras usados en el 2002 (adaptados de <i>Plast. News</i> . Agosto 26, 2002).....	4
Figura 1. 2 Representación esquemática de la clasificación de fibras naturales.	6
Figura 1.3 Estructura de la celulosa (Mohanty, y otros, 2005)	7
Figura 1.4 Estructura de la lignina (Rouchi, 2000).....	8
Figura 1.5 Componentes comunes de la hemicelulosa (Fengel, y otros, 1984)	8
Figura 1.6 Planta de candelilla	9
Figura 1.7 Recolección manual de la planta de candelilla	11
Figura 1.8 a). Ebullición de la carga de candelilla mediante ácido sulfúrico b) se muestra como la cera de la candelilla flota en la superficie del agua.....	12
Figura 1.9 Bagazo de fibra de candelilla.....	13
Figura 1.10 Fórmula del polipropileno	15
Figura 1.11 Estructura del PVC	16
Figura 1.12. Estructura química del MAPP (Qiu, y otros, 2004).....	17
Figura 1. 13 Principales características de un extrusor de tornillo simple	19
Figura 1.14 Partes fundamentales de una maquina inyectora.....	22

2. Metodología experimental

Figura 2.1 a) Trituración de candelilla, b) Tamizado de la fibra, c) Lavado de la fibra	30
Figura 2.2 Extrusor de simple tornillo.	32
Figura 2. 3 Brabender CW de marca Plastic – Corder Digi –System	34
Figura 2.4 Maquina de moldeo por inyección.....	35
Figura 2.5 Espectrofotómetro IR por Transformada de Fourier (FTIR) marca Perkin Elmer	36
Figura 2.6 Analizador de distribución de tamaño de partícula.....	37
Figura 2.7 Probetas de compósitos de FC/PP para el análisis de reometría.....	37
Figura 2.8 Probetas de compósito de FC/PP hechas por la norma ASTM D7028	38
Figura 2.9 Prensa de calentamiento carver para hacer las probetas	38
Figura 2.10 Impactometro Gardner	39
Figura 2.11 Probeta de compósito FC/PP de acuerdo a la norma ASTM D256	40
Figura 2.12 Máquina Universal INSTRON 3365	41

3. Resultados y discusión

Figura 3.1 Espectro IR del bagazo de fibra de candelilla.....	43
Figura 3.2 Distribución de tamaños de partícula de 150 micras	44
Figura 3.3 Distribución de tamaños de la partícula de 420 micras	45

Figura 3.4 Curvas de viscosidad de los compósitos de FC/PP a diferentes porcentajes con un tamaño de fibra de 150 micras	46
Figura 3.5 Curvas de viscosidad de los compósitos de FC/PP a diferentes porcentajes con un tamaño de fibra de 420 micras	47
Figura 3.6 Curvas de viscosidad de los compósitos de FC/PP a diferentes porcentajes con Polybond .	47
Figura 3. 7 Curva de viscosidad de los compósitos de FC/PP a diferentes porcentajes con Polybond de 420 micras	48
Figura 3.8 Curvas de viscosidad donde se comparan los compósitos de FC/PP con y sin Polybond a un tamaño de fibra de 150 micras	48
Figura 3.9 Curvas de viscosidad donde se comparan los compósitos de FC/PP con y sin Polybond a un tamaño de fibra de 420 micras	49
Figura 3.10 Curvas de viscosidad de los compósitos de FC/PVC a un tamaño de fibra de 150 micras	51
Figura 3. 11 Curvas de viscosidad de los compósitos de FC/PVC a un tamaño de fibra de 420 micras.	51
Figura 3.12 Curvas de módulo de almacenamiento para el PP y los compósitos con fibra de candelilla sin compatibilizante	53
Figura 3.13 Curvas de módulo de pérdida para el PP y los compósitos con fibra de candelilla sin compatibilizante	54
Figura 3.14 Espectro DMA de pico $\tan \delta$ de los compósitos de FC/PP sin compatibilizante.....	55
Figura 3.15 Curvas de módulo de almacenamiento para el PP y los compósitos con fibra de candelilla con el compatibilizante.....	56
Figura 3.16 Curvas de módulo de pérdida para el PP y los compósitos con fibra de candelilla con el compatibilizante	56
Figura 3.17 Espectro DMA de pico $\tan \delta$ de los compósitos de FC/PP con el compatibilizante.....	58
Figura 3.18 Curvas de módulo de almacenamiento para el PVC y los compósitos con fibra de candelilla	59
Figura 3. 19 Curvas de módulo de pérdida para el PVC y los compósitos con fibra de candelilla.....	60
Figura 3. 20 Espectro DMA de pico $\tan \delta$ de los compósitos de FC/PVC.....	60
Figura 3.21 Resistencia al impacto por Gardner en Joule de los compósitos de FC/PP a un tamaño de fibra de 150 micras.....	62
Figura 3. 22 Resistencia al impacto por Izod en Joule/m de los compósitos de FC/PP a un tamaño de fibra de 150 micras.....	63
Figura 3.23 Resistencia al impacto por Izod en Joule/m de los compósitos de FC/PP a un tamaño de fibra de 420 micras.....	64
Figura 3.24 Resistencia al impacto por Gardner en Joule de los compósitos de FC/PVC a un tamaño de fibra de 150 micras.....	65
Figura 3.25 Resistencia al impacto por Gardner en Joule de los compósitos de FC/PVC a un tamaño de fibra de 420 micras.....	66
Figura 3.26 Módulo de Young de compósitos de FC/PP con Polybond a un tamaño de fibra de 150 micras.	67
Figura 3. 27 Módulo de Young de compósitos de FC/PP con Polybond a un tamaño de fibra de 420 micras	68

Figura 3.28 Esfuerzo tensil de los compósitos de FC/PP con Polybond a un tamaño de fibra de 150 micras.....	69
Figura 3.29 Esfuerzo tensil de los compósitos de FC/PP con Polybond a un tamaño de fibra de 420 micras.....	70
Figura 3.30 Porcentaje deformación tensil de los compósitos de FC/PP con un tamaño de fibra de 150 micras.....	71
Figura 3.31 Gráfica de los valores de deformación por tensión de los compósitos de FC/PP con Polybond a un tamaño de fibra de 420 micras.....	72
Figura 3.32 Esfuerzo tensil a la rotura de los compósitos de FC/PP.....	74
Figura 3.33 Deformación tensil a la rotura de los compósitos de FC/PP.....	74
Figura 3.34 Modelo para la formación de interface entre MAPP y los grupos hidroxilos de la celulosa presentes en la naturaleza de la fibra.....	75
Figura 3.35 Modelo para la formación de interface entre el PVC y los grupos hidroxilos de la celulosa presentes en la naturaleza de la fibra.....	76

Índice de tablas

2. Metodología experimental

Tabla 2. 1 Materiales para el plastificado de los compósitos.....	28
Tabla 2. 2 Material y reactivos químicos para el análisis gravimétrico de la candelilla.....	29
Tabla 2. 3 Preparación de los compósitos de relleno de refuerzo de FC con PP como matriz polimérica.....	33
Tabla 2. 4 Preparación de los compósitos de relleno de refuerzo de FC con PVC como matriz polimérica.....	33
Tabla 2. 5 Condiciones de operación para el procesado de compósitos.....	34

3. Resultados y discusión

Tabla 3. 1 Porcentajes de celulosa de las muestras analizadas de la candelilla verde y de composta....	42
Tabla 3. 2 Porcentajes de lignina de las muestras analizadas de la candelilla verde y de composta.....	42
Tabla 3. 3. Porcentajes de cera de las muestras analizadas de la candelilla verde y de composta.....	42
Tabla 3. 4 Se muestra los resultados globales de la concentración de celulosa, lignina, hemicelulosa y cera de la candelilla verde y el bagazo de candelilla.....	43
Tabla 3. 5 Temperaturas de transición vítrea de los compósitos y PP.....	58

Anexo

Tabla A 1 Propiedades típicas del polipropileno pro-fax 6523.....	83
---	----

Índice de ecuaciones

2. Metodología experimental

Ecn. 2. 1 Determinación de la celulosa de la candelilla	30
Ecn. 2. 2 Determinación de lignina de la fibra de candelilla.....	31
Ecn. 2. 3 Determinación de cera en la fibra de candelilla	32

Introducción

Como un resultado de la creciente conciencia de la interconectividad de factores ambientales, principios de sustentabilidad, ecología industrial, ecoeficiencia y la química verde están siendo integrados en el desarrollo de la nueva generación de los materiales, productos y procesos.

La naturaleza ha creado materiales con propiedades sorprendentes los cuales sorpresivamente no han sido usados en todo su potencial. En la actualidad el uso de fibras naturales como refuerzo o rellenos en la fabricación de compósitos fibra - termoplástico han sido de mucho interés para los investigadores. Estas fibras tienen muchas ventajas tales como baja densidad, elevada resistencia y módulos, abrasividad no relativa, facilidad modificación de la superficie de la fibra, bajo costo, biodegradabilidad y amplia disponibilidad. Las fibras naturales son también mucho más baratas que las fibras sintéticas y podrían remplazar a las sintéticas en muchas aplicaciones donde los ahorros de costos son mayores en los requerimientos de alto desempeño de los compósitos (Rowell, y otros, 1997). Las principales desventajas de las fibras naturales en los compósitos son la incompatibilidad entre la parte hidrofóbica de los polímeros y la parte hidrofílica del bagazo de fibra de candelilla, bajas temperaturas de procesamiento, potencial de humedad de las fibras y la fabricación del compósito. Para mejorar la compatibilidad de dos fases en el compósito, un compatibilizante o un agente de acoplamiento es normalmente adicionado a la mezcla. Esas características están relacionadas con la estructura química y composición de la celulosa los cuales la hemicelulosa, pectina, lignina y cera juegan un papel importante en la humectabilidad de la fibra (Martínez Hernández, y otros, 2007); (Bolton, 1994); (Li, y otros, 2000)

El residuo de bagazo de fibra de candelilla de la compañía de Multiceras S.A. de C.V de García N.L. México es uno de los recursos naturales no utilizados para algún propósito útil. Todo este residuo de fibra de candelilla es encontrada en grandes cantidades debido a que son residuos de la planta de candelilla después de haberle removido la cera de la planta (Instituto de la candelilla, 2004). Comparados con otros estudios de fibras naturales tales como yute, sisal, fibra de coco, lino, henequén, bambú y fibras de madera, el residuo de

bagazo decandelilla no tiene antecedentes en la investigación como refuerzos en matrices termoplásticas. Con los esfuerzos de la investigación en curso a la preparación y evaluación de polímeros hidrófilos – biodegradables(Ramaraj, 2007)el presente estudio reportó la preparación de compósitos de PP con fibra de candelilla y PVC con fibra de candelilla para examinar la posibilidad de usar FC como reforzante en las respectivas matrices poliméricas.

Los motivos principales para el desarrollo del proyecto son los siguientes:

- Interés social para la gente de escasos recursos económicos que trabaja en la recolección de la candelilla en el desierto de México con el fin de hacer un nuevo material que les ofrezca beneficios.
- Bagazo de composta de candelilla son residuos de la planta de candelilla después de un proceso, con ácido sulfúrico para la extracción de la cera. Reutilizar FC para disminuir los desechos y ofrecerle una nueva utilidad.
- Efecto en el impacto ambiental ya que al elaborar el compósito se va a disminuir el consumo del plástico virgen provocando menos consumo de petróleo además de reutilizar los residuos de bagazo de candelilla.

El bagazo de fibra de candelilla contiene residuos de cera que no fue posible remover, se realiza un análisis gravimétrico para determinar los porcentajes de cera, celulosa, hemicelulosa, lignina y cenizas.

Los objetivos de este estudio son mejorar las propiedades mecánicas de los compósitos comparado con el polímero puro mediante dos diferentes caminos de obtención del compósito que fueron realizados por extrusión con tornillo simple y por el método de moldeo de inyección, y el efecto del compatibilizante Pb en el compósito de PP reforzada con FC mediante las pruebas de caracterización DMA, reología y DSC.

1. Marco teórico

Los materiales compuestos reforzados con fibra consisten de fibras de alta fuerza y módulos integrados unidas a una matriz con interfaces distintas entre ellos. De esta manera, ambas fibra y matriz conservan sus identidades físicas y químicas, sin embargo producen una combinación de propiedades que no se puede lograr con uno de los constituyentes actuando por sí solo. En general, las fibras son los principales miembros de carga, mientras que la matriz circundante los mantiene en la posición y orientación deseada, actuando como un medio de transferencia de carga entre ellos y protegiéndolas de daños ambientales debido a las elevadas temperaturas y humedad.

Las principales fibras comerciales usadas son de varios tipos de vidrio y carbón así como Kevlar 49. Otras fibras tales como de boro, carburo de silicio y óxido de aluminio son usadas en cantidades limitadas. Todas esas fibras pueden ser incorporadas dentro de cualquier matriz en longitudes continuas o en discontinuas. El material de la matriz puede ser un polímero, un metal, o una cerámica. Varias composiciones químicas y arreglos microestructurales son posibles en cada categoría de matriz.

La forma más común en la cual los compósitos son reforzados con fibras es usada en aplicaciones estructurales es llamado laminado. Este es obtenido por un número de capas delgadas apiladas de fibras y matriz consolidándolos dentro de un espesor deseado. La orientación de la fibra en cada una de las capas así como la secuencia de apilamiento de varias capas puede ser controlada para generar un amplio rango de propiedades físicas y mecánicas para el compósito laminado.

1.1. ¿Qué son los biocompósitos?

Los materiales compuestos son atractivos porque combinan las propiedades de los materiales en formas que no son encontradas en la naturaleza. Estos materiales muy a menudo resultan en estructuras ligeras teniendo alta rigidez y propiedades adecuadas para aplicaciones específicas así como el ahorro de peso y reducción de necesidades energéticas. Los compósitos de plástico reforzados con fibra empezaron con fibra de celulosa en fenoles en 1908, después se extendieron a la urea y melanina, y alcanzaron estados de productos básicos en los años de

1940 con la fibra de vidrio en poliésteres insaturados. El mercado de los compósitos reforzados con fibras (Figura 1.1) es un negocio multimillonario (Mohanty, y otros, 2005). La fibra de vidrio es la fibra dominante y es usada el 95 % de los casos para reforzar compósitos termoplásticos y termoestables. Actualmente los resultados de la investigación muestran que en ciertas aplicaciones de los compósitos, las fibras naturales demuestran desempeño competitivo de fibra de vidrio. Los compósitos derivados de biopolímeros y fibras sintéticas tales como la fibra y carbón también son llamados biocompósitos. Biocompósitos derivados de fibras de plantas y cultivo (bioplásticos) son probablemente más amigables con el medio ambiente y tales biocompósitos son a veces llamados compósitos verdes.

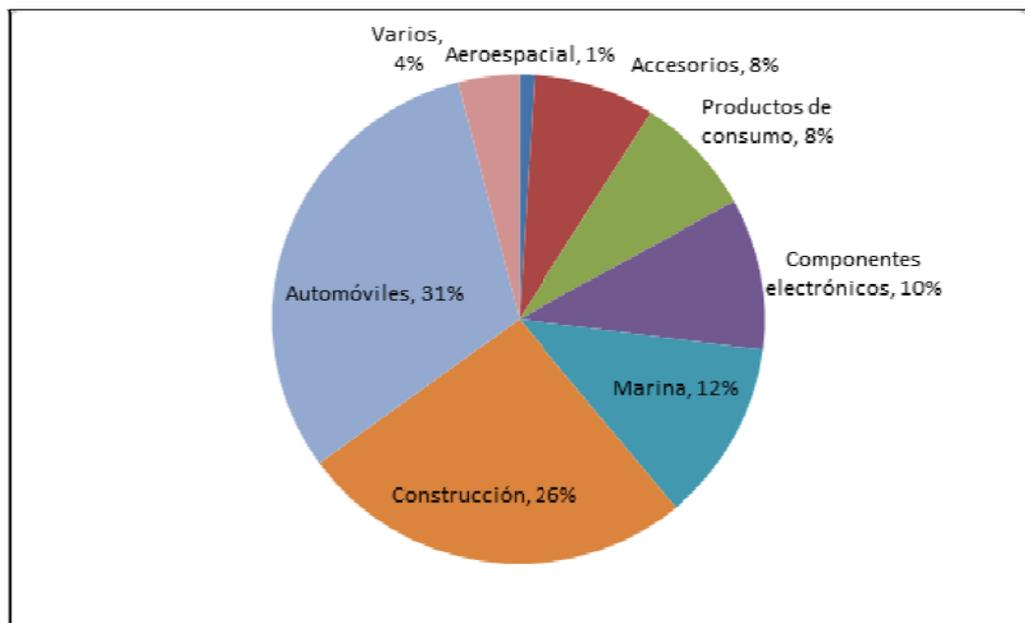


Figura 1. 1. Compósitos plásticos reforzados con fibras usados en el 2002 (adaptados de *Plast. News*. Agosto 26, 2002)

1.1.1.- Fibras naturales como refuerzo en biocompósitos

El suministro de recursos naturales en el mundo está decreciendo y la demanda para el desarrollo sustentable y la materia prima renovable continúa aumentando. En 1997 aproximadamente 25 millones de toneladas de fibras hechas por el hombre y cerca de 20 millones de toneladas de fibras naturales fueron producidas en el mundo. Los compósitos reforzados con biofibras (Plast. News, 2002) representan un potencial no tradicional, fuente de valor agregado de ingresos para la comunidad de agricultura. El yute es de India y Bangladesh, la fibra de coco es producida en los países tropicales del mundo, (India representa el 20% de la producción total en el mundo) el sisal esta también creciendo en los países tropicales de África, la parte oeste de India con Tanzania y Brasil son los dos principales países productores; el kenaf está creciendo comercialmente en los Estados Unidos; el lino es producto básico de cultivo que crece en muchos diversos sistemas de agricultura y ambientes a través del mundo, incluyendo Canadá, Argentina, India, Rusia y la Unión Europea. La fibra de lino representa menos del 2% del consumo mundial en prendas del vestido e industrias textiles. El cáñamo originario de Asia central, de los cuales se extiende para China, y ahora cultivado en muchos países de zonas templadas.

La mayoría de los plásticos por ellos mismos no son capaces para aplicaciones de carga debido a su falta de suficiente resistencia, rigidez y estabilidad dimensional. Sin embargo, las fibras poseen alta resistencia y rigidez pero son difíciles de usar en aplicaciones de carga por ellas mismas debido a su estructura fibrosa. En compósitos reforzados con fibra, las fibras sirven como reforzamiento dando resistencia y rigidez a la estructura mientras que la matriz plástica sirve como el adhesivo para mantener las fibras en su lugar para que los componentes estructurales adecuados se puedan hacer. Una amplia clasificación (fibras de madera y no madera) de fibras naturales es representada en la Figura 1.2.

Actualmente varias fibras que no provienen de la madera (ej. cáñamo, kenaf, lino y sisal) están siendo utilizadas comercialmente en biocompósitos en combinación con el polipropileno para aplicaciones de la industria automotriz.

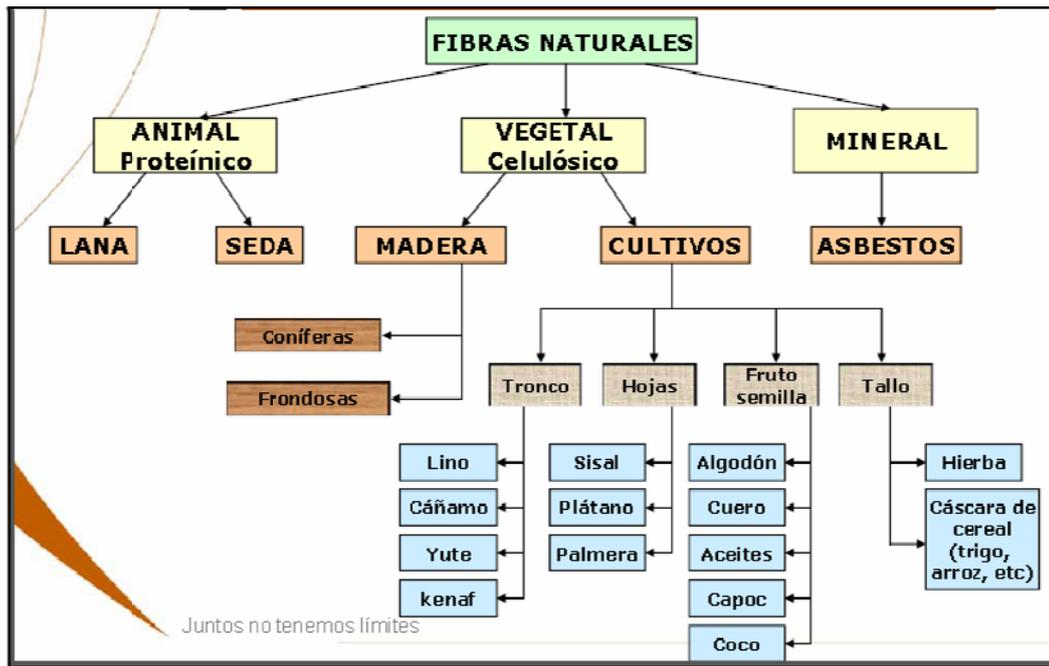


Figura 1. 2 Representación esquemática de la clasificación de fibras naturales.

1.2. Generalidades de la celulosa

Todas las fibras naturales de tipo de madera o no madera son de celulosa en la naturaleza. El principal constituyente de las fibras naturales son celulosa, hemicelulosa y lignina. La cantidad de celulosa en los sistemas lignocelulósicos varía dependiendo de la especie y la edad de la planta. La celulosa es un polímero glucano hidrofílico consiste de una cadena lineal de unidades de 1,4-β anhidro glucosa, los cuales contienen grupos hidroxilos (Figura 1.3). Estos grupos hidroxilos forman enlaces intermoleculares e intramoleculares con las macromoléculas por ellas mismas y también con macromoléculas de celulosa o moléculas polares. Por lo tanto todas las fibras naturales son hidrofílicas en la naturaleza. La estructura química de la celulosa de diferentes fibras naturales es la misma, sin embargo el grado de polimerización (DP) varía. 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.

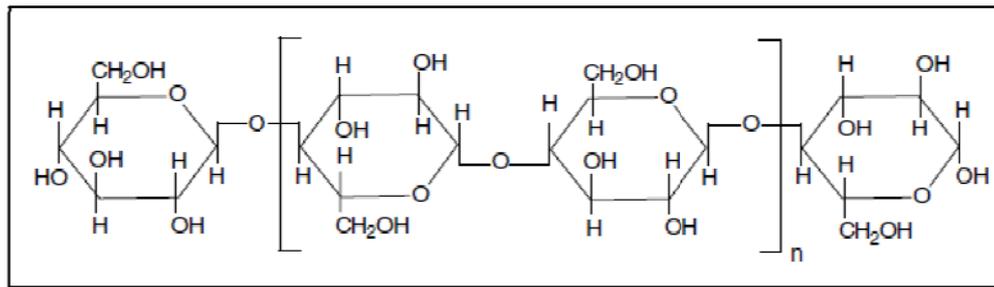


Figura 1.3 Estructura de la celulosa(Mohanty, y otros, 2005)

1.2.1. Generalidades de los materiales lignocelulósicos

Durante la síntesis biológica de las paredes de la planta de la célula, polisacáridos tales como la celulosa y la hemicelulosa son producidos, simultáneamente la lignina llena los espacios entre los polisacáridos. Este proceso de lignificación causa rigidez en las paredes de la célula, y los carbohidratos son protegidos de daños químicos y físicos. La lignina es un polímero bioquímico que funciona como un material de soporte estructural en las plantas. La lignina es un compuesto fenólico de alto peso molecular, generalmente resistente a la degradación microbiana. La naturaleza química de la lignina aún permanece desconocida. La dificultad principal en la química de la lignina es que ningún método ha sido establecido por el cual es posible aislar a la lignina en su estado nativo de la fibra. La naturaleza química de la lignina en materiales lignocelulósicos ha sido un importante tema de estudio. Una probable estructura de la lignina(Rouchi, 2000)es representada en la Figura 1.4. Sin embargo la fórmula estructural exacta de la lignina no ha sido establecida. El alto contenido de carbón y el bajo contenido de hidrógeno contenida en la lignina sugiere que es altamente insaturada o aromática en la naturaleza. La lignina es caracterizada por sus grupos hidroxilos y metoxi. La topología de la lignina de diferentes fuentes puede ser diferente pero esta tiene la misma composición básica. Sin embargo, el modo exacto de los enlaces de la lignina con la celulosa en las fibras naturales lignocelulósicas no es muy bien conocido, se cree que la lignina está vinculada con la mitad de los carbohidratos a través de dos tipos de enlaces: un álcali sensible y otro de álcali resistente.

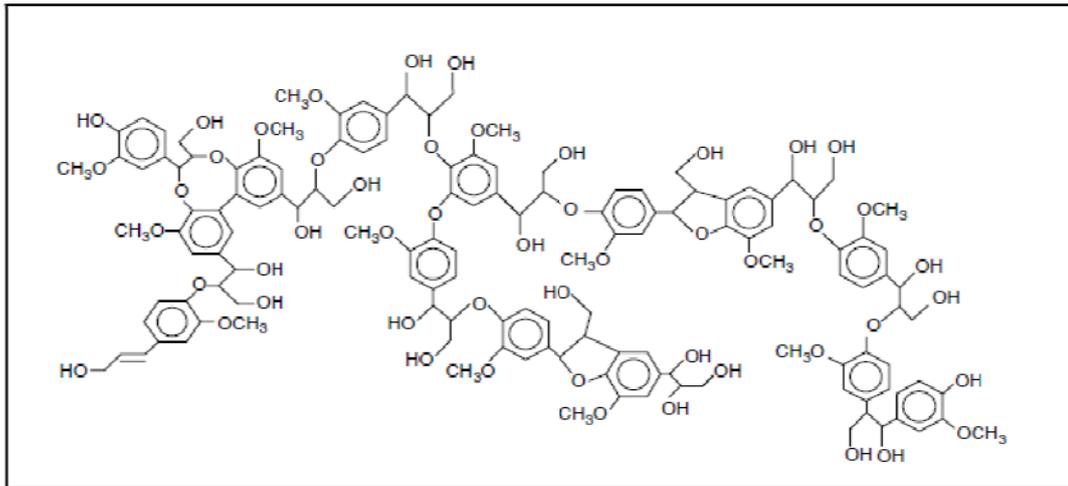


Figura 1.4 Estructura de la lignina(Rouchi, 2000)

Se llama hemicelulosa a un conjunto de polisacáridos (Figura 1.5) 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.

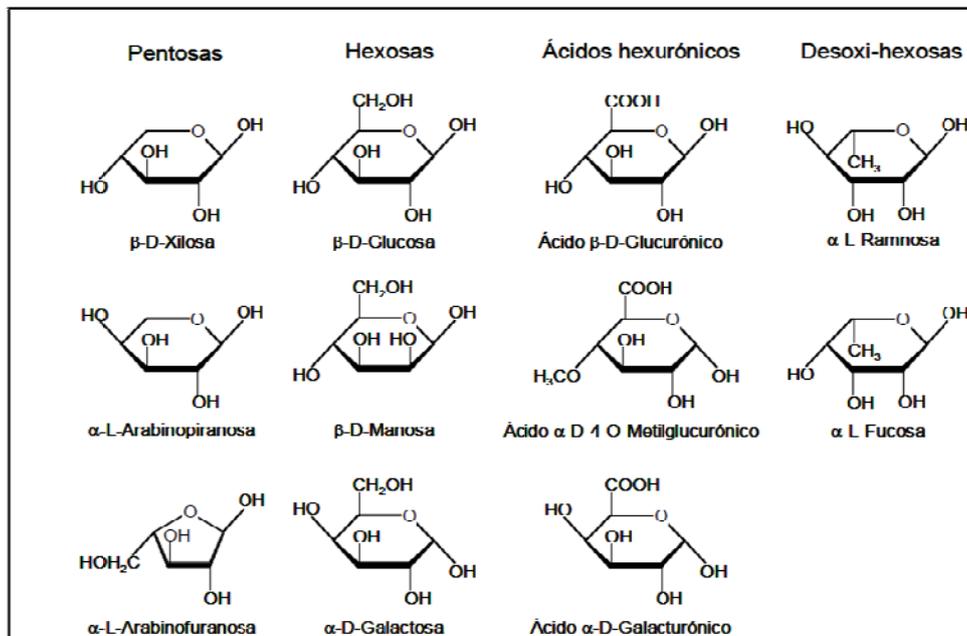


Figura 1.5 Componentes comunes de la hemicelulosa (Fengel, y otros, 1984)

1.3. Planta de candelilla

El nombre común de la planta, “Candelilla”, parece provenir de la forma particular de los tallos del arbusto que son largos, rectos, erectos y recubiertos de cera los cuales presentan la apariencia de pequeñas velas (“*candles*” en el idioma Inglés). Algunas otras versiones indican que la hierba de Candelilla se quemaba directamente para iluminación, haciendo las funciones propias de una vela.

La planta de Candelilla pertenece a la familia de las *Euforbiáceas*, nombre común de una extensa familia de plantas con flores de aspecto similar a los cactus de quienes se diferencian claramente por el látex lechoso que contienen las *Euforbiáceas*. Es nativa del suroeste de Texas y el norte de México.

La planta crece normalmente en zonas de clima semi-desértico, principalmente en laderas de suelo calcáreo, asociadas con formaciones de material rocoso. La raíz de la planta es relativamente pequeña, aunque una planta de tamaño moderado puede desarrollar más de 100 tallos de color verde grisáceo, con dimensiones típicas de 30-60 cm de largo y de 0.1-1.0 cm de diámetro (se muestra la planta en la Figura 1.6), dando lugar a la formación de arbustos de un tamaño aproximado de 90 cm de diámetro.



Figura 1.6 Planta de candelilla

La planta de Candelilla se llena de pequeñas flores color de rosa en la temporada de lluvias. Las formaciones de Candelilla son más abundantes en elevaciones del orden de 800 m

y se asocian comúnmente con el crecimiento de plantas de lechuguilla, sotol, pasto chino, ocotillo y cactus diversos. La planta de candelilla es muy resistente al ataque de plagas y enfermedades y se consume de forma muy limitada por algunas especies de la fauna silvestre que existe en la región.

En 1829 el Botánico J.G. Zuccarini(Zuccarini, 1832) describió por vez primera a la planta de candelilla con el nombre científico *Euphorbia Antisyphilitica*, reconociendo las propiedades medicinales del jugo de la planta como un remedio utilizado por los indígenas para tratar la enfermedad venérea de la sífilis. En la actualidad, la candelilla se considera útil para el tratamiento de padecimientos diversos.

Una nueva clasificación de la candelilla fue presentada en 1909 por G. Alcocer, quién la nombró *Euphorbia Cerífera*, destacando las propiedades de la planta para la generación de cera, la cual le sirve como elemento de protección y sello para la retención de humedad.

Durante la época de lluvias, los tallos de la candelilla se llenan de una savia espesa, la cual en la época de sequía recubre el tallo con cera para evitar la evaporación. Aún en épocas de sequía severa, el mecanismo protector de la candelilla ha demostrado su efectividad.

Hace casi un siglo, *TheJournal of the Royal Society of Arts* declaró que “la planta silvestre conocida como “Candelilla” contiene cera de excelente calidad y en suficiente cantidad, lo que le convierte en una especie sumamente valiosa”. La explotación de la candelilla en estado silvestre para la producción de cera se convertiría, desde entonces, en una de las actividades económicas más importantes, en todas aquellas zonas rurales donde crece la planta de candelilla.

Existen otras plantas capaces de generar “cera de Candelilla”, tales como la *PedilanthusPavonisBoissier* y la *Pedilanthus AphyllusBoissier*. Sin embargo, estas plantas presentan un menor rendimiento de cera, así como menores puntos de fusión y un menor valor de saponificación en comparación con la cera producida en las plantas del género *Euphorbia*.

1.3.1. Extracción de cera de candelilla

La explotación comercial de la planta de candelilla, para la producción de cera, se remonta a los primeros años del siglo XX, llegando a convertirse en una de las principales actividades económicas en el sector Mexicano del Desierto de Chihuahua. Alrededor de este recurso, gira la actividad de más de 3,500 pequeños productores de cera, conocidos local y nacionalmente con el nombre de “candelilleros”. Para algunos de estos ejidatarios, sus ingresos se complementan con el producto de la recolección de otras especies nativas del desierto, la agricultura, la ganadería e incluso la minería.

1.3.1.1 Recolección de la planta de candelilla

Normalmente, la planta de candelilla se arranca manualmente, con todo y raíz, pudiendo también utilizarse un madero afilado como herramienta que facilite la extracción de la planta (se muestra en la Figura 1.7). Posteriormente, se preparan pacas de 20-30 kg de planta de candelilla libre de impurezas (tierra, piedras, hierba seca, etc.), las cuales son transportadas utilizando los animales de carga (normalmente, cada burro puede transportar entre 60 y 90 kg de carga), o bien, camiones de redilas. La hierba recolectada se concentra en centros de acopio, donde se lleva a cabo el proceso de extracción de la cera.



Figura 1.7 Recolección manual de la planta de candelilla

1.3.1.2. Proceso de extracción

de cera de candelilla

Para la extracción de la cera, la planta de candelilla se coloca en calderos de hierro llamados “pailas” por los candelilleros con agua acidificada con ácido sulfúrico.

La carga de candelilla inmersa en la solución agua-ácido se calienta mediante fuego directo hasta el punto de ebullición de la solución (Figura 1.8 a), ocurriendo así la fusión de la cera en el baño y su separación de la planta. El ácido sulfúrico evita la formación de una emulsión entre la cera de candelilla y el agua, la cual podría generarse dadas las condiciones de turbulencia creadas por el proceso de ebullición. Mediante esta técnica, la cera de candelilla fundida flota en la superficie del agua en forma de espuma (Figura 1.8 b).



a



b

Figura 1.8 a). Ebullición de la carga de candelilla mediante ácido sulfúrico b) se muestra como la cera de la candelilla flota en la superficie del agua

La cera espumosa caliente se retira de la paila mediante utensilios con orificios o espumaderas, para ser recogida en tanques de acero, cubetas, agujeros cónicos en el piso o en moldes de barro, que se colocan al nivel del piso. En cualquiera de estos recipientes, la espuma caliente (cera) se separa por decantación de un licor pardo que precipita hacia el fondo del recipiente y que es posteriormente reciclado a la paila de extracción.

Para refinar la cera es necesario quebrarla nuevamente en trozos, fundirla y filtrarla a través de tierras de Fuller, carbón activado, o de algunos otros medios filtrantes. La refinación puede incluir un paso de blanqueo, efectuado con peróxido de hidrógeno, o algunas otras etapas de refinación para aplicaciones especiales.

1.3.2.Deshechos de bagazo de fibra de candelilla

El bagazo de fibra de candelilla es el residuo de la planta de candelilla después de la extracción de la cera. La industria obtiene alrededor de 7 kg a 9 kg de cerote por cada 300 kg de planta de candelilla lo que significa que genera alrededor de 290 kg de bagazo de candelilla por cada 300 kg de la planta(Canales Gutiérrez, y otros, 2006). Los candelilleros utilizan parte de este residuo para quemarlo e usarlo como medio de combustible para el proceso de la extracción de cera. El bagazo de fibra de candelilla es un compuesto lignocelulósico (Figura 1.9) que contiene celulosa, hemicelulosa, lignina, cera, cenizas.



Figura 1.9 Bagazo de fibra de candelilla

1.4. 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.

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 puede distinguirse entre termoplásticos amorfos y semi-cristalinos.

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.

Por otra parte en los termoplásticos 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.

1.4.1. Generalidades del polipropileno

El polipropileno (PP) es un polímerotermoplástico, 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 (Morales Cepeda, y otros, 2011). Tiene gran resistencia contra diversos solventes químicos, así como contra álcalis y ácidos. Las moléculas de PP (Figura 1.10) 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.

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 polipropileno isotáctico 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 sindiotáctico y atáctico, ya que hace que presente mejores propiedades mecánicas.

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.

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.

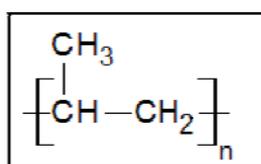


Figura 1.10 Fórmula del polipropileno

1.4.2. Generalidades del PVC

El poli (cloruro de vinilo) es uno de los termoplásticos de mayor volumen en el mundo. Es químicamente inerte y versátil, se encuentra desde productos flexibles a los rígidos que

están disponibles a costos económicos. Estructuralmente el PVC es similar al polietileno, con la excepción de que cada dos átomos de carbono un hidrógeno está sustituido por un átomo de cloro, su estructura se puede observar en la Figura 1.11.

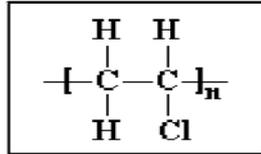


Figura 1.11 Estructura del PVC

En la industria existen dos tipos:

- Rígido: para envases, ventanas, tuberías, las cuales han reemplazado en gran medida al hierro (que se oxida más fácilmente).
- Flexible: para cables, juguetes, calzados, pavimentos, recubrimientos, techos tensados.

El PVC grado comercial es producido primordialmente por la polimerización del cloruro de vinilo vía radical libre, ya sea por emulsión o por suspensión. El 80% del PVC producido es mediante polimerización en suspensión, en esta técnica las gotitas de cloruro de vinilo son suspendidas en agua, por medio de coloides protectores como el polivinil alcohol, gelatina o metil celulosa en recipientes a presión equipados con agitadores y removedores de calor. La polimerización se conduce a temperaturas de 40 a 70°C, comúnmente a 60°C.

El PVC flexible se obtiene mediante la incorporación de plastificantes. El PVC rígido representa alrededor del 55% del PVC utilizado, mientras que el PVC plastificado flexible constituye el resto. El principal uso del PVC es para sistemas de tuberías.

1.5. Generalidades del compatibilizante

La celulosa es uno de los recursos naturales renovables más abundantes tiene un gran potencial para la preparación de nuevos materiales con polímeros termoplásticos, exhibiendo un numero de ventajas muy bien conocidas, tales como bajo costo, biodegradabilidad, alta rigidez, y buenas propiedades mecánicas. Sin embargo la naturaleza hidrofílica de la celulosa causa una pobre procesabilidad y una incompatibilidad inherente con la mayoría de los polímeros hidrófobos tales como el polipropileno PP. Métodos físicos y químicos han sido desarrollados para mejorar las interacciones interfaciales entre la celulosa y la matriz de polipropileno(Maldas, y otros, 1991).Entre estos métodos el agente compatibilizante de polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP) oPolybond ha recibido mucha atención debido a que efectivamente mejora las propiedades mecánicas de los materiales celulósicos. La mejora causada por el uso de MAPP sepiensa que es debido a la esterificación entre los grupos anhídridos de MAPP y los grupos hidróxidos de la celulosa.(Feliz, y otros, 1991). En la Figura 1.12 se observa la estructura del MAPP donde se muestra los grupos funcionales del anhídrido maleico.

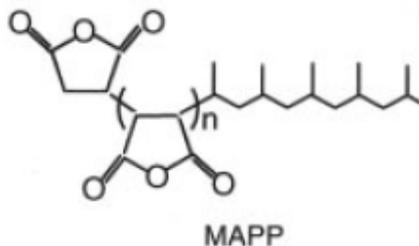


Figura 1.12. Estructura química del MAPP (Qiu, y otros, 2004)

1.6. Procesado de compósitos

La tecnología de la transformación o procesado de polímeros tiene como finalidad obtener objetos y piezas de formas predeterminadas y estables, cuyo comportamiento sea adecuado a las aplicaciones a las que están destinados.

Una de las características más destacadas de los materiales plásticos es la gran facilidad y economía con la que pueden ser procesados a partir de materias primas

convenientemente preparadas, a las que se les han añadido los pigmentos, cargas y aditivos necesarios para cada aplicación. En algunos casos pueden producirse artículos semiacabados como planchas y barras y posteriormente obtener la forma deseada usando métodos convencionales tales como mecanizado mediante máquinas herramientas y soldadura.

Sin embargo, en la mayoría de los casos el producto final, que puede ser bastante complejo en su forma, se obtiene en una sola operación, con muy poco desperdicio de material, como por ejemplo la fabricación de tubería por extrusión (proceso continuo) o la fabricación de teléfonos por moldeo por inyección (ciclo repetitivo de etapas).

Los polímeros termoplásticos suelen trabajarse previamente fundidos o reblandecidos por efecto simultáneo de la aplicación de calor, presión y esfuerzos de cizalla.

Las técnicas más utilizadas son la de extrusión y la de moldeo por inyección.

1.6.1. Extrusión

El proceso de extrusión es uno de los métodos más comunes e importantes para el procesado de los plásticos. Sobre un 60 % de los plásticos se procesan por dicho método. El proceso de extrusión se utiliza para mezclar y formular compuestos de plástico y producir materia prima, como, por ejemplo, gránulos de concentrado o de compuesto.

La operación o procedimiento de extrusión es la acción de forzar, por medio de presión, a pasar de forma continua a través de un dado o boquilla un plástico o material fundido. A su salida el material ya conformado es recogido por un sistema de arrastre, con velocidad regulable, que le proporciona las dimensiones finales mientras se enfría y adquiere la consistencia necesaria.

El procedimiento se ha utilizado durante muchos años para metales, como el aluminio, que fluyen plásticamente cuando se someten a una presión de deformación. En el procedimiento original para someter los polímeros a extrusión, se utilizaron máquinas similares impulsadas por un ariete o empujador mecánico. En el proceso moderno se usan tornillos para hacer fluir el polímero en el estado fundido o gomoso a lo largo de la camisa de la máquina.

La extrusión es un proceso para la producción de forma continua de productos de sección transversal constante. Productos típicos son: Tubos (1 - 1500 mm. de diámetro), film o película, láminas, planchas, fibras, cintas, barras, varillas, revestimiento de alambres, perfiles, etc.

Los componentes esenciales de una línea de extrusión (Figura 1.12) son:

- Extrusor
- Dado o boquilla
- Aparatos secundarios de conformado (Conjunto de equipos que maneja el material extruido para asegurar que enfría adecuadamente y con la forma deseada y con la orientación molecular requerida).

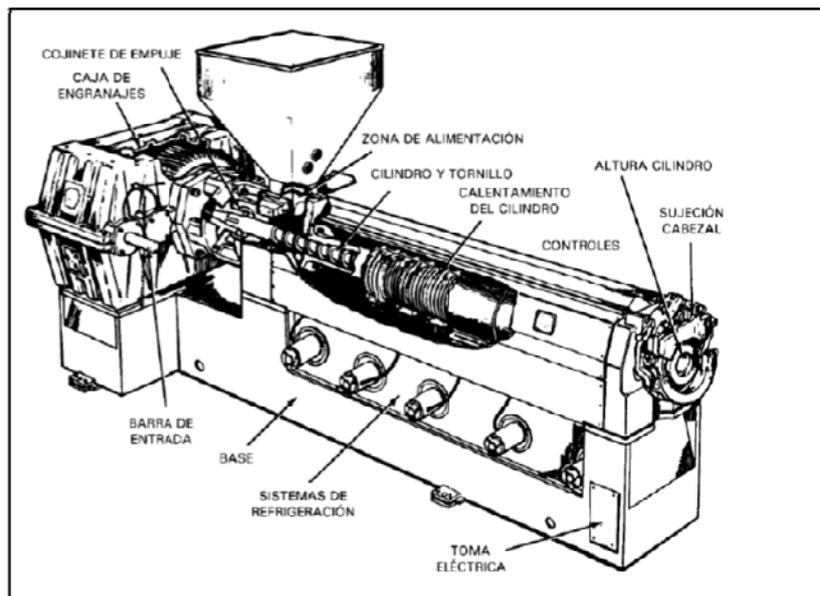


Figura 1. 13 Principales características de un extrusor de tornillo simple

1.6.2. Moldeo por inyección

Una de las técnicas de procesamiento de plásticos que más se utiliza es el moldeo por inyección, siendo uno de los procesos más comunes para la obtención de productos plásticos. Hoy en día cada casa, cada vehículo, cada oficina, cada fábrica, etc. contiene una gran

cantidad de diferentes artículos que han sido fabricados por moldeo por inyección. Entre ellos se pueden citar: teléfonos, vasijas, etc. y formas muy complejas.

El moldeo por inyección requiere temperaturas y presiones más elevadas que cualquier otra técnica de transformación, pero proporciona piezas y objetos de bastante precisión (siempre y cuando la resina utilizada no tenga una retracción excesiva), con superficies limpias y lisas, además de proporcionar un magnífico aprovechamiento del material, con un ritmo de producción elevado. Sin embargo, a veces, las piezas deben ser refinadas o acabadas posteriormente, para eliminar rebabas.

El fundamento del moldeo por inyección es inyectar un polímero fundido en un molde cerrado y frío, donde solidifica para dar el producto. La pieza moldeada se recupera al abrir el molde para sacarla. Una máquina de moldeo por inyección tiene dos secciones principales (ver Figura 1.13)

- La unidad o grupo de inyección
- La unidad de cierre, o prensa, que aloja al molde

El ciclo de producción consta de ocho fases:

1. Cierre del molde
2. Avance del grupo de inyección
3. Inyección del material en el molde, cerrado y frío
4. Mantenimiento de la presión
5. Refrigeración y solidificación del objeto (comienza al terminar la inyección y dura hasta que empieza la apertura del molde)
6. Retroceso del grupo de inyección
7. Plastificación del material para el ciclo siguiente
8. Apertura del molde y expulsión de la pieza.

En la actualidad casi todas las máquinas de inyección disponen de un pistón de dosificación-plastificación en forma de husillo que, al girar cierto número de vueltas, realiza la carga del material, siendo obligado por éste a retroceder hasta una posición tope, previamente regulada, quedando el cilindro completamente lleno de material. La plastificación mediante

husillo proporciona una fusión regular y homogénea, con poco riesgo de degradación térmica, y posibilita un llenado del molde a presiones más bajas, combinando el movimiento giratorio con su desplazamiento longitudinal. El extremo libre del husillo dispone de un anillo que actúa como válvula de retención, impidiendo el retroceso del material a su través durante la inyección. El trabajo que realiza el husillo es el siguiente: Cuando termina la inyección anterior se queda en la posición más adelantada. Al empezar a girar, toma el material frío de la tolva y lo transporta hacia la parte delantera, al tiempo que lo calienta. Una vez que llega a la parte anterior, estando la válvula de descarga cerrada, el husillo ejerce grandes esfuerzos de cortadura sobre el material, como ocurre en las extrusoras, a la vez que retrocede y, cuando tiene acumulada suficiente cantidad para llenar el molde, deja de girar, quedando en espera. Al acoplarse la boquilla al bebedero, se abre la válvula de descarga y el husillo actúa ahora como émbolo, comprimiéndole y haciéndole fluir a través de la tobera, hasta llenar el molde, transmitiendo al interior de éste toda la presión.

Las principales ventajas del moldeo por inyección son:

- El grado de automatización alcanzado con estas máquinas
- La posibilidad para fabricar productos plásticos con tolerancias muy pequeñas
- Versatilidad para el moldeo de una amplia gama de productos, tanto en formas como en materiales plásticos distintos.

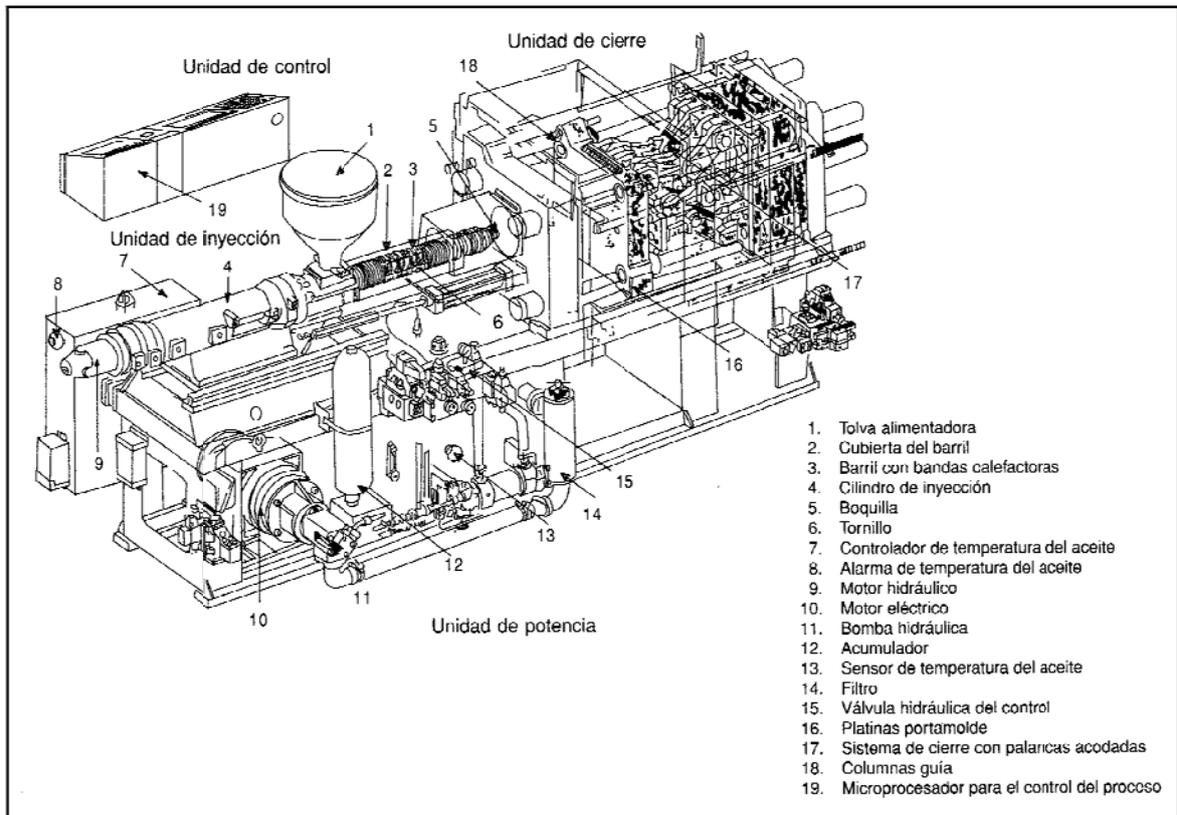


Figura 1.14 Partes fundamentales de una maquina inyectora

1.7 Antecedentes

A continuación se presentan algunos antecedentes referentes a los compósitos que fueron hechos con fibras naturales como relleno reforzante con matrices poliméricas de PP y PVC así como el efecto del compatibilizante.

KristinaOksman, Craig Clemons(Oksman, y otros, 1998).-Estudiaron las propiedades mecánicas y morfológicas de los compósitos de polipropileno y polvo de madera (PP/WF) con diferentes modificadores de impacto y polipropileno maleado (MAPP) como compatibilizante fueron estudiados. Dos diferentes terpolímeros etileno/propileno/dieno (EPDM) y un estireno – etileno/butileno – copolímero de tribloque de estireno maleado (SEBS-MA) han sido usados como modificadores en resistencia al impacto en los sistemas de PP/WF. Los tres elastómeros incrementaron la resistencia al impacto de los compósitos PP/WF pero la adición del EPDM maleado y SEBS dieron las mayores mejoras en resistencia

al impacto. La adición del MAPP no afectó en las propiedades de impacto de los compósitos pero tuvo un efecto positivo sobre el compósito de resistencia al impacto sin muesca cuando se usaron juntos con los elastómeros. Las pruebas de tensión muestran que el MAPP tuvo un efecto negativo a la elongación a la ruptura y un efecto positivo sobre la resistencia a la tensión. Los modificadores de impacto fueron encontrados para disminuir la rigidez de los compósitos. Los elastómeros maleados son, por lo tanto, esperados para formar una interface flexible alrededor de las partículas de madera dando a los compósitos mejor resistencia al impacto.

MehdiTajvidi, Robert H. Falk(Tajvidi, y otros, 2006).-Estudiaron el efecto de las fibras naturales sobre las propiedades térmicas y mecánicas de compósitos de polipropileno con fibras naturales usando el análisis dinámico mecánico. Los compósitos de polipropileno y varias fibras naturales incluyendo fibras de kenaf, harina de madera, cáscaras de arroz y fibra de papel periódico fueron preparados al 25 % y 50% por peso contenido de fibras. 1 y 2% de anhídrido maleico injertado con polipropileno fue usado como compatibilizante para compósitos conteniendo 25% y 50 % de fibras respectivamente. El módulo de almacenamiento (E'), módulo de pérdida (E'') y factor mecánico de pérdida ($\tan. \delta$) fueron colectados durante la prueba y fueron graficados en contra de temperatura. Un incremento en los módulos de almacenamiento y pérdida y una disminución en el factor mecánico de pérdida fueron observados para todos los compósitos indicando un comportamiento más elástico de los compósitos comparado con el PP puro.

RamarajB.(Ramaraj, 2007).- Estudio las propiedades mecánicas y térmicas de compósitos de polipropileno con bagazo de caña de azúcar para determinar la posibilidad de usar residuo de bagazo de caña de azúcar (SCB) como relleno reforzante en las matrices poliméricas termoplásticas. Los compósitos de PP con SCB fueron preparados por extrusión de resina PP con 5, 10,15 y 20 por ciento en peso de relleno de SCB en un extrusor de doble husillo. Los hilos extruidos fueron cortados en pellets y moldeados por inyección para hacer las muestras para las pruebas. Estas muestras fueron para las pruebas de propiedades físico-mecánicas tales como tensión, flexión, izod y resistencia al impacto charpy, densidad, absorción al agua y características térmicas como temperatura deflexión bajo carga (HDT) índice de fluidez y análisis termo gravimétricos. Fue encontrado que resistencia a la flexión

se incrementa de 23.66 a 26.84 Mpa, resistencia al impacto izod incrementa de 10.499 a 13.23 Kg_fcm/cm, resistencia al impacto Charpy incrementa de 10.096 a 13.98 23 Kg_fcm/cm y HDT incrementa de 45.5 a 66.5 °C con el incremento con la carga del relleno de 5 a 20% en la matriz del PP. Por lo tanto, la resistencia a la tensión y elongación disminuye de 32.22 a 27.21 Mpa y 164.4 a 11.20 % respectivamente.

Djidjelli, Hocine, Boukerrou A.(Djidjelli, y otros, 2006).-Estudiaron la preparación y caracterización de compósitos de policloruro de vinilo con fibra de sisal virgen y tratada con un comercial anhídrido maleico (MA). Los cambios de las propiedades mecánicas, la estabilidad térmica, la capacidad de absorción de compósitos PVC/ sisal fueron evaluadas con respecto al efecto del tratamiento químico del anhídrido maleico de la fibra de sisal, por cinco diferentes contenidos de fibra de sisal, variando de 0 a 30 % en peso en el compósito. Los compósitos preparados sin el tratamiento del sisal, mostraron altos módulos de tensión y dureza que la resina sin carga, mientras que la elongación y la resistencia a la tensión fueron reducidas. El deterioro en las propiedades mecánicas del mezclado del PVC con la fibra de sisal es atribuido a la presencia de la humedad, defectos interfacial de la fibra y la interface del polímero, y la dispersión de la fibra en la matriz del PVC. La solución implementada ha sido la modificación química de las fibras sisal por tratamiento MA. Este tratamiento permitió una mejora en la compatibilidad de las mezclas de los compósitos PVC/sisal, los cuales se traducen en mejoras en varias propiedades funcionales:

- Disminuye la cantidad de agua absorbida
- Mejores propiedades de tensión
- Mejores propiedades de impacto
- Mejor dureza

Rocha Nuno, Coelho F. J.(Rocha, y otros, 2009).- Estudiaron nuevas estrategias de unión para los compósitos de policloruro de vinilo y polvo de madera. Diferentes estrategias para la mejora de la asociación entre la parte hidrofílica de las superficie de polvo de madera y la superficie hidrofóbica del PVC fueron probadas. Tres nuevos agentes de unión, basado en polimerización de radicales libres (LRP) implicando al PVC fueron sintetizados y probados en formulaciones con el PVC y polvo de madera. El comportamiento del mezclado fundido fue analizado en términos del par ejercido del torque por las cuchillas mezcladoras y

relacionados con las propiedades estructurales de la mezcla. Estos productos se molieron y fueron hechas hojas por la prensa de moldeo. Los compósitos fueron caracterizados por análisis dinámico mecánico. Fue encontrado que el uso de un nuevo copolímero en bloque policloruro de vinilo – poli (hidroxipropil acrilato) – policloruro de vinilo, preparados por LRP, incrementaron los módulos de elasticidad, bajo condiciones controladas, implicando el uso de cantidades específicas de copolímero.

Chattopadhyay S., Khandal R.K.(Chattopadhyay, y otros, 2010).-Estudiaron compósitos que fueron preparados con fibras de plátano modificadas químicamente en polipropileno (PP). Los efectos de la fibra de 40 mm de carga y la modificación de la resina sobre las propiedades físicas, mecánicas, térmicas y morfológicas de los compósitos fueron evaluadas con el microscopio electrónico de barrido (SEM), análisis termo gravimétrico (TGA), espectroscopia infrarrojo (IR). El compatibilizante anhídrido maleico injertado en el polipropileno (MA-g-PP) fue usado para mejorar la adhesión de la fibra – matriz. Los estudios de SEM se llevaron a cabo en las muestras fracturadas indicando pobre dispersión en los compósitos con la fibra sin modificar y adhesión mejorada y dispersión uniforme en los compósitos tratados. Una fibra con carga de 15 % vol. en los compósitos tratados fue el óptimo, con las propiedades mecánicas máximas y evidente estabilidad térmica. El compósito con concentración de 5% de MA-g-PP con 15 % vol. de fibra mostró un incremento del 80% en resistencia al impacto, un 48% a la resistencia a la flexión, un 125% incremento de los módulos de flexión, un 33% incremento a la resistencia a la tensión y un 82% incremento a los módulos de tensión, mientras que la temperatura de deflexión bajo carga incremento a 18°C.

MazatuszihaAhmad, Rahmat(Ahmad, y otros, 2010).- Estudiaron el efecto de la cáscara de arroz y el modificador de impacto acrílico en las propiedades mecánicas de compósitos de policloruro de vinilo sin plastificar (PVC-U). Los compósitos fueron preparados usando un molino de dos rodillos a una temperatura de 165°C antes de ser prensado en caliente a 185 °C. La incorporación de relleno de la cáscara de arroz (RH) de 10 a 40 partes por ciento en resina (phr) incrementaron los módulos de flexión y tensión del compósito PVC-U sin modificar y modificado (8 phr de modificador impacto). La resistencia a la flexión de ambos compósitos de PVC-U sin modificar y modificado fue observado un incremento hasta la carga de 20 phr. Sin embargo, la resistencia a la tensión e impacto de

compósitos PVC-U disminuyeron con la carga de RH. El microscopio de electrónico de barrido (SEM) mostró que el relleno de cáscara de arroz aglomerado y distribuido desigualmente a través de la matriz. Los resultados mostraron que la resistencia al impacto de los compósitos PVC-U reforzados (20 phr de relleno) incrementaron pero las propiedades de flexión – tensión disminuyeron con el contenido del modificador de impacto. La formulación que contiene 8 phr de modificador de impacto acrílico y 20 phr de carga de RH mostraron el mejor balance de propiedades de rigidez y dureza.

Haque M., Islam S.(Haque, y otros, 2012).- Estudiaron compósitos de polipropileno con fibra de coco químicamente tratada. Fueron fabricados por el método de moldeo por inyección. El crudo de fibra de coco fue tratado con una reacción de dos pasos simples. Las propiedades mecánicas de compósitos de fibra de coco tratadas como reforzante del polipropileno fueron encontradas ser mucho mejor comparado con los correspondientes valores de compósitos sin tratamiento. La absorción de agua de los compósitos se incrementó con el incremento de la fibra de coco. Por lo tanto, los compósitos de fibra de coco – PP tratados mostraron más bajo capacidad de consumo de agua comparadas con los compósitos con fibra de coco sin tratamiento, indicando que tras el tratamiento químico el número de grupos hidrófilos en la celulosa de la fibra de coco ha disminuido reduciendo la naturaleza hidrofílica de la fibra. Por lo tanto, debido a la favorable interacción entre la fibra de coco tratada y la matriz de PP, aglomerado y micro – huecos en los compósitos han minimizado en gran medida mostrando mejor dispersión de la fibra en la matriz.

Khalina A. y Zainuddin E.S.(Khalina, y otros, 2011).- Estudiaron el índice de fluidez y el comportamiento de la viscosidad de los compósitos de polipropileno con fibra de kenaf usando un extrusor monohusillo. Evaluaron la curva de fluidez y la curva de viscosidad de PP y de los compósitos a una temperatura de 190°C y variando el tamaño de fibra. Obtuvieron un incremento lineal del esfuerzo de corte con un incremento en la frecuencia y los valores de viscosidad de los compósitos son más altos que el PP especialmente a grandes tamaños de fibra. Concluyeron que el incremento en la viscosidad con el incremento de tamaño de fibra podría atribuirse a la alta área específica de la fibra en la matriz así como el incremento de esfuerzo de corte en el compósito. Tanto la carga del polímero con la fibra tiende a perturbar o

desorganizar el movimiento libre normal del polímero y obstaculizando la movilidad de los segmentos de cadena en el flujo.

Shah y Matuana(Shah, y otros, 2005) estudiaron que una efectiva adhesión interfacial entre fibras de madera y plásticos es crucial para ambos en el procesado y el rendimiento de los materiales compuestos de madera y plástico. Los agentes de acoplamiento se añaden a los compósitos de madera-plástico para promover la adhesión entre la superficie hidrofílica de la madera y la superficie hidrofóbica de la matriz polimérica, pero hasta la fecha no ha sido reportado un agente acoplamiento para compósitos de PVC / fibra de madera que mejore significativamente su rendimiento y también sea rentable. Ellos reportaron los resultados de un estudio usando quitina y quitosano, dos polímeros naturales como nuevos agentes de acoplamiento para compósitos de PVC / fibra de madera. La adición de los agentes de acoplamiento quitina y quitosano en los compósitos de PVC / fibra de madera incrementan su resistencia a la elongación alrededor de un 20%, sus módulos de flexión de 33%-74% comparado con los compósitos de PVC / fibra de madera sin agente de acoplamiento. El significativo mejoramiento del desempeño de los compósitos fue alcanzado usando 0.5% en peso de quitosano y 6.67% en peso de quitina.

2. Metodología experimental

En la metodología experimental se llevó a cabo un análisis gravimétrico de la fibra de candelilla para determinar sus concentraciones de celulosa, hemicelulosa, lignina y cera. Los compósitos se formularon mediante dos diferentes técnicas de procesado que fueron por extrusión y moldeo por inyección para observar en cuál de las dos técnicas de procesado el polímero se homogeniza mejor. Se caracterizaron los compósitos mediante las técnicas de Análisis Dinámico Mecánico (DMA), reología, y pruebas de tensión e impacto. Además de aplicar espectroscopia Infrarrojo (IR) a la fibra de candelilla para observar los grupos funcionales y por último un análisis de distribución de tamaño de partícula del bagazo de la fibra de candelilla.

2.1 Materiales

Los materiales para la formulación de los compósitos 5, 10 y 15 partes por cien partes de resina (pcr) en peso de reforzante de candelilla se muestran en la tabla 2.1.

Tabla 2. 1 Materiales para el plastificado de los compósitos

Material	Origen	Grado	Descripción
Polipropileno	Lyondellbasell	Homopolímero pro fax 6523	MFR (230°C/2.16kg) = 4gr/10min, densidad = 0.9 gr/cm ³
Polybond (PP modificado con anhídrido maleico)	Chemtura	Polybond 3002	MFR (230°C/2.16kg) = 7gr/10min, densidad = 0.91 gr/cm ³
Bagazo de candelilla	Basura de proceso de Multiceras SA de C.V, García Nuevo León	----	Tamaño de partícula 150 µm y 420 µm
PVC rígido	Mexichem Altamira SA de C.V	Provin 426	Peso específico 1.38 gr/cm ³

El material de laboratorio y reactivos químicos se muestran en la tabla 2.2 para el análisis gravimétrico de la planta de candelilla.

Tabla 2. 2 Material y reactivos químicos para el análisis gravimétrico de la candelilla

Reactivos químicos	Material
Ácido acético (CH_3COOH) al 80%	Equipo soxhlet
Ácido nítrico concentrado (HNO_3)	Estufa
Etanol concentrado ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)	Mufla
Ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1.25 % y 72%	Desecador
Agua destilada (H_2O)	Tamiz de No. 40 y 100
	Bomba de vacío

2.2. Trituración y lavado de bagazo de fibra de candelilla

Los tallos de bagazo de candelilla se cortaron en pequeños pedazos de 2 a 4 cm de largo de manera manual para poder colocarlos en una licuadora casera en la cual se molieron (ver Figura 2.1 a). Después se hizo un tamizado con el producto molido de la candelilla para separar el bagazo de fibra de candelilla en dos tamaños de partícula de 150 y 420 μm (Figura 2.1 b) y por último se lavó y seco el bagazo de candelilla mediante presión de vacío del sistema de la Figura 2.1 c.



a



b



Figura 2.1 a) Trituración de candelilla, b) Tamizado de la fibra, c) Lavado de la fibra

2.3. Análisis gravimétrico de la fibra de candelilla

Se realizó un análisis gravimétrico (Dominguez Dominguez, y otros, 2011) a la fibra de candelilla de la planta verde y el bagazo de candelilla para observar los cambios de concentración de celulosa, hemicelulosa, lignina y cera de la planta de candelilla antes y después de la extracción de la cera.

2.3.1. Determinación porcentual de celulosa de la fibra de candelilla

Se colocó una muestra de 1 gr de candelilla en polvo, lavada y seca junto 227 ml de ácido acético al 80 % vol. y 22.8 ml de ácido nítrico concentrado en reflujo dentro de un equipo soxhlet por 120 min. La muestra tratada se filtró y el residuo se lavó con etanol al 72% para eliminar los residuos de los ácidos, se secó en un horno a 30°C durante 48 horas. Posteriormente se colocó la muestra en el desecador a temperatura ambiente alrededor de cuatro horas y se pesó (material A). Posteriormente se incineró sujeto a 550° C en una mufla, dejando que se enfriara a temperatura ambiente en un desecador y después se pesó (material B). La determinación porcentual de celulosa se determinó mediante la ecuación 2.1.

$$\% \text{ Celulosa} = \frac{(\text{material A}) - (\text{material B})}{\text{Peso de la muestra tomada}} \times 100$$

Ecn. 2.
1

2.3.2. Determinación porcentual de lignina de la fibra de candelilla

Se colocó una muestra de 1 gr de candelilla en polvo, lavada y seca junto a 250 ml de ácido sulfúrico al 1.25% vol. La mezcla fue llevada a reflujo en un equipo soxhlet con agitación constante realizando 4 lavados, se filtró y lavó con agua destilada. A este material se le añadieron 30 ml de ácido sulfúrico al 72 % vol. y permaneció por 4 horas con agitación constante. Posteriormente los sólidos se filtraron, lavaron, secaron a 30°C por 24 horas, se colocó la muestra en un desecador por 4 horas y pesó (material C).Entonces se incineró a 550° C dejando que se enfriara a temperatura ambiente en un desecador y después se pesó (material D). La determinación porcentual de lignina se determinó mediante la ecuación 2.2.

$$\% \text{ Lignina} = \frac{(\text{material C}) - (\text{material D})}{\text{Peso de la muestra tomada}} \times 100$$

Ecn. 2. 2

2.3.3.Extracción y cuantificación de cera de la planta candelilla.

El procedimiento utilizado para la extracción de la cera en el laboratorio fue tomado de las prácticas rudimentarias que aún existen en los poblados donde es originaria la planta. Para la extracción de cera sin refinar se realizaron tres pruebas y se emplearon 120, 130 y 200 gramos de tallos de candelilla como muestra. Para la cantidad de ácido y agua empleados, se tomó como referencia a la muestra de 130 gramos de candelilla.

Primeramente en la campana se dejó hervir 2 litros de agua en un recipiente de aluminio, una vez comenzando el burbujeo se introdujeron los tallos de la planta, cuando comenzó nuevamente el burbujeo se le añadieron 150 ml de ácido sulfúrico al 80 %. Se extrajo la espuma resultante (cera) y fue colocado en un recipiente pesado con anterioridad. La cera extraída se lavó y filtro con agua destilada para después colocarla en la estufa a una temperatura de 100 °C por 15 minutos para quitar el agua excedente. La muestra fue colocada en el desecador por 7 días para que no hubiera fluctuaciones con la medida de su masa final. La determinación porcentual de la cera se determinó mediante la ecuación 2.3.



Ecn. 2. 3

Para determinar el porcentaje porcentual de la hemicelulosa es la diferencia del total (100 %) menos los porcentajes obtenidos por la celulosa, lignina y cera.

2.4. Procesado de compósitos con bagazo de fibra de candelilla como relleno reforzante y PVC, PP como matrices poliméricas por el método de extrusión

En la extrusión el material plastificado fluye por una boquilla que lo conforma y el enfriamiento se efectúa a la salida de la misma, en contacto con el aire, agua o una superficie fría. El método es continuo y proporciona perfiles macizos o huecos de sección transversal constante, que se cortan en largos estandarizados.

La función de la máquina de extrusión es fundir y mezclar la alimentación (pellets) y bombearla o empujarla hacia fuera a través de una boquilla o dado a velocidad uniforme. El producto debe ser enfriado tan rápidamente como sea posible, por lo general en un baño de agua.

Los compósitos fueron hechos con el extrusor (monohusillo Beutelspacher de 220 V y un diámetro de tornillo de 19 mm (ver Figura 2.2).



Figura 2.2 Extrusor de simple tornillo

2.4.1. Procesado de compósitos

En la tabla 2.3 se presenta la preparación de la carga de los compósitos por el método de extrusión a 5, 10 y 15 partes por cien partes de resina (pcr) como relleno reforzante de fibra de candelilla de tamaño de 150 y 420 μ m, además del compatibilizante de Polybond 3002 a 5 pcr y la matriz polimérica de PP. De la misma concentración de relleno reforzante de fibra de candelilla fueron hecho los compósitos con la matriz polimérica de PVC (Tabla 2.4).

Tabla 2. 3 Preparación de los compósitos de relleno de refuerzo de FC con PP como matriz polimérica

Compósito	Fibra(pcr)	Compatibilizante	Pb (pcr)
PP	0	--	0
PP+Pb_5%-150 μ m	5	Polybond	5
PP+Pb_10%-150 μ m	10	Polybond	5
PP+Pb_15%-150 μ m	15	Polybond	5
PP+Pb_5%-420 μ m	5	Polybond	5
PP+Pb_10%-420 μ m	10	Polybond	5
PP+Pb_15%-420 μ m	15	Polybond	5

Tabla 2. 4 Preparación de los compósitos de relleno de refuerzo de FC con PVC como matriz polimérica

Compósito	Fibra(partes por cien)
PVC	0
PVC_5%-150 μ m	5
PVC_10%-150 μ m	10
PVC_15%-150 μ m	15
PVC_5%-420 μ m	5
PVC_10%-420 μ m	10
PVC_15%-420 μ m	15

Las condiciones de operación del extrusor se muestran en la tabla 2.5 para el procesado de los dos compósitos en el cual se muestra el gradiente de temperatura en la zona de calentamiento respectivamente. La velocidad de giro del tornillo del extrusor fue de 50 rpm.

Tabla 2. 5 Condiciones de operación para el procesado de compósitos

Compósito	RPM.	T1 (°C)	T2 (°C)	T3 (°C)	T4 (°C)
PVC rígido - Candelilla	50	195	190	180	175
PP-Candelilla	50	210	200	190	185

2.5. Procesado de compósitos con bagazo de fibra de candelilla como relleno reforzante y PVC, PP como matrices poliméricas por el método de inyección

Los compósitos fueron hechos en la Brabender “plasti – corder digi – system” con el fin de conocer el efecto del compatibilizante Polybond en la interacción FC/PP. Para las pruebas de tensión e impacto izod, los compósitos fueron hechos por el método de moldeo por inyección en el mismo laboratorio.

2.5.1. Procesado de compósitos por Brabender

Se elaboraron los compósitos en la CW Brabender (figura 2.3) a 100 rpm por un tiempo de 8 minutos para la homogenización y una temperatura de 180 °C para compósitos de FC/PP y una temperatura de 200 °C para compósitos de FC/PVC. Se pesaron los materiales por separado y se mezcló en la Brabender del siguiente orden: primero el polímero y después la fibra de candelilla. Se realizaron los compósitos de 5, 10, 15 pcr con dos diferentes tamaños de partícula de bagazo de candelilla y en el caso de compósitos de FC/PP se fabricaron con y sin compatibilizante Polybond a 5 pcr.



Figura 2. 3 Brabender CW de marca Plastic – Corder Digi –System

2.5.2. Procesado de compuesto moldeo por inyección

Se realizó un masterbatch en la máquina Brabender a una concentración de 50 pcr para los compósitos de relleno reforzante de bagazo de fibra de candelilla con PP como matriz polimérica y 5 pcr de Polybond como compatibilizante. El producto del concentrado de la técnica de masterbatch fue cortado en pellets. Posteriormente se hizo las disoluciones en la máquina de inyección agregando PP al concentrado para obtener compósitos con 5, 10, y 15 pcr. En el caso de compósitos de FC/PVC no se realizaron con la técnica de moldeo por inyección por razones de seguridad de trabajar con el PVC en la máquina.

Se utilizó la máquina de moldeo por inyección modelo SE50S (ver Figura 2.4) para fabricar el cual cuenta con un molde para obtener las muestras de tensión e impacto de acuerdo a la norma ASTM D 256 y ASTM D 638.(ASTM International, 2010)

Las condiciones de operación de la máquina de moldeo por inyección son las siguientes. Las temperaturas de las tres zonas de calentamiento fueron 220, 210 y 190 °C, el diámetro del tornillo fue de 32 mm, y la posición del tornillo al inicio fue de 41.50 mm. Las condiciones de relleno fueron a una velocidad de 40 mm/s y una presión de 70 MPa.



Figura 2.4 Máquina de moldeo por inyección

2.6. Caracterización de los compósitos

Las técnicas que se utilizaron para la caracterización de los compósitos del procesado de compósito fueron las siguientes: Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier (FTIR) para observar las bandas características de los grupos funcionales de la celulosa en el bagazo de fibra de candelilla, análisis de distribución de partícula para observar el rango de tamaño de partícula que se encuentra en la FC obtenidas por mallas de 150 y 420 μ m, DMA, DSC, reología fueron para observar las propiedades físicas de los compósitos como la Tg, Tm, la viscosidad, módulos de almacenamiento y pérdida así como el efecto del compatibilizante Pb en los compósitos de FC/PP hechos en la Brabender, prueba de impacto Gardner e Izod y la prueba de tensión fueron para observar las propiedades mecánicas.

2.6.1 Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier (FTIR)

Cuando la radiación infrarroja incide sobre una muestra, es capaz de provocar cambios en los estados vibracionales de las moléculas constituyentes de la misma. La absorción de radiación por parte de una muestra es indicativa del tipo de enlaces y grupos funcionales presentes en la misma.

Para realizar este análisis se utilizó un espectrofotómetro IR por Transformada de Fourier (FTIR) marca Perkin Elmer modelo Spectrum One, ATR serial 10739 (Figura 2.5). El modo utilizado fue por medio de Reflectancia Total Atenuada (ATR).



Figura 2.5 Espectrofotómetro IR por Transformada de Fourier (FTIR) marca Perkin Elmer

2.6.2. Distribución de tamaño de partícula

Para el análisis de tamaño de partícula de la fibra de candelilla se utilizó el analizador de distribución de tamaño de partícula “The *Partica* LA-950 Laser” que se muestra en la Figura 2.6 en donde se estudió la distribución de tamaños de la fibra.



Figura 2.6 Analizador de distribución de tamaño de partícula

2.6.3. Reometría

El reómetro utilizado para la caracterización fue Rheometric Scientific SR-5000 que se aplica a estudios reológicos de varias soluciones poliméricas y fundidos.

Se determinó las propiedades reológicas de los compósitos en el estado fundido, se determinó la viscosidad en función de la frecuencia para observar la influencia del compatibilizante Polybond en los compósitos. La temperatura de estado fundido para los compósitos de FC/PP fue de 180°C y para el compuesto de FC/PVC fue de 230 °C. Se realizaron las probetas de acuerdo a la norma de ASTM D4440 cuyas dimensiones fueron de 30 mm de diámetro y 2 mm de espesor (ver Figura 2.7).



Figura 2.7 Probetas de compósitos de FC/PP para el análisis de reometría

2.6.4 Análisis dinámico mecánico (DMA)

El análisis dinámico mecánico es una técnica que involucra la aplicación de un pequeño ciclo de deformación en una muestra y se mide el esfuerzo resultante, o de manera equivalente, se aplica un ciclo de esfuerzo en una muestra y se mide la deformación resultante. En la mayoría de los instrumentos comerciales de DMA, la deformación es la variable controlada, mientras que se mide el esfuerzo resultante. (Cervantes Amieva, 2010)

El DMA fue llevado a cabo en una mordaza dual cantilever con una frecuencia de 1 Hz a una amplitud de 30 micras y una rampa de 5°C/min desde temperatura de -70 °C hasta 120°C para compósitos de FC/PP. Para compósitos de FC/PVC fueron temperaturas desde 20°C hasta 180°C. El equipo empleado fue de la marca “TA instruments”, a partir de esta técnica se estudió el comportamiento del módulo de almacenamiento, módulo de pérdida y el factor mecánico de módulo de pérdida ($\tan \delta$). Las probetas para el análisis fueron elaboradas en una prensa carver (Figura 2.8) a una temperatura de 180°C para compósitos de FC/PP y una temperatura de 200 °C para compósitos de FC/PVC a una presión de 3 US. Ton como máxima alrededor de un tiempo de 15 minutos. Después se trasladaban a una prensa fría a la presión de 5 US. Ton por 5 minutos para evitar la formación de burbujas. Las probetas fueron hechas de acuerdo a la norma de ASTM D7028 cuyas dimensiones fueron 59.95 mm de largo, 12.05 mm de ancho y 1.95 mm de espesor (ver Figura 2.9).

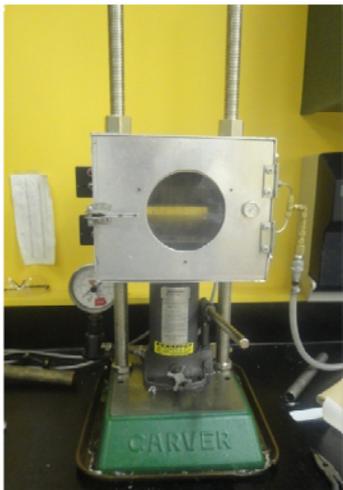


Figura 2.9 Prensa de calentamiento carver para hacer las probetas

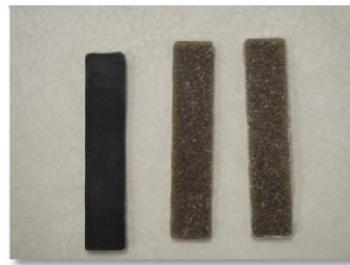


Figura 2.8 Probetas de compuesto de FC/PP hechas por la norma ASTM D7028

2.6.5. Pruebas de resistencia al impacto

Se realizaron dos pruebas de impacto las cuales fueron por el método de Gardner y el método Izod. El primero fue para medir el impacto a las muestras de compósitos hechos en el extrusor monohusillo y el segundo para medir las muestras de compósitos hechos por el método moldeo por inyección.

2.6.5.1. Impacto por el método Gardner

Este método cubre la determinación de la clasificación relativa de los materiales conforme la energía requerida para romper muestras de plásticos rígidos bajo diversas condiciones específicas de impacto de una muestra impactada por una caída de peso. En este método un peso cae a través de un tubo guía e impacta una muestra que descansa en la parte superior de un soporte.

El impactómetro Gardner (ver Figura 2.10) se hicieron probetas de los compósitos de 25 mm de diámetro y de un espesor de 2 mm. Se realizaron 20 probetas para poder hacer la prueba de acuerdo a la norma ASTM D 5420 con un peso de la pesa de 4 lb.



Figura 2.10 Impactómetro Gardner

2.6.5.2. Impacto por método Izod

Este método cubre la determinación de la resistencia de plásticos. El péndulo tipo martillo montado en una máquina estandarizada rompe muestras estándar con el balanceo del

péndulo. Las probetas para este método requieren una muesca fresada, la muesca produce una concentración de tensión que incrementa la probabilidad de un rompimiento.

El impactómetro Izod fue de marca CEAST modelo 6545/000. Los compósitos de FC/PP fueron analizados con una escala de 7.5 J de peso del martillo. Las probetas fueron hechas mediante moldeo por inyección de acuerdo a la norma ASTM D256 con las dimensiones de longitud de 61 mm, ancho de 10 mm y un espesor alrededor de 3.12 mm (ver Figura 2.11) . La muesca fue hecha con una máquina cortadora especial para probetas de impacto. Se realizaron 10 probetas por cada composición y se calibró el impactómetro antes de realizar la prueba. El valor de fricción del aire fue de 0.03 J el cual se restó al valor obtenido en cada prueba.

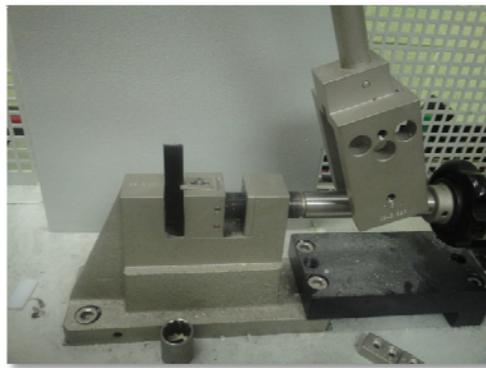


Figura 2.11 Probeta de compuesto FC/PP de acuerdo a la norma ASTM D256

2.6.5. Prueba de tensión-deformación

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. 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 máquina universal INSTRON Testing Machine 3365 (Figura 2.12) las probetas de los compósitos fueron hechas de acuerdo a la norma ASTM D638



Figura 2.12 Máquina Universal INSTRON 3365

3. Resultados y discusión

3.1. Análisis gravimétrico de la planta verde y bagazo de candelilla

El análisis de la determinación de los porcentajes de celulosa, lignina y cera en la candelilla verde y de bagazo de candelilla fue realizada de una manera eficaz, los valores obtenidos en cada prueba no mostraron un rango de desviación crítica.

Los resultados de la determinación de porcentajes de celulosa y lignina para cada una de las muestras hechas se presentan a continuación en las tablas 3.1, 3.2 y 3.3 y en la tabla 3.4 los resultados globales

Tabla 3. 1 Porcentajes de celulosa de las muestras analizadas de la candelilla verde y de composta

Nombre de la muestra	Candelilla verde			Bagazo de candelilla		
	CV1	CV2	CV3	Cc1	Cc2	Cc3
Cantidad pesada (g) :	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
Material A:	0.5030	0.5324	0.5208	0.4983	0.4796	0.4593
Material B:	0.0031	0.0181	0.0096	0.0250	0.0261	0.0265
% celulosa:	49.99	51.43	51.12	47.33	45.35	43.28

Tabla 3. 2 Porcentajes de lignina de las muestras analizadas de la candelilla verde y de composta

Nombre de la muestra	Candelilla verde			Bagazo de candelilla		
	LV1	LV2	LV3	Lc1	Lc2	Lc3
Cantidad pesada (g) :	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
Material C:	0.3846	0.3467	0.3825	0.3932	0.3969	0.4013
Material D:	0.0513	0.0134	0.0694	0.0203	0.0242	0.0151
% lignina:	33.33	33.334	31.31	37.29	37.274	38.62

Tabla 3. 3. Porcentajes de cera de las muestras analizadas de la candelilla verde y de composta

Número de muestra:	Candelilla verde			Bagazo de candelilla		
	1	2	3	1	2	3
Cantidad pesada (g):	130	120	214	130	120	214
Cera obtenida (g):	5.2202	4.835	8.602	0.715	0.588	0.963
% cera sin refinar:	4.02	4.03	4.02	0.55	0.49	0.45
% promedio de cera:	4.02			0.499		

Tabla 3. 4 Se muestra los resultados globales de la concentración de celulosa, lignina, hemicelulosa y cera de la candelilla verde y el bagazo de candelilla

Candelilla	% celulosa	% lignina	% hemicelulosa	% cera
Verde	50.85	32.66	12.48	4.02
Bagazo de candelilla	45.32	37.73	16.45	0.499

Se observan los resultados en la tabla 3.4 para la celulosa, lignina, hemicelulosa y cera que el porcentaje de celulosa decrece en el bagazo de candelilla comparada con la candelilla verde que se puede deber a las condiciones extremas de concentración de ácido sulfúrico y temperatura que se realiza para la extracción de la cera. Con respecto a la lignina aumenta el porcentaje de concentración en el bagazo de candelilla en comparación de la candelilla verde. En relación con la cera el bagazo de candelilla contiene aún cera después del proceso que es sometido la planta.

3.2. Espectroscopía Infrarrojo

Se caracterizó el bagazo de fibra de candelilla mediante espectroscopía infrarrojo por ATR (reflexión total atenuada) que se muestra en la Figura 3.1.

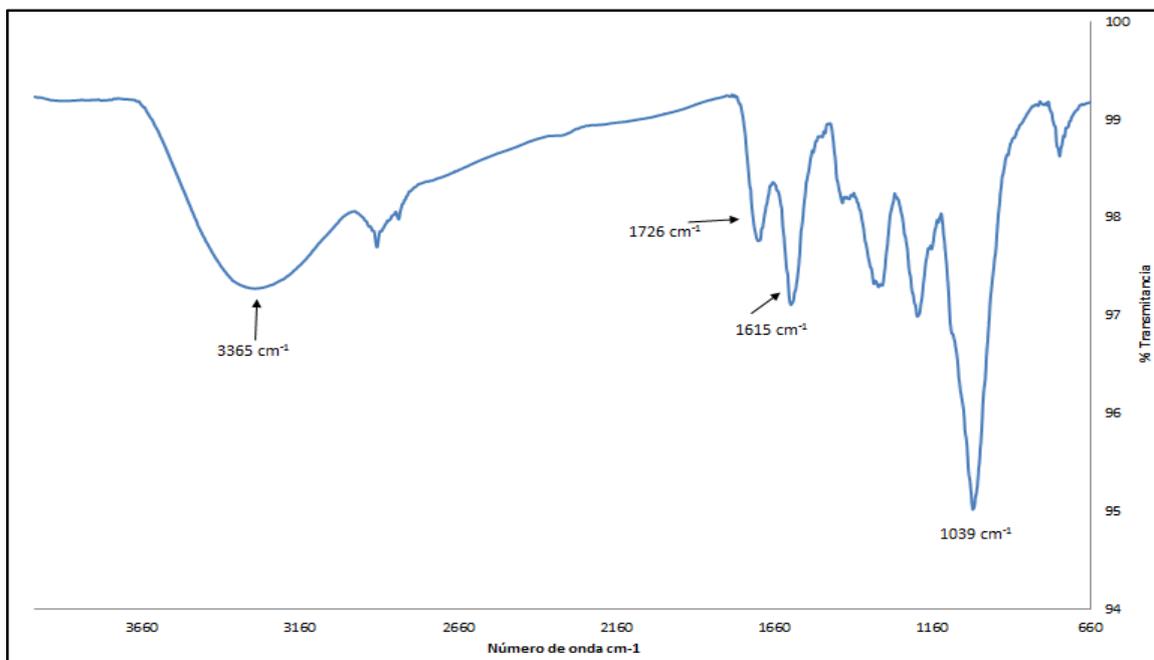


Figura 3.1 Espectro IR del bagazo de fibra de candelilla

En la figura 3.1, se aprecia el espectro infrarrojo de bagazo de fibra de candelilla en donde se aprecian una banda alrededor de longitudes de 3365cm^{-1} correspondiente a la tensión de los grupos OH de la celulosa, también se observan picos en las regiones de 1726cm^{-1} y 1615cm^{-1} que muchos autores como Ujwala Hujuri(Hujuri, y otros, 2008)corresponden a los grupos de la hemicelulosa, por último se observa un pico alrededor de los 1039cm^{-1} que corresponde a la tensión del enlace C-O-C.

3.3 Análisis de distribución de partícula

Se realizó el análisis de distribución de partícula de la fibra de candelilla de los diferentes tamaños obtenidos que fueron 150 y $420\mu\text{m}$ con el fin de conocer la uniformidad del tamaño de la partícula. En la Figura 3.2 se observa la gráfica de distribución para el tamaño de partícula de $150\mu\text{m}$ y en la Figura 3.3 se observa la gráfica para el tamaño de partícula de $420\mu\text{m}$. Se realizó el análisis tres veces por cada muestra para una mejor observación en los resultados.

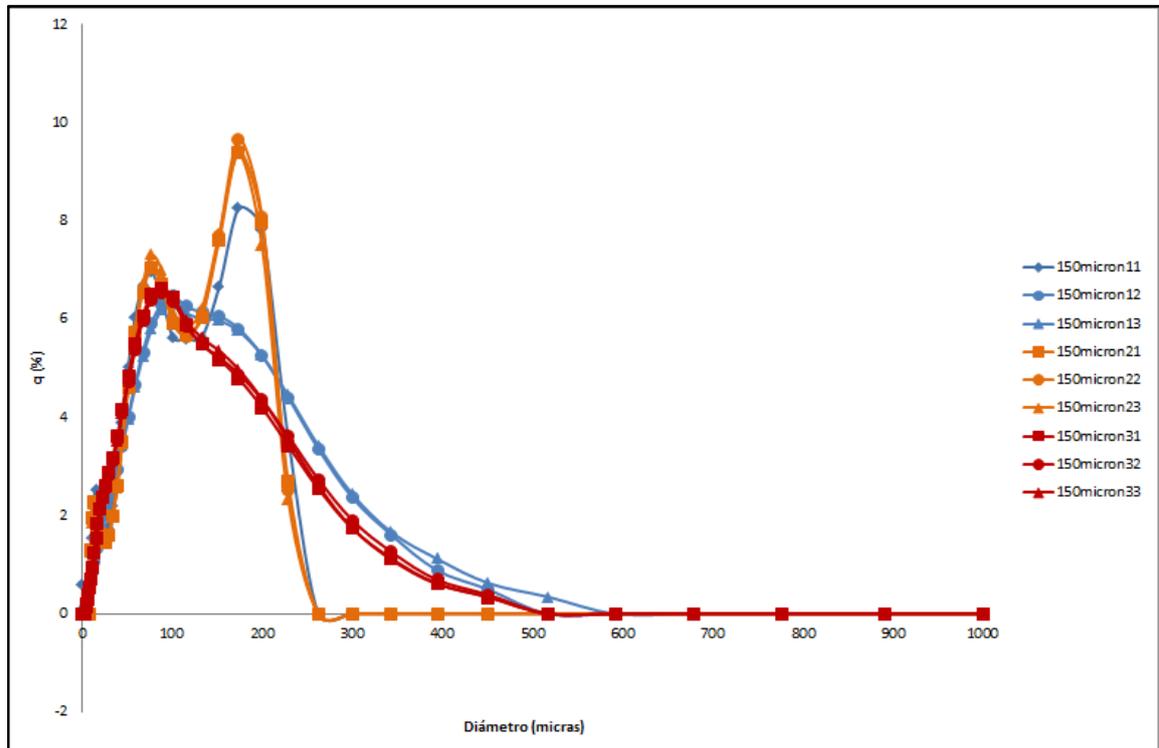


Figura 3.2 Distribución de tamaños de partícula de 150 micras

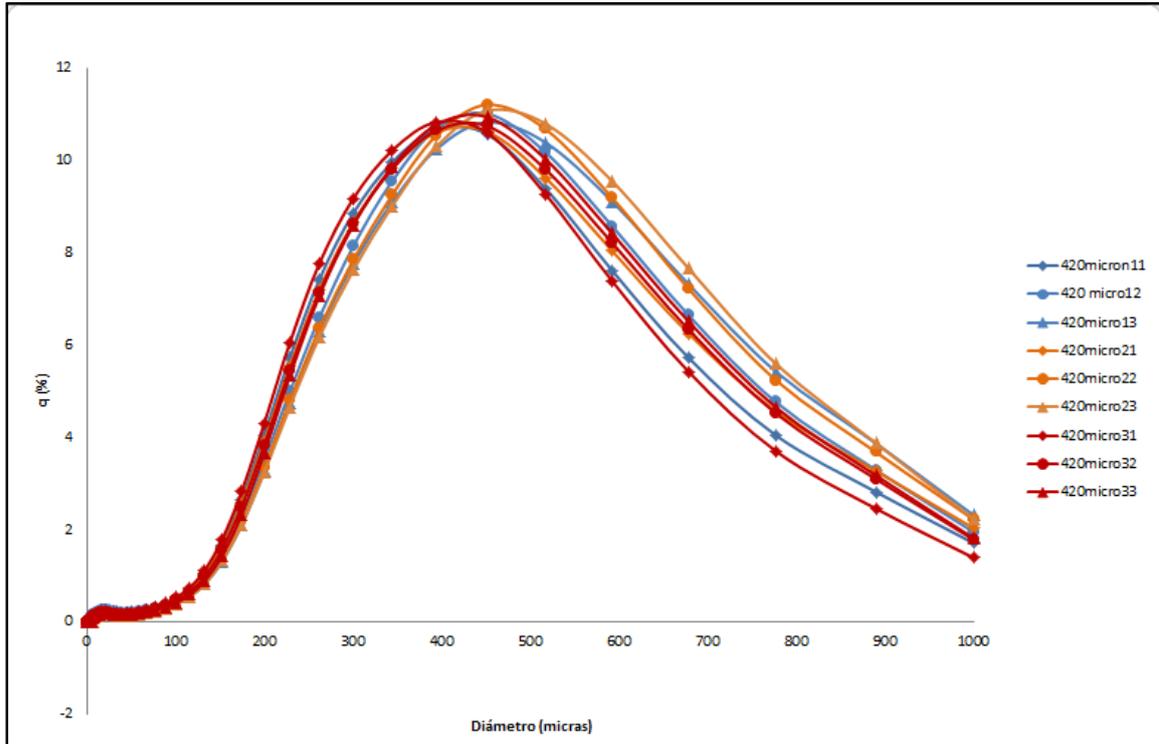


Figura 3.3 Distribución de tamaños de la partícula de 420 micras

En la Figura 3.2 se observa que la distribución de la partícula muestra una gráfica con dos curvas angostas de un rango de 100 a 180 micras, caso contrario de la Figura 3.3 donde la distribución de partícula de un tamaño de 420 micras muestra una gráfica con una curva ancha. Esto significa que hay tamaños de partícula del rango de 350 a 750 micras para esa selección de malla. Esto puede deberse a no contar con suficientes mallas superiores del tamaño de 420 micras y por ende no se separaron las fibras previamente

3.4 Reología

Se caracterizó los compósitos de FC/PP y FC/PVC con el análisis de reología en el cual se observa el comportamiento de la viscosidad en función de la frecuencia a diferentes porcentajes de concentración de bagazo de candelilla. En el caso de los compósitos de FC/PP se observó el efecto de la influencia del compatibilizante Polybond.

3.4.1. Análisis de reología de compósitos de FC/PP

En las Figuras 3.4 y 3.5 se graficaron los valores de viscosidad en función de la frecuencia de los compósitos de FC/PP sin compatibilizante con 150 y 420 micras y una

temperatura de 180°C. De manera similar en las Figuras 3.6 y 3.7 se muestran las gráficas del compuesto FC/PP pero ahora con el compatibilizante Polybond agregado. Por último en las Figuras 3.8 y 3.9 se realizaron la comparación de los compósitos en un mismo tamaño de fibra con y sin compatibilizante.

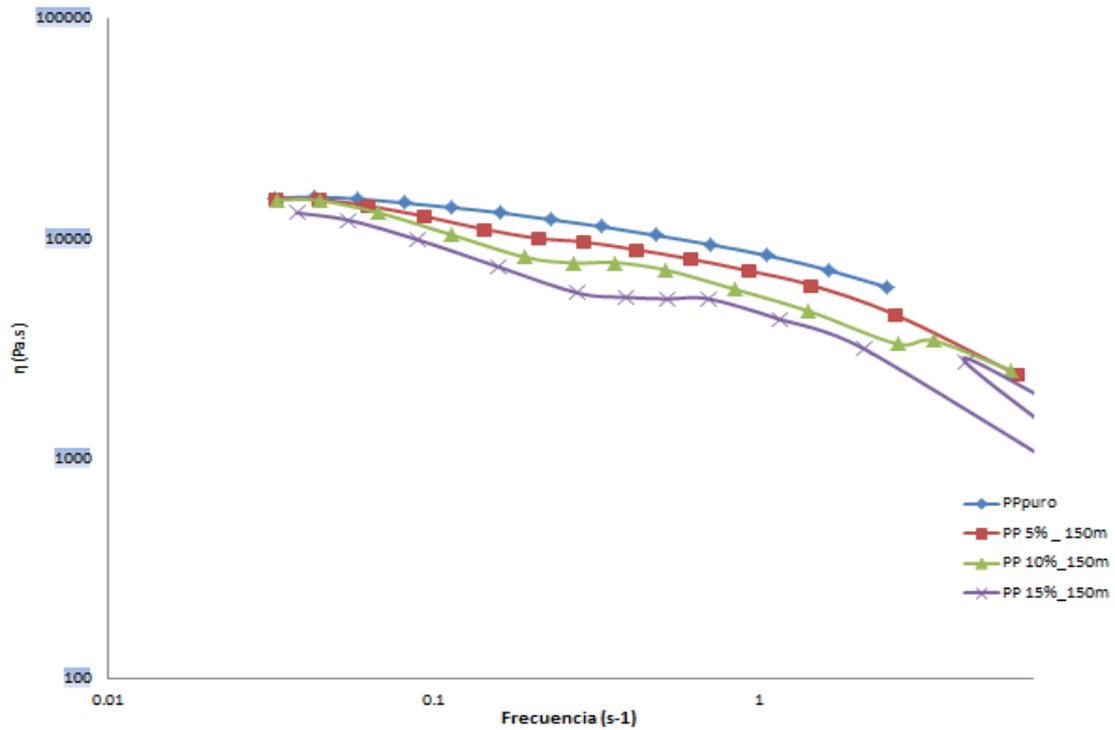


Figura 3.4 Curvas de viscosidad de los compósitos de FC/PP a diferentes porcentajes con un tamaño de fibra de 150 micras

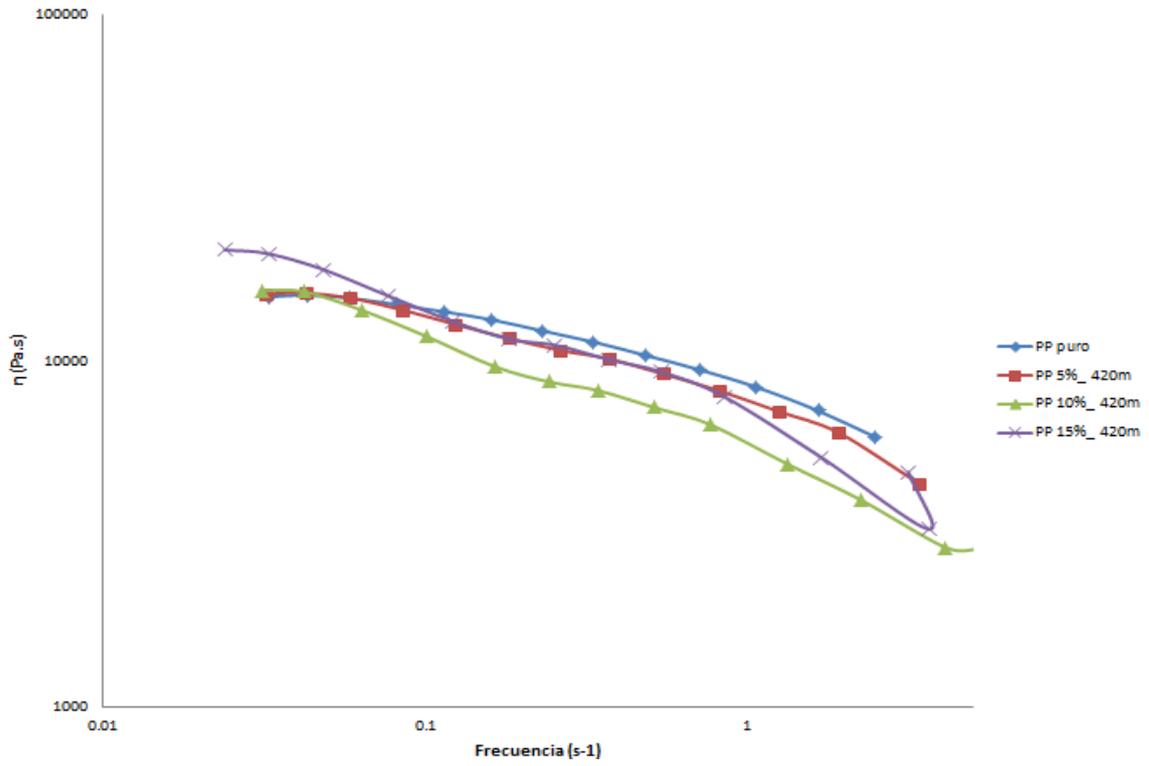


Figura 3.5 Curvas de viscosidad de los compósitos de FC/PP a diferentes porcentajes con un tamaño de fibra de 420 micras

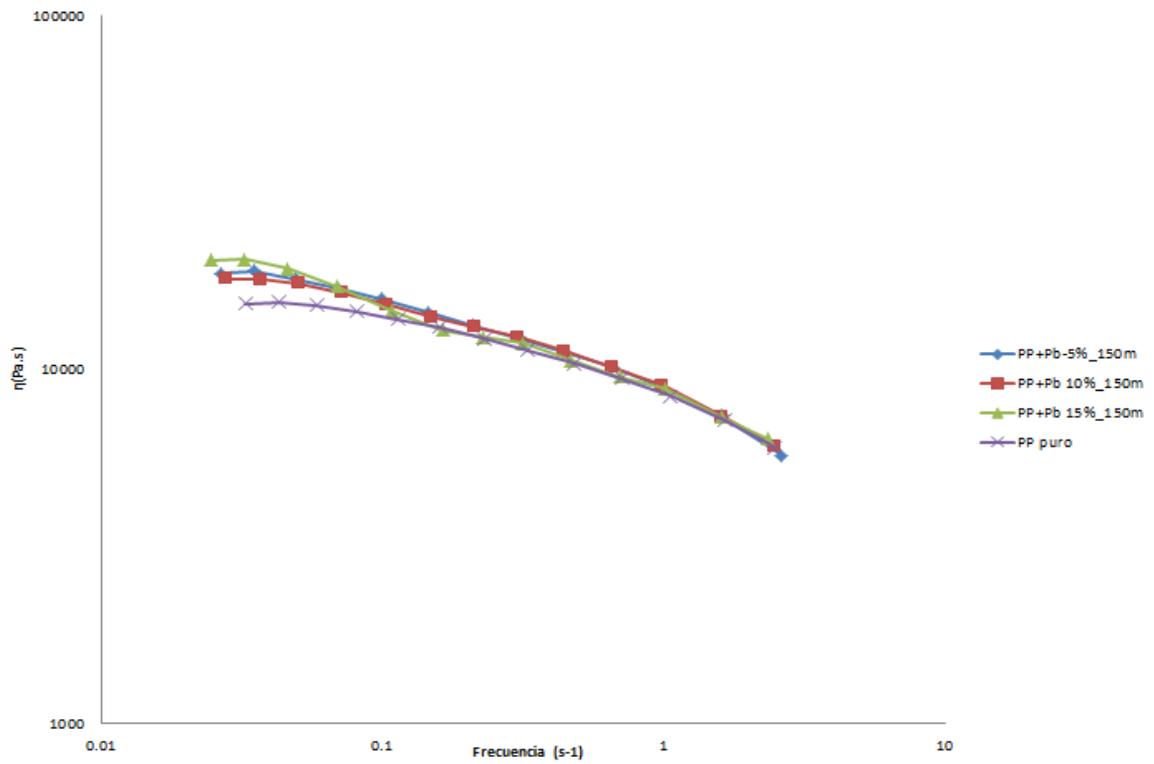


Figura 3.6 Curvas de viscosidad de los compósitos de FC/PP a diferentes porcentajes con Polybond

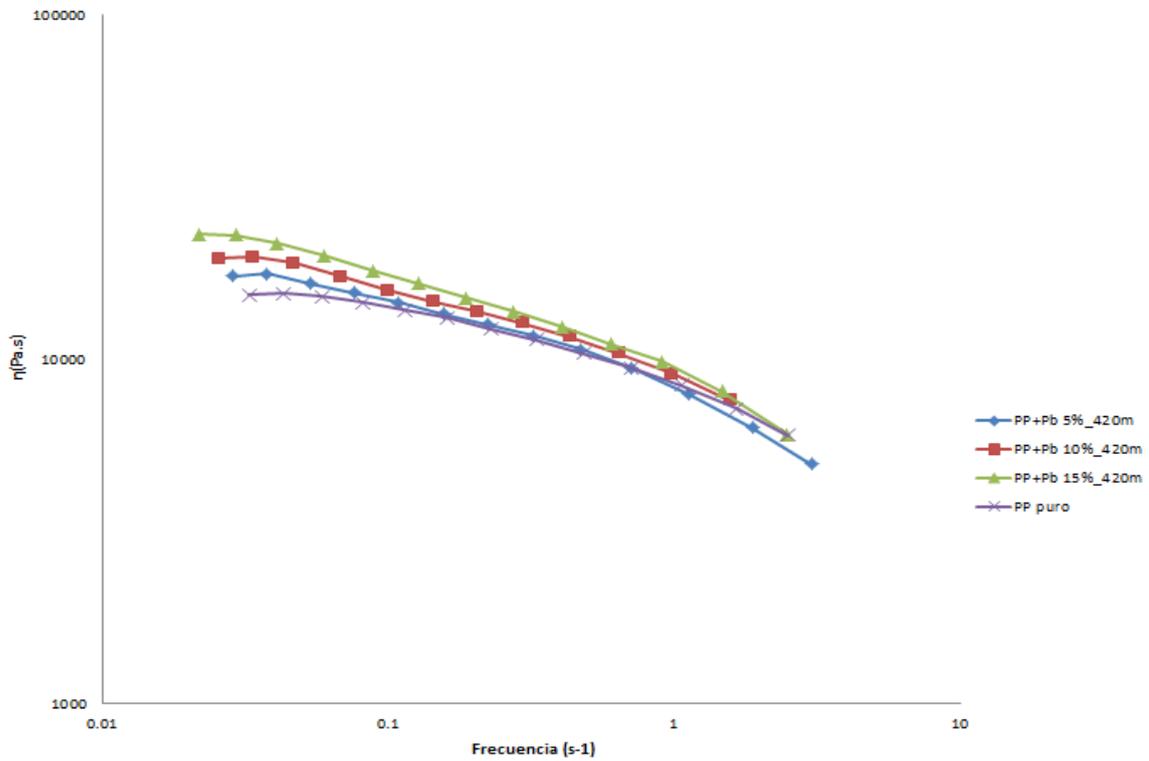


Figura 3.7 Curva de viscosidad de los compósitos de FC/PP a diferentes porcentajes con Polybond de 420 micras

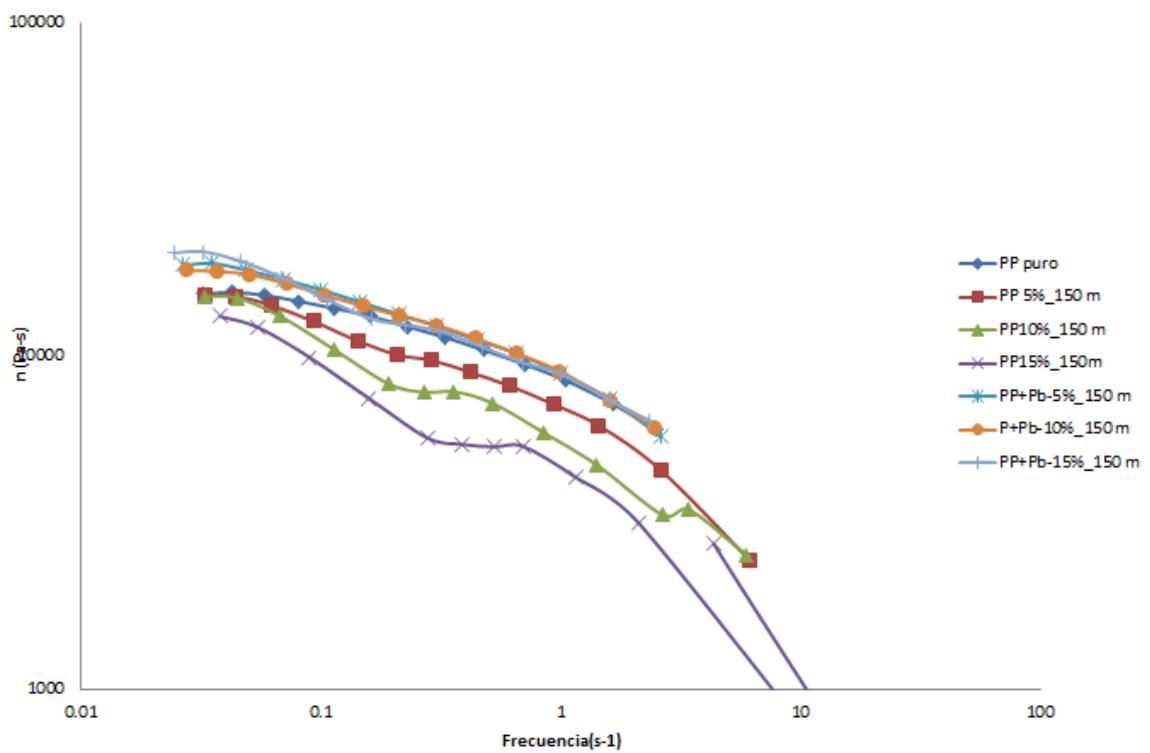


Figura 3.8 Curvas de viscosidad donde se comparan los compósitos de FC/PP con y sin Polybond a un tamaño de fibra de 150 micras

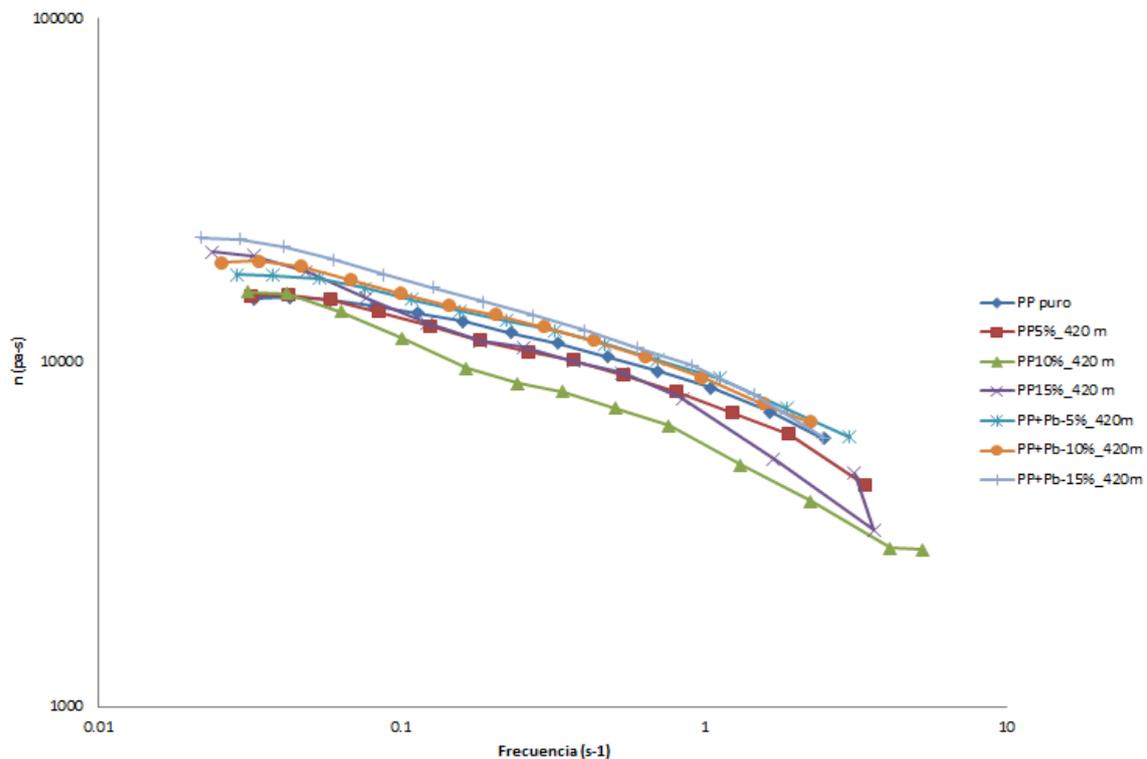


Figura 3.9 Curvas de viscosidad donde se comparan los compósitos de FC/PP con y sin Polybond a un tamaño de fibra de 420 micras

En las Figuras 3.4 y 3.5 se observa la viscosidad a diferentes porcentajes de candelilla con el PP así como el tamaño de partícula sin la adición del agente compatibilizante Polybond y a una temperatura 180 °C, que la viscosidad decrece al incrementar la fibra de candelilla como relleno y la frecuencia de corte. Para los compósitos de un tamaño de fibra de 150 micras (Figura 3.4) la viscosidad se mantiene igual que la del PP al inicio de la prueba hasta una frecuencia alrededor de 0.07 s^{-1} y después la viscosidad comienza a disminuir gradualmente. El porcentaje más bajo de disminución de viscosidad se presenta en el compósito de PP15%_150m con un valor de 47% a una frecuencia de 2.49 s^{-1} comparado con el PP que es cuando termina la prueba. El mismo comportamiento tienen los compósitos de un tamaño de fibra de 420 micras (Figura 3.5) sin embargo el compósito de PP10%_420m presenta el porcentaje más bajo de disminución de viscosidad con un valor de 34.25% a una frecuencia de 2.49 s^{-1} comparado con el PP a diferencia de los compósitos de tamaños de fibra de 150 micras. Esto se debe que al incrementar la frecuencia gradualmente los compósitos no mantienen la resistencia ya que sus cadenas moleculares entre la celulosa y el polipropileno no interactúan por ser de carácter hidrofílico e hidrofóbico afectando de manera negativa en la viscosidad de la matriz de PP.

En las Figuras 3.6 y 3.7 se muestra el comportamiento de la viscosidad del material compuesto pero ahora añadiendo un 5 por el agente de acoplamiento Polybond 3002. La viscosidad de los compósitos de un tamaño de fibra de 150 micras (Figura 3.6) al inicio de la prueba se incrementa hasta un 33% del PP+Pb-15%_150m comparado con el PP puro. La viscosidad de los compósitos disminuye gradualmente en función de la frecuencia sin ser más bajo que la del PP hasta llegar a una frecuencia de 1.0556 s^{-1} donde los compósitos alcanzan la misma viscosidad del PP hasta terminar la prueba. La viscosidad de los compósitos de un tamaño de fibra de 420 micras (Figura 3.7) tiene un comportamiento similar que los de un tamaño de fibra de 150 micras, presentando un 49% de incremento máximo de viscosidad de los compósitos de PP+Pb15%_420m y PP+Pb10%_420m al inicio de la prueba comparado con el PP puro y para el compósito de PP+Pb5%_420m mantiene el mismo valor de viscosidad del PP. La viscosidad disminuye gradualmente en función de la frecuencia llegando a un incremento de viscosidad de un 21 % de los compósitos en una frecuencia de 1.65 s^{-1} comparado con el PP manteniendo ese incremento hasta terminar la prueba. Los compósitos de tamaño de fibra de 420 micras tienen valores de viscosidad alrededor de un 8% mayor que los compósitos de un tamaño de fibra de 150 micras. Khalina y Zainuddin (Khalina, y otros, 2011) reportaron que los compósitos de PP con fibra Kenaf como refuerzo a tres diferentes tamaños de partícula $250 \mu\text{m}$, $450 \mu\text{m}$ y $850 \mu\text{m}$ y un porcentaje de 42% en peso, la viscosidad aumenta con el incremento de tamaño de fibra y concluye que al incrementar la viscosidad con el incremento del tamaño de fibra podría ser atribuida a la alta área específica de la fibra en la matriz de tal manera que incrementa el esfuerzo cortante en el compósito y la posibilidad de aumentar la orientación de la fibra y la interacción fibra – matriz desafortunadamente disminuye. Por lo tanto los compósitos PP+Pb15%_420m y PP+Pb10%_420m presentan altos valores de viscosidad lo que significa que tienen menor interacción interfacial entre la matriz y polímero.

3.4.2. Análisis de reología de compósitos de FC/PVC

Se realizó la caracterización por reología a los compósitos de FC/PVC en donde se muestran las Figuras 3.10 y 3.11 el efecto de la viscosidad en función de la frecuencia a diferentes porcentajes de refuerzo de relleno de bagazo de candelilla, tamaño de partícula respectivamente y a una temperatura de 230°C .

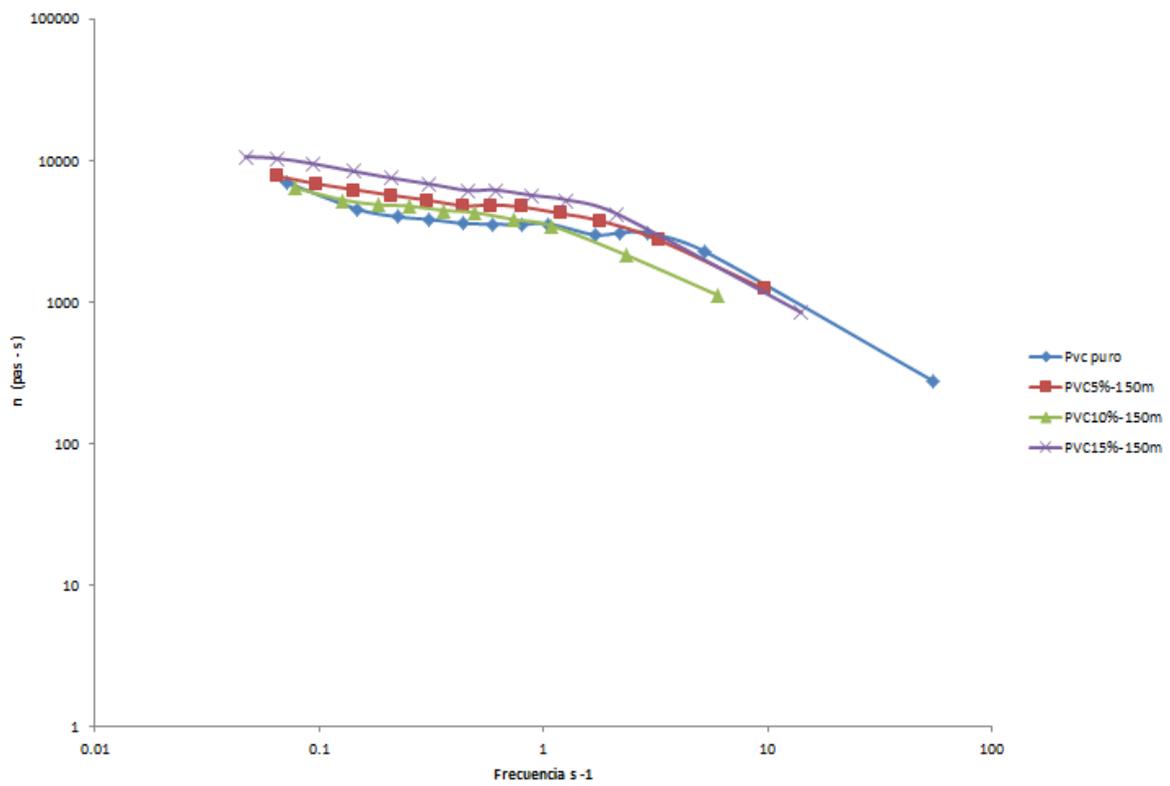


Figura 3.10 Curvas de viscosidad de los compósitos de FC/PVC a un tamaño de fibra de 150 micras

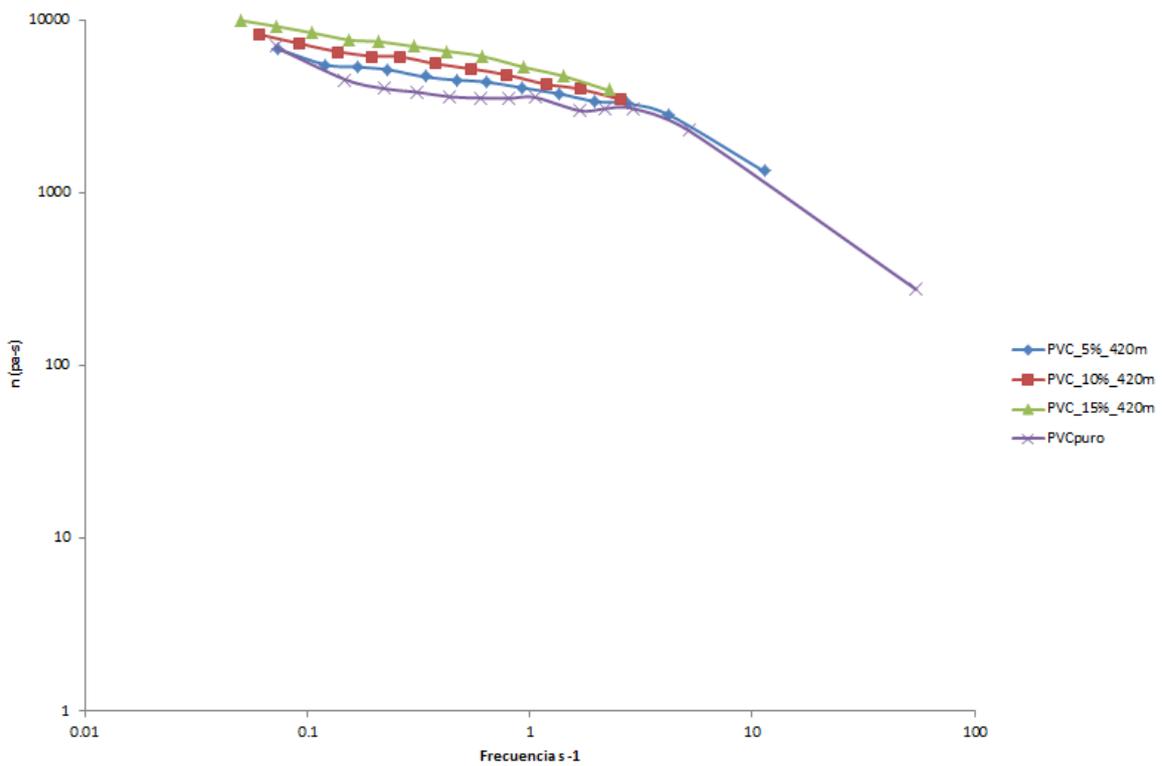


Figura 3. 11Curvas de viscosidad de los compósitos de FC/PVC a un tamaño de fibra de 420 micras.

Para la Figura 3.10 se muestra la viscosidad de los compósitos con un tamaño de fibra de 150 micras donde se presenta un incremento de viscosidad máximo de los compósitos PVC_15%-150m y PVC_10%-150m a un 32% y el compósito de PVC_5%-150m mantiene un ligero incremento no significativo de la viscosidad comparado con el PVC puro al inicio de la prueba. La viscosidad de los materiales bajan en función de la frecuencia manteniendo una tendencia similar presentada al inicio de la prueba hasta llegar a la frecuencia de 1.09 s^{-1} donde el compósito PVC_10%-150m alcanza la misma viscosidad del PVC y después decrece un 51% hasta finalizar la prueba. En la frecuencia de 3.23 s^{-1} los compósitos PVC_5%-150m y PVC_15%-150m alcanzan la misma viscosidad del PVC puro hasta finalizar la prueba. La viscosidad de los compósitos de un tamaño de fibra de 420 micras (Figura 3.11) se incrementa al inicio de la prueba comparado con el PVC puro. El compósito de y PVC_15%-420m tiene un porcentaje de incremento de 35% y los otros dos compósitos restantes tienen un ligero incremento del 5%. La tendencia continúa a través de la prueba hasta llegar al punto de frecuencia de 2.29 s^{-1} donde alcanzan la misma viscosidad del PVC puro y continúa con el mismo comportamiento hasta terminar el análisis. La incorporación de fibras naturales dentro de la matriz de PVC aumenta aún más la viscosidad en estado fundido (Wilkes, y otros, 2005). Esto se debe a que la molécula de PVC tiene fuerzas intermoleculares dipolo-dipolo debido al cloro que hace enlace con los carbonos y la celulosa tiene fuerzas intermoleculares de puente de hidrógeno (Seymour, y otros, 1995) debido a que no son los compuestos de fuerzas intermoleculares iguales existe interacción entre los OH de la celulosa y el cloro que se deben a las fluctuaciones instantáneas de densidad en las nubes de electrones.

3.5.-Resultados de Análisis Dinámico Mecánico (DMA)

Se realizó DMA a los compósitos de FC/PP a las concentraciones de 5, 10, y 15 pcr como refuerzo de relleno de fibra de candelilla a dos diferentes tamaños de partícula 150 y 420 micras con y sin agente de acoplamiento Polybond 3002. También fueron analizados por DMA los compósitos de FC/PVC a las concentraciones de 5, 10, y 15 pcr como refuerzo de relleno de fibra de candelilla a dos diferentes tamaños de partícula 150 y 420 micras. En los compósitos FC/PVC no se adicionó un agente de acoplamiento.

3.5.1. Resultados de Análisis Dinámico Mecánico (DMA) de los compósitos de FC/PP

En la Figura 3.12 se muestra la gráfica de módulo de almacenamiento (E') para los compósitos de FC/PP sin compatibilizante y para el PP puro con los diferentes tamaños de partícula. Se presentan los valores E' de los compósitos cercanos al valor de E' del PP puro de un rango de temperaturas de $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta $75\text{ }^{\circ}\text{C}$, después de $75\text{ }^{\circ}\text{C}$ los compósitos presentan un ligero incremento de E' a comparación de PP puro. A una temperatura ambiente el valor de E' para los compósitos está dentro de un rango de 1300 MPa a 1700 MPa , para el PP puro el E' es de 1400 MPa y para el compósito PP_15%-420m es de 1700 MPa lo que significa un incremento del 21% comparado con el PP puro.

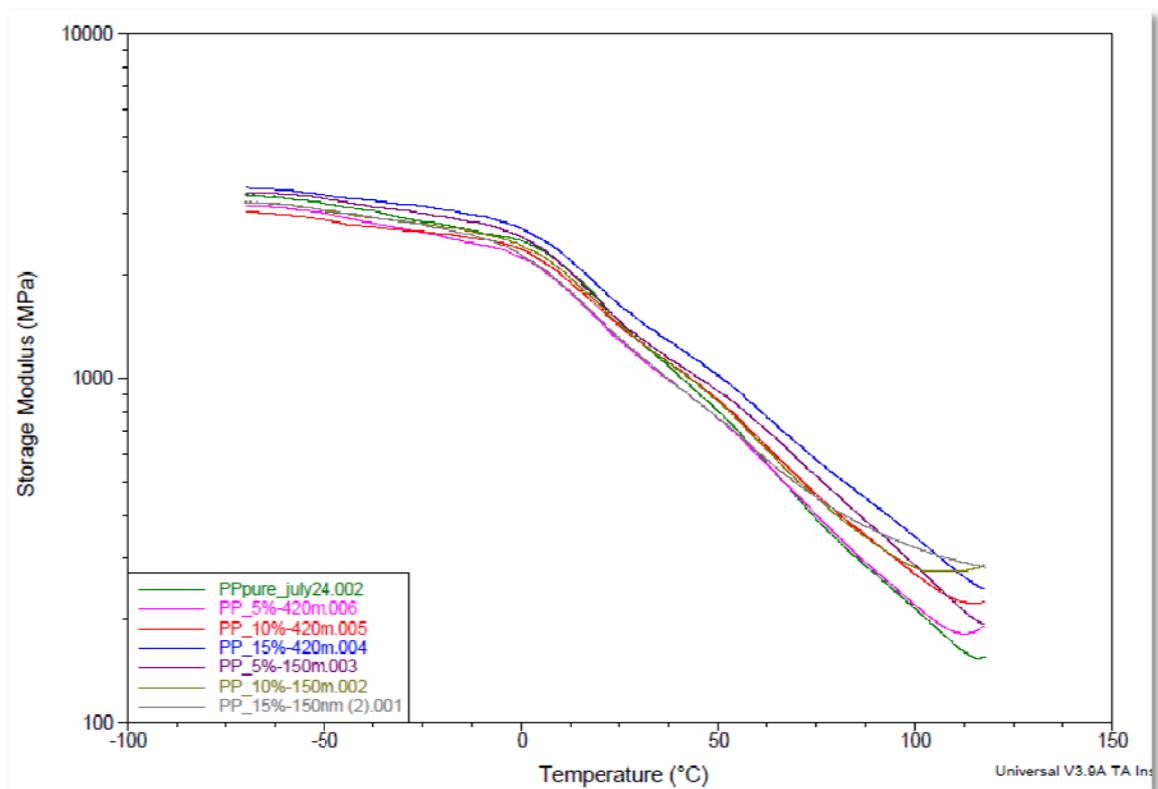


Figura 3.12 Curvas de módulo de almacenamiento para el PP y los compósitos con fibra de candelilla sin compatibilizante

En la Figura 3.13 se observa la gráfica del espectro de módulo de pérdida (E'') de los compósitos no tiene una diferencia significativa en comparación del PP puro. A temperatura por encima de $75\text{ }^{\circ}\text{C}$ el E'' de los compósitos muestran un ligero incremento comparado con el

PP puro. El compuesto de PP_15%-420m muestra valores de E'' ligeramente alto comparado con los demás durante toda la prueba.

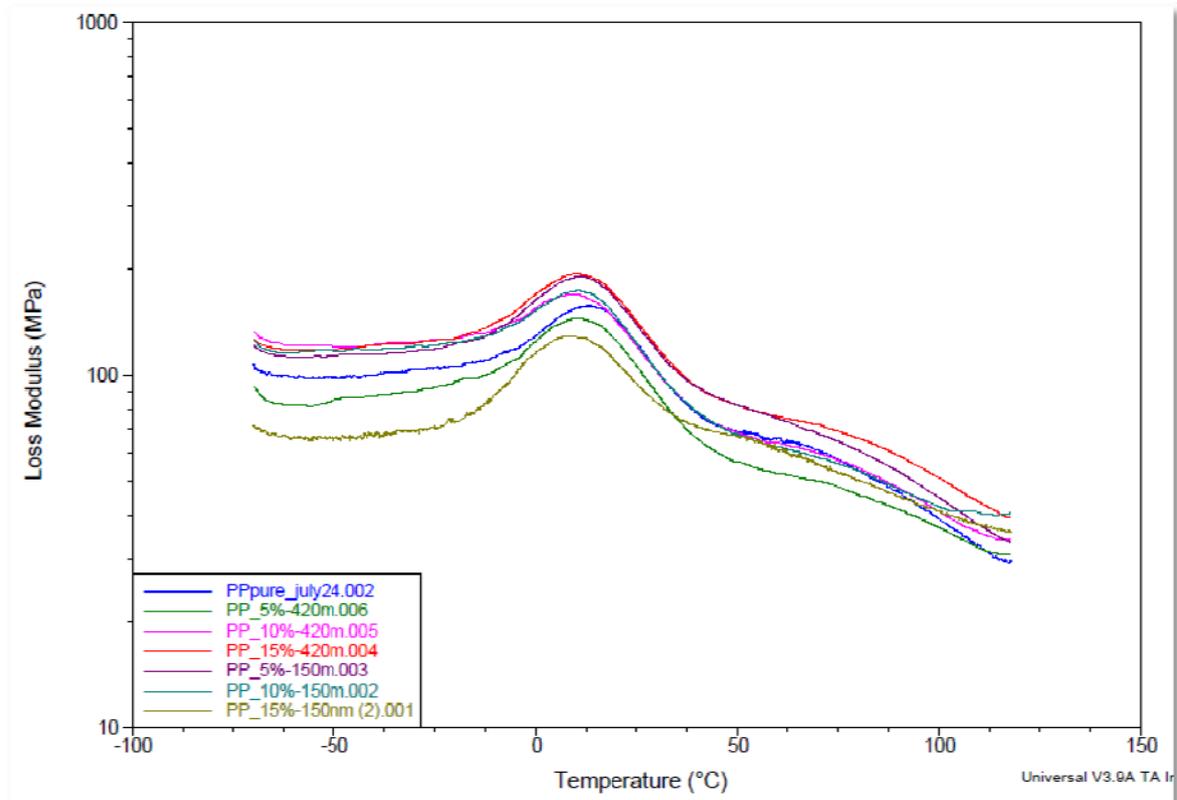


Figura 3.13 Curvas de módulo de pérdida para el PP y los compósitos con fibra de candelilla sin compatibilizante

La $\tan \delta$, también llamada amortiguamiento, índice de viscoelasticidad o factor de pérdida, se obtiene mediante la razón entre el módulo de pérdida y el módulo de almacenamiento (E''/E'); en el caso de los compósitos, este valor depende del nivel de adhesión entre el refuerzo y la matriz. Por lo tanto, enlaces refuerzo-matriz débiles se reflejarán en valores altos de $\tan \delta$ (Tajvidi, y otros, 2006). En la figura 3.14 se observa el espectro de $\tan \delta$ donde compósitos muestran picos ligeramente bajos en comparación a los de PP puro, excepto el compósito PP-10%_150m que se observan el pico $\tan \delta$ alto comparado con el PP puro que significa que presentará interacciones moleculares débiles entre refuerzo-matriz comparado con los demás. En la tabla 3.5 se reporta las temperaturas de transición vítrea (T_g) de los compósitos que son ligeramente desplazados a temperaturas bajas comparados con el PP puro.

Fueron observados los cambios de módulos de los espectros en los compósitos de FC/PP al añadir 5 per con el agente de acoplamiento Polybond 3002. La Figura 3.15 muestra el espectro de los módulos de almacenamiento E' de los compósitos con el compatibilizante. Los compósitos muestran un incremento de E' comparado con el PP puro y también con los compósitos sin compatibilizante mostrados en las gráficas anteriores, valores de E' dealrededor de 3000 MPa a temperatura ambiente presentan los compósitos mostrando incrementos de 114% comparado con el PP puro, con excepción de los compósitos de PP-10%_420m y PP-15%_420m que no se observó cambio significativo con el PP puro. Fue observado también el espectro de módulo de pérdida E'' de los compósitos con la adhesión de compatibilizante en la Figura 3.16 el cual los compósitos presentan incrementos de E'' en todo el rango de temperatura. Con excepción de los compósitos de PP-10%_420m y PP-15%_420m que no se observó cambio significativo con el PP puro.

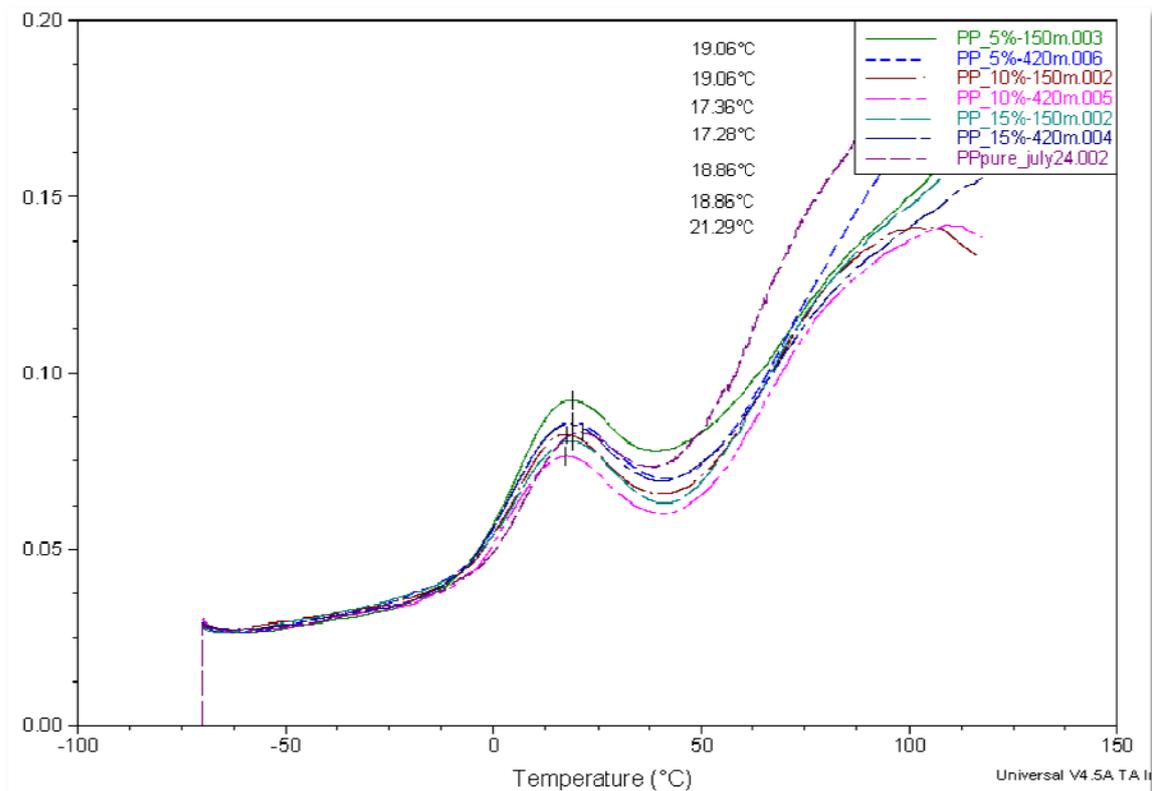


Figura 3.14 Espectro DMA de pico $\tan \delta$ de los compósitos de FC/PP sin compatibilizante

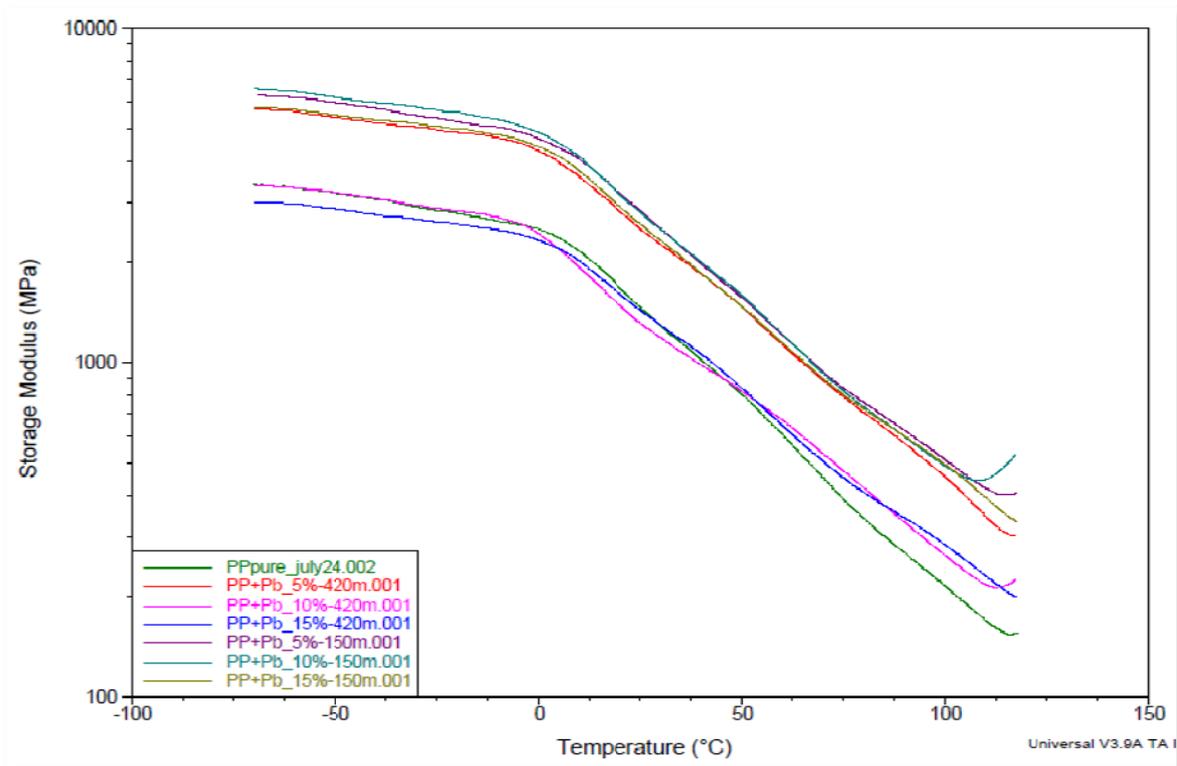


Figura 3.15 Curvas de módulo de almacenamiento para el PP y los compósitos con fibra de candelilla con el compatibilizante

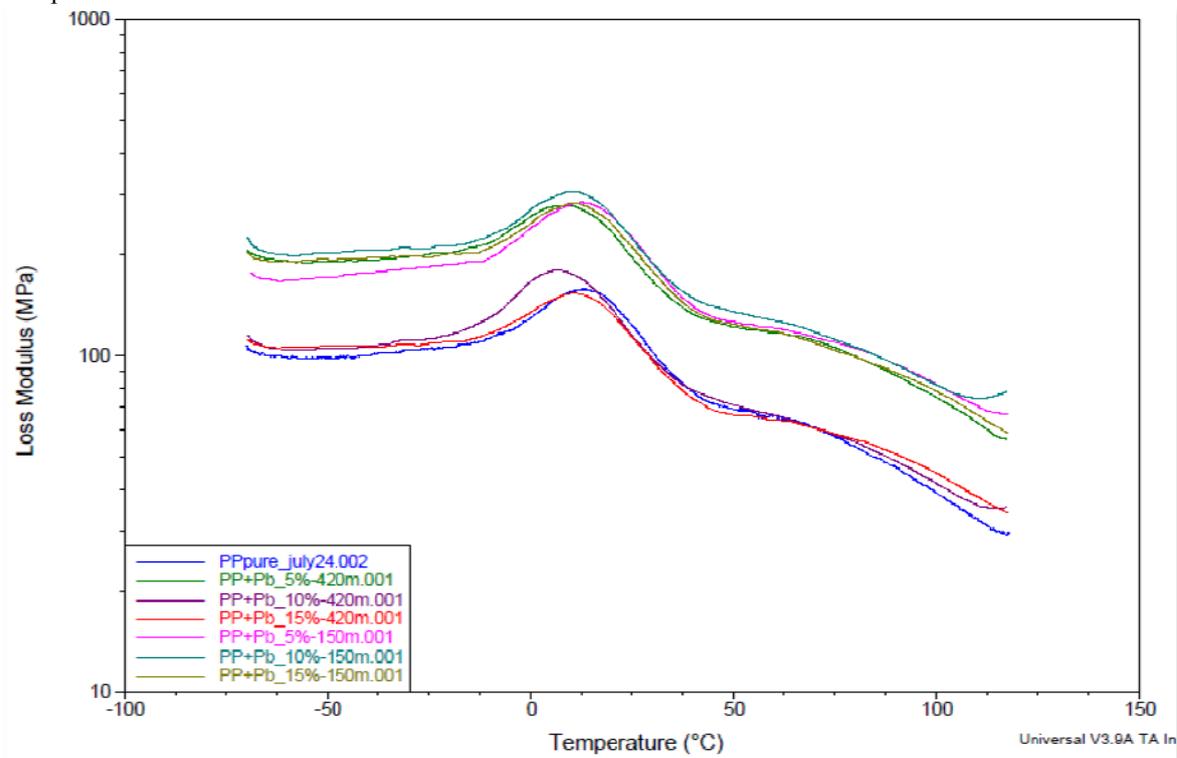


Figura 3.16 Curvas de módulo de pérdida para el PP y los compósitos con fibra de candelilla con el compatibilizante

En la Figura 3.17 se observa que a temperatura ambiente los compósitos presentan menores coeficientes de energía comparado con el PP. Esto indica una buena interfaz entre el PP y la fibra de candelilla en comparación a los de PP puro (Tajvidi, y otros, 2006), excepto el compósito PP-10%_420m que se observan el pico tan δ alto comparado con el PP puro que significa que presenta interacciones moleculares débiles entre refuerzo-matriz. En la tabla 5 se reporta las temperaturas de transición vítrea (T_g) de los compósitos que son ligeramente desplazadas a temperaturas bajas comparados con el PP puro, excepto el compósito PP+Pb_10%_420m que tiene una T_g de 15.47°C una marcada disminución de 5.82 °C comparado con el PP. El general incremento de valores en E' y E'' y la disminución del pico de tan δ es debido a la adición de la fibra natural y Polybond, observado en el presente estudio son concretos con las observaciones de muchos investigadores. Amash y Zugenmaier (Amash, y otros, 1997) reportó un incremento en la rigidez y una disminución en el factor de pérdida con el incremento de fibra de vidrio contenido en compósitos de polipropileno isotáctico. Esto es debido a la reacción de esterificación entre los grupos OH de la celulosa de la fibra de candelilla y la parte anhídrida del Polybond lo que causa una reducción en la tensión interfacial y un incremento entre la adhesión interfacial entre el PP y la fibra de candelilla.

Hristov y Vasileva (Hristov, y otros, 2003) estudiaron cambios en la temperatura de transición vítrea de PP debido a la adición de 10% de fibra de madera y 10% de MAPP. Una alta temperatura de transición vítrea fue observada cuando el compatibilizante fue agregado. Esto sugiere que la movilidad molecular se restringe debido a las interacciones covalentes entre MAPP y la superficie lignocelulósica podría explicar el desplazamiento para altas temperaturas. Sin embargo el investigador Tajvidi (Tajvidi, y otros, 2006) reporta que MAPP es de bajo peso molecular y tiene un efecto plastificante, el cual podría desplazar la T_g a bajas temperaturas. Por lo tanto es cierto que el compatibilizante ha mejorado la adhesión entre la fibra y el PP pero otros factores tienen la posibilidad de esconder el efecto de la temperatura de transición vítrea por ejemplo la distribución de tamaño de la fibra.

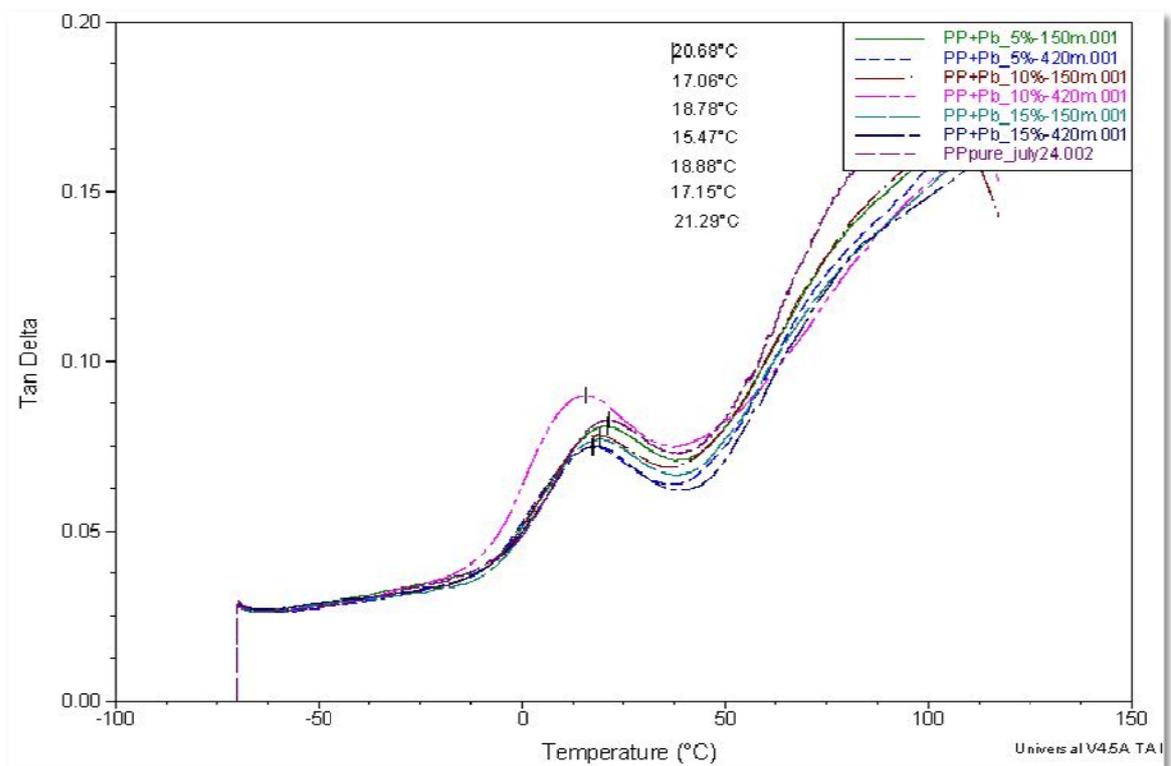


Figura 3.17 Espectro DMA de pico tan δ de los compósitos de FC/PP con el compatibilizante

Tabla 3. 5 Temperaturas de transición vítrea de los compósitos y PP

Compósito	T _g (°C)
PP	21.29
PP_5%-150m	19.06
PP_10%-150m	17.36
PP_15%-150m	18.86
PP_5%-420m	19.06
PP_10%-420m	17.28
PP_15%-420m	18.86
PP+Pb_5%-150m	20.68
PP+Pb_10%-150m	18.78
PP+Pb_15%-150m	18.88
PP+Pb_5%-420m	17.06
PP+Pb_10%-420m	15.47
PP+Pb_15%-420m	17.15

3.5.2. Resultados de Análisis Dinámico Mecánico (DMA) de los compósitos de FC/PVC

En la Figura 3.18 se observa el espectro de módulo de almacenamiento E' para los compósitos de FC/PVC. El valor observado de E' para el PVC a una temperatura ambiente es de 2300 Mpa y para el compósito de PVC-5%-420m tiene un valor de E' de 3000 Mpa a una temperatura ambiente mostrando un incremento del 30% con respecto al PVC puro. Para los demás compósitos presentan valores de E' similares a los del PVC a temperatura ambiente. Sin embargo para temperaturas arriba de 100 °C los compósitos de un tamaño de fibra de 420 micras y el PVC_15%-150m mejoraron E' un 25% de comparado con el PVC puro. Para los compósitos PVC_10%-150m y PVC_5%-150m mantienen los mismos valores de módulo de almacenamiento que el PVC a temperaturas arriba de 100°C.

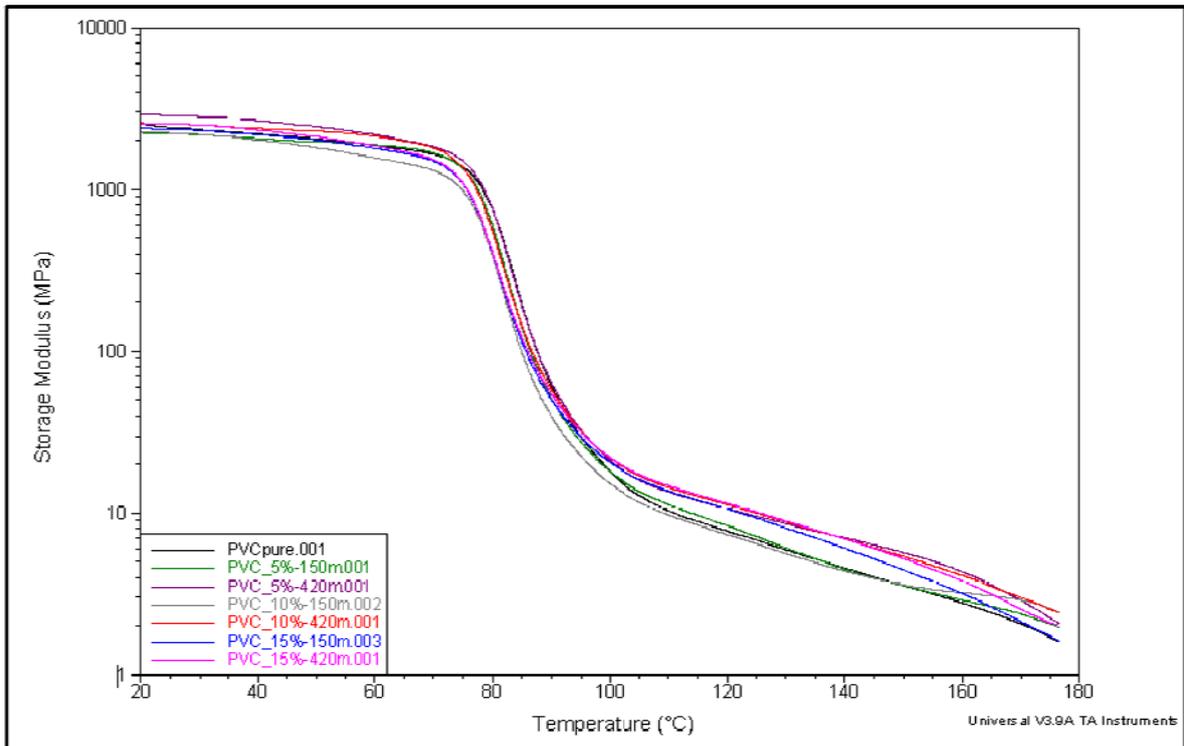


Figura 3.18 Curvas de módulo de almacenamiento para el PVC y los compósitos con fibra de candelilla

En la Figura 3.19 se observa el espectro de módulo de pérdida E'' para los compósitos de FC/PVC. Se muestra el valor de E'' del PVC puro a 65 Mpa a una temperatura ambiente, se observan valores de E'' de 80 a 105 Mpa en los compósitos a una temperatura ambiente. Para el compósito de PVC-10%-420m muestra un E'' de 105 Mpa lo que significa un incremento del 60% comparado con el PVC.

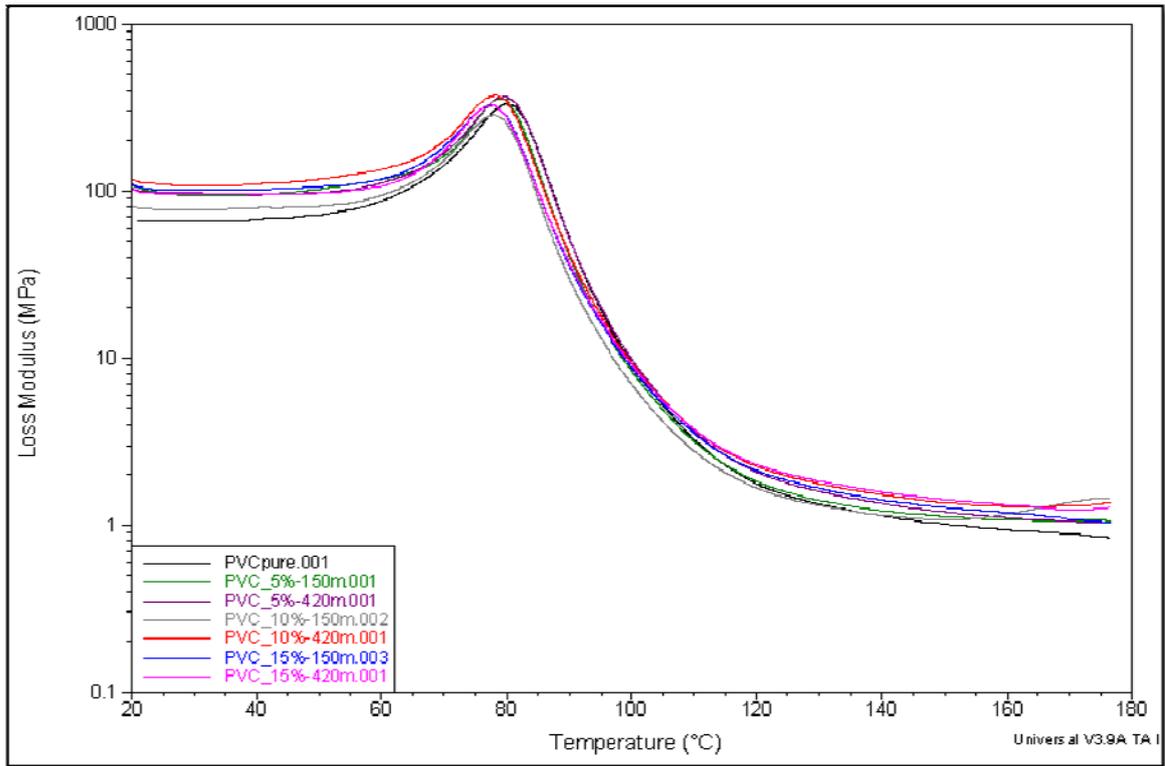


Figura 3. 19 Curvas de módulo de pérdida para el PVC y los compósitos con fibra de candelilla

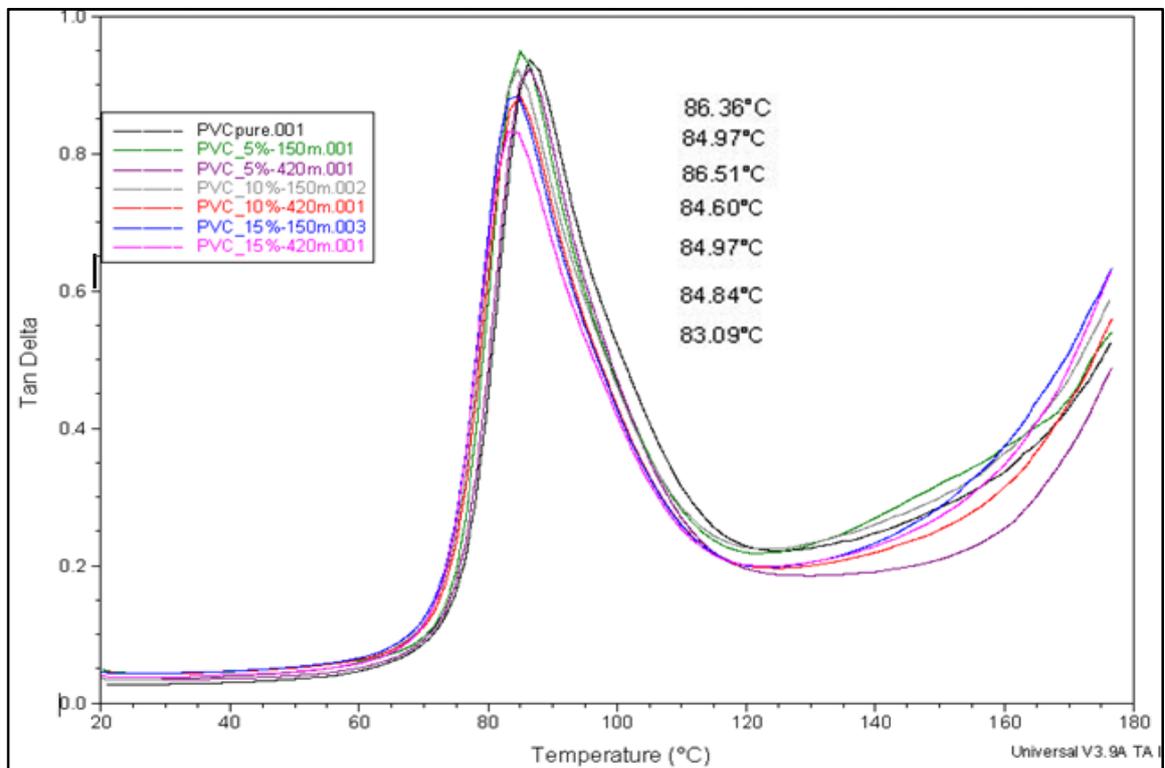


Figura 3. 20 Espectro DMA de pico tan δ de los compósitos de FC/PVC

En la Figura 3.20 se observa el espectro de $\tan \delta$ donde compósitos muestran picos ligeramente bajos en comparación a los de PVC puro. En la misma gráfica se reportan las temperaturas de transición vítrea (T_g) de los compósitos que son ligeramente desplazadas a temperaturas bajas comparados con el PVC puro. Resultados de Shah (Shah, y otros, 2005) obtuvieron incrementos en el módulo de almacenamiento de un 33% de los compósitos de PVC con fibras de madera sin un agente de acoplamiento a temperatura ambiente. Valores parecidos de porcentaje de incremento de E' y disminución de energía en el factor mecánico se presentaron en este estudio por lo que existe una interacción interfacial entre la matriz polimérica y la fibra de candelilla. También no se presenta un efecto significativo en los resultados de DMA en función del tamaño de fibra candelilla en los compósitos.

3.6. Pruebas de impacto

La resistencia al impacto es la medida de la habilidad de un material para absorber energía durante la deformación los cuales a la vez gobiernan su resistencia y durabilidad. (Haque, y otros, 2012). Se realizaron las pruebas de resistencia al impacto de los compósitos de FC/PP con Polybond así como también los compósitos FC/PVC procesados por extrusión, estos fueron analizados por el impactómetro Gardner. Los compósitos FC/PP procesados por el método moldeo por inyección fueron analizados por impactómetro tipo Izod.

3.6.1 Pruebas de impacto para los compósitos de FC/PP

3.6.1.1. Prueba de impacto Gardner para los compósitos procesados por extrusión

Se realizaron la prueba Gardner a los compósitos de FC/PP de 5, 10, 15 por a un tamaño de fibra de 150 micras con el compatibilizante. (Figura 3.21) Se observó que la energía absorbida en el impacto de la muestra disminuye comparado con el PP puro. El valor de energía para el PP puro es de 0.647 Joule y para el compósito de PP-10%_150m es de 0.525 J disminuyendo un 19 % comparado con el PP puro. Así como para el compósito de PP+Pb-15%_150m muestra un valor de energía de 0.380 J disminuyendo un 41 % comparado con el PP puro siendo el valor más bajo de todos los compósitos. Los resultados muestran una

significante disminución en los valores de energía de impacto comparado con el PP. Esto se debe a la distribución de la fibra de candelilla en la matriz polimérica durante procesado con el extrusor monohusillo ya que no se tuvo un alimentador de fibra por lo tanto las relaciones de carga de fibra con el polímero no fue constante.

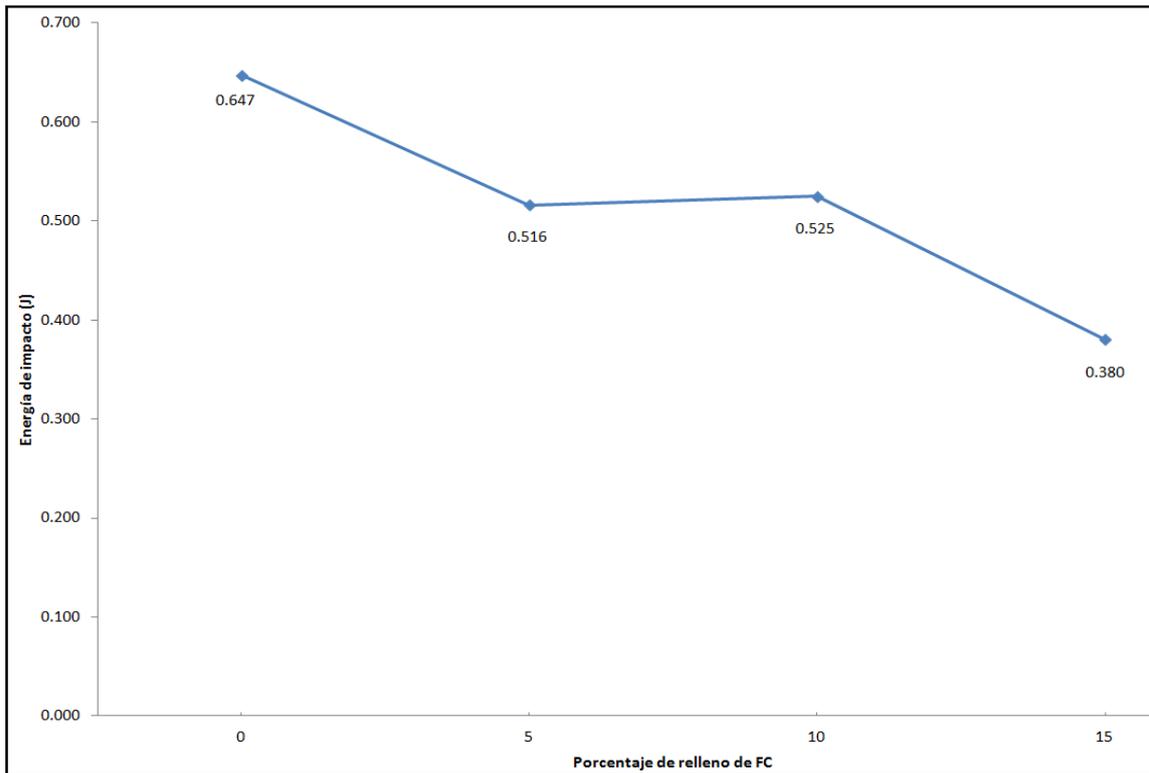


Figura 3.21 Resistencia al impacto por Gardner en Joule de los compósitos de FC/PP a un tamaño de fibra de 150 micras

3.6.1.2. Prueba de impacto Izod para compósitos procesados por moldeo por inyección

Se realizó la prueba a los compósitos de FC/PP con la prueba Izod a diferentes tamaños de partícula de la fibra con Polybond. En la Figura 3.22 se muestran los resultados de impacto Izod a compósitos de un tamaño de fibra de 150 micras donde se muestra un valor de 38.29 J/m para el PP puro. El compósito PP+Pb-5%_150m muestra el valor más bajo de resistencia al impacto con 35.42 J/m lo que significa que disminuye un 7.5 % comparado con el PP puro. Los compósitos PP+Pb-10%_150m y PP+Pb-15%_150m mantienen el valor de impacto comparado con el PP puro debido a que se encuentran en un valor del 2 % por debajo del PP

puro algo no significativo. Se observa una pequeña tendencia de incremento en la energía absorbida por el impacto entre los compósitos al incrementar la carga de refuerzo de candelilla el cual es debido a que las fibras cortas disipan la energía máxima por fricción mecánica(Ramaraj, 2007). En la Figura 3.23 se observan los valores de energía de impacto para los compósitos de FC/PP con un tamaño de fibra de 420 micras con Polybond. El valor de resistencia al impacto disminuye un 8% para el PP+Pb_5%_420m y un 13% para los compósitos de PP+Pb_10%_420m y PP+Pb_15%_420m comparado con el PP puro. Por lo tanto hay una ligera diferencia de un 8% entre los resultados de energía de impacto de los compósitos de diferente tamaño de fibra. Mostrando mejores resultados de impacto para los compósitos de FC/PP con un tamaño de fibra de 150 micras.

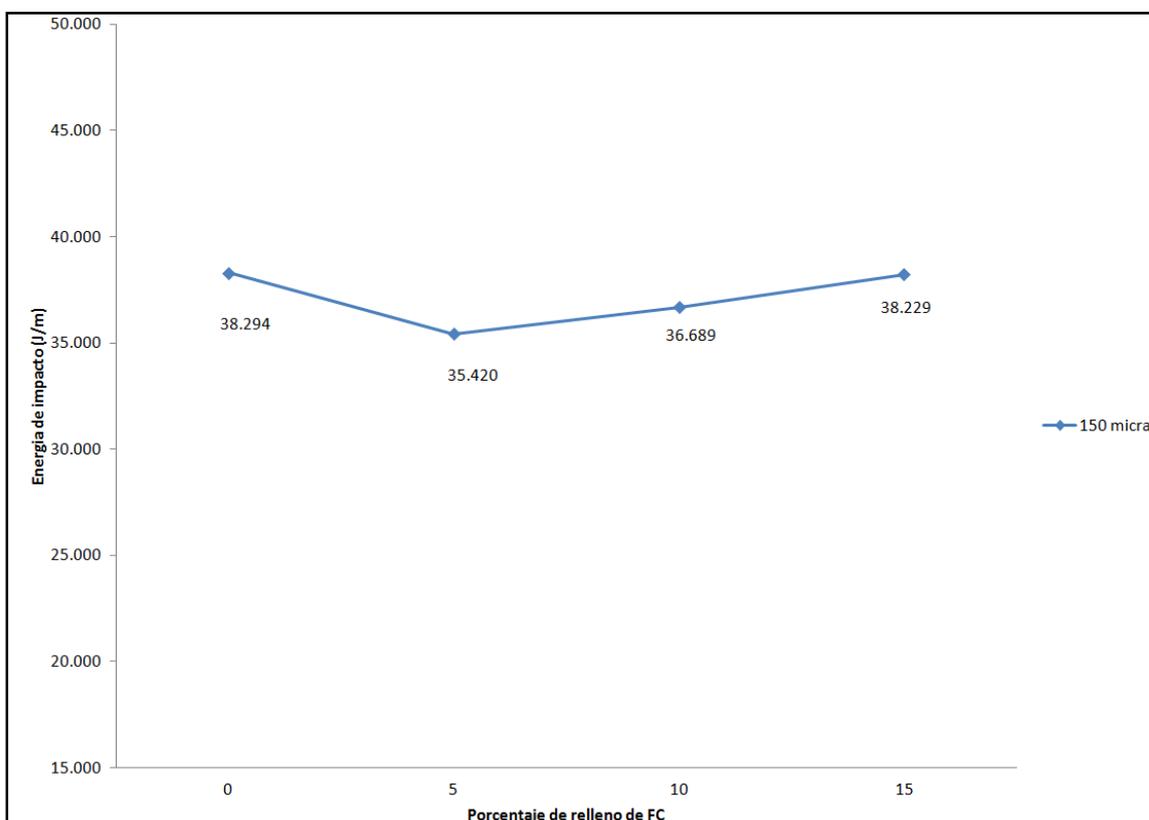


Figura 3. 22Resistencia al impacto por Izod en Joule/m de los compósitos de FC/PP a un tamaño de fibra de 150 micras

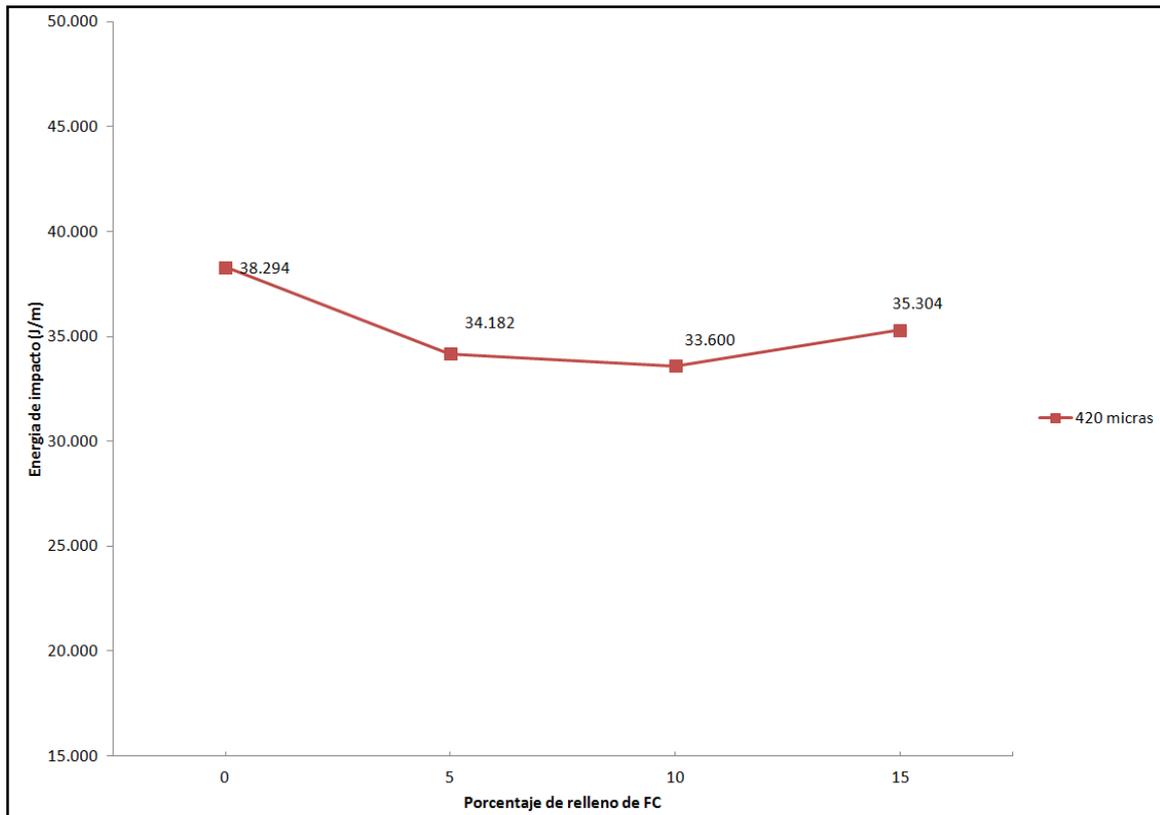


Figura 3.23 Resistencia al impacto por Izod en Joule/m de los compósitos de FC/PP a un tamaño de fibra de 420 micras

3.6.2 Pruebas de impacto para los compósitos de FC/PVC

Los compósitos de FC/PVC de tamaño de fibra de 150 y 420 micras fueron analizados con el impactómetro Gardner. En la Figura 3.24 se muestra la gráfica de los compósitos de un tamaño de partícula de 150 micras. El cual se observa una disminución de resistencia al impacto de los compósitos a comparación con el PVC puro del 36 % para el PVC-5%_150m y una disminución alrededor del 51% para los compósitos el PVC-10%_150m y el PVC-15%_150m. Esto se debe a la distribución de la fibra en la matriz de PVC durante el procesado al no tener un alimentador de fibra que se presentó de manera similar en los compósitos FC/PP obtenidos por extrusión. Además muchos autores (Ahmad, y otros, 2010) reportan que añadiendo modificadores de impacto acrílicos en los compósitos de PVC con cáscara de arroz mejoran los valores de resistencia al impacto hasta un 88 % comparado con el PVC puro.

También Djidjelli (Djidjelli, y otros, 2006) concluyeron que la implementación de un tratamiento maleico para modificar químicamente la fibra de sisal permite un mejoramiento en la compatibilidad de los compósitos de PVC/fibra de sisal así como mejores propiedades de impacto.

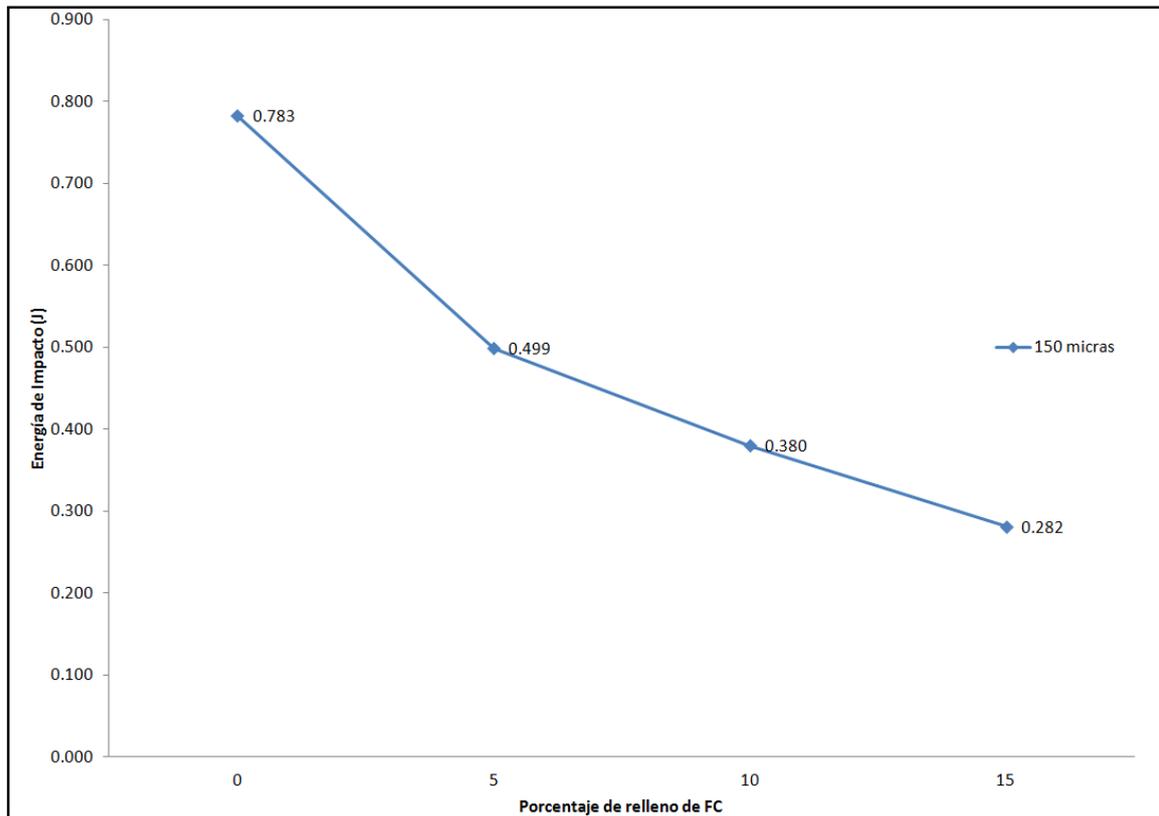


Figura 3.24 Resistencia al impacto por Gardner en Joule de los compósitos de FC/PVC a un tamaño de fibra de 150 micras

En la Figura 3.25 se muestra la gráfica de los compósitos de FC/PVC a un tamaño de partícula de 420 micras. El cual se observa una disminución de resistencia al impacto del 49 % en los compósitos de PVC-5%_420m y PVC-15%_420m, sin embargo para el compósito de PVC-10%_420m se presenta una disminución menor de 13 % comparado con el PVC puro. No hay una tendencia de valores de energía de impacto para los compósitos de PVC con fibra de candelilla de un tamaño de 420 micras, la disminución de energía con respecto al PVC es posiblemente a que no hay una uniformidad de tamaños de partícula. Además existe un efecto por el tamaño de fibra en los compósitos, mostrando mejores resultados los compósitos de un tamaño de fibra de 150 micras con una diferencia de un 67% entre ellos.

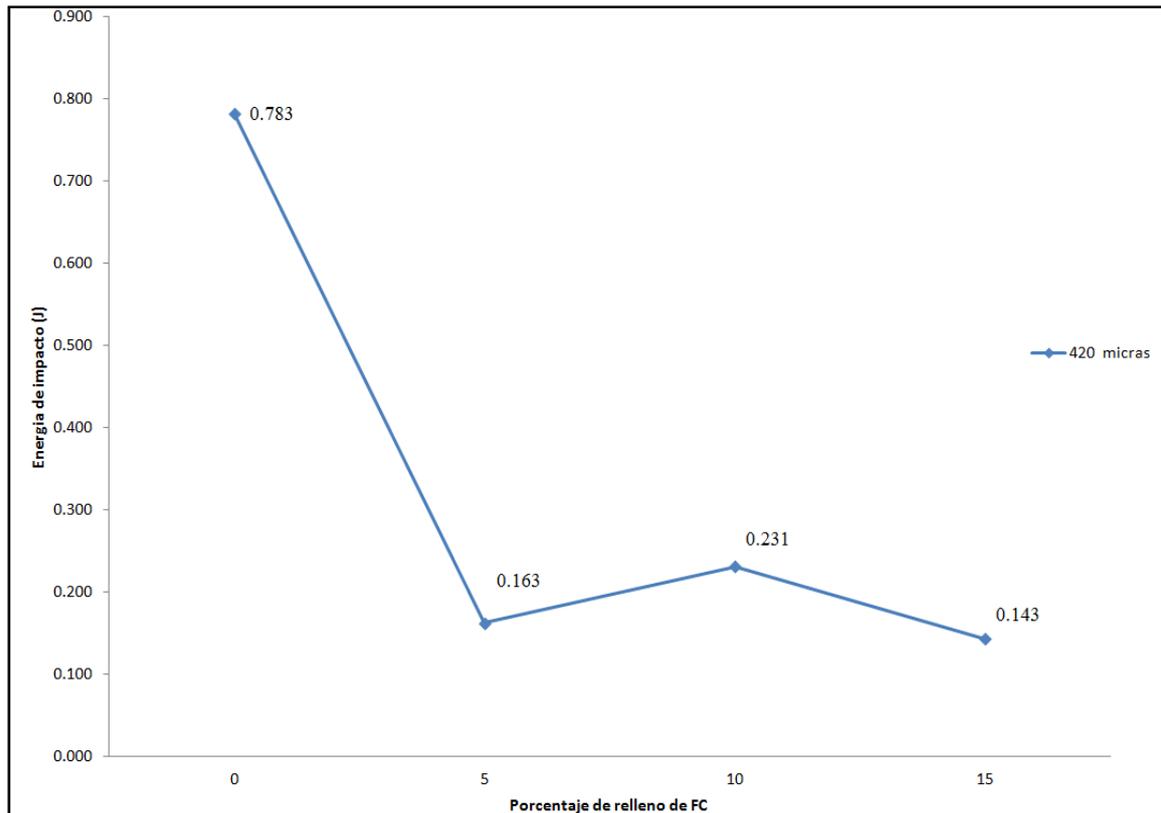


Figura 3.25 Resistencia al impacto por Gardner en Joule de los compósitos de FC/PVC a un tamaño de fibra de 420 micras

3.7. Pruebas tensiles

Se realizó pruebas de tracción a los compósitos de FC/PP con Polybond obtenidos por el método de moldeo por inyección, para investigar los efectos en las propiedades mecánicas con respecto a los porcentajes de carga de relleno de fibra de candelilla así como la influencia del tamaño de fibra en el compósito comparado con el PP puro. Se obtuvieron resultados del módulo de Young, porcentaje de deformación y esfuerzo por tensión en el punto de límite elástico. Se realizaron 5 ensayos por cada muestra a una velocidad de 50 mm/min con una celda de carga de 5kN como lo indica la norma ASTM D- 638.

3.7.1.-Resultados de módulo de Young

El módulo de Young es el grado de deformación de un material cuando se aplica una fuerza o un esfuerzo, un módulo alto, experimentará poca deformación y representa la rigidez del material (Askeland, 1998)

En la Figura 3.26 se muestra la gráfica de los valores de módulo de Young para los compósitos de los porcentajes de 5, 10 y 15 por de refuerzo de fibra de candelilla con un tamaño de partícula de 150 micras. Se mejoró significativamente el módulo de Young de los compósitos al incrementar la fibra de candelilla comparado con el PP puro. El máximo incremento se presenta en el compósitos de PP+Pb-15%_150m con un valor de 841.9 MPa lo que representa un 18 % de incremento comparado con el PP puro que tiene un módulo de Young de 711.9 Mpa. El módulo de Young es similar en los tres compósitos ya que no hay una diferencia significativa de valores entre ellos. Este incremento de los compósitos es atribuido al incremento en fracciones de volumen altos de las fibras en los compósitos plásticos.(Julson, 2004).

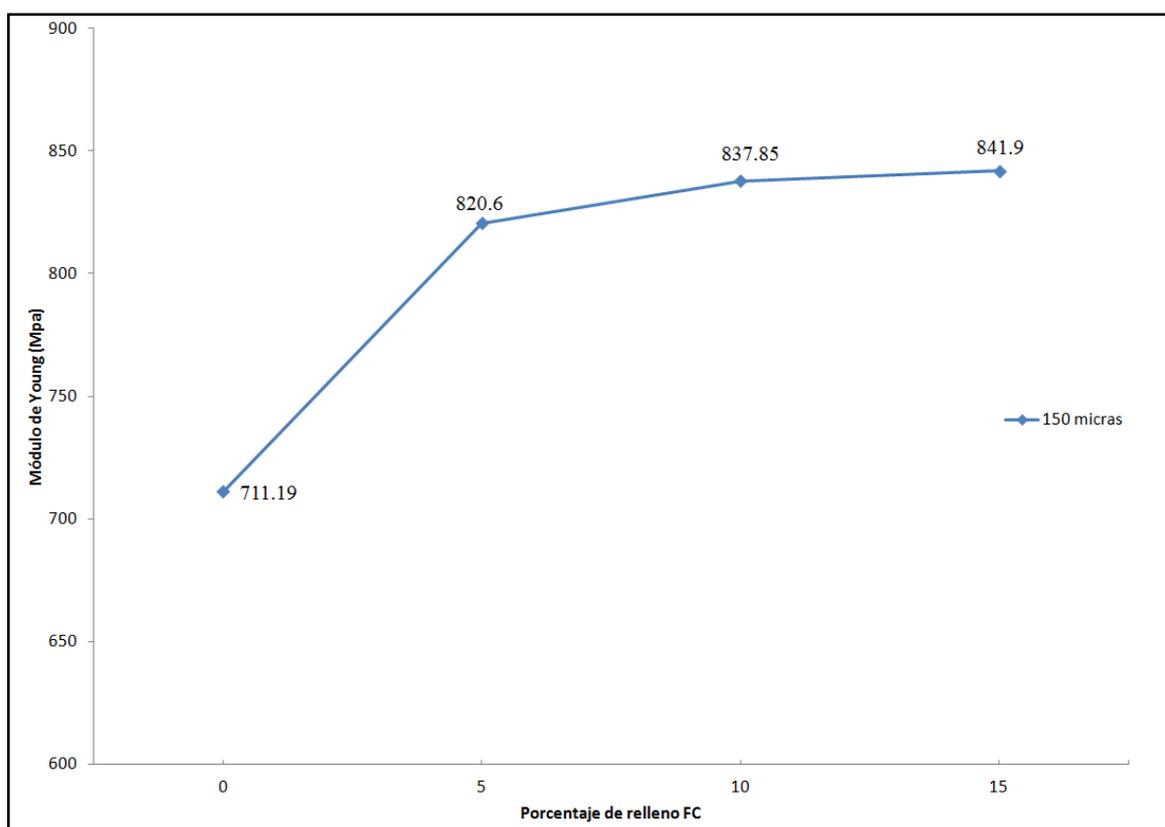


Figura 3.26 Módulo de Young de compósitos de FC/PP con Polybond a un tamaño de fibra de 150 micras.

En la Figura 3.27 se muestra el mismo análisis anterior pero con el cambio de tamaño de partícula de la fibra a 420 micras. El valor máximo de módulo de Young se observa en el compósito de PP+Pb-10%_420m con 870.17Mpa lo que representa un incremento del 22 %

comparado con el PP puro. No hay una diferencia significativa de valores de los módulos de Young entre los compósitos de PP+Pb-10%_420m y PP+Pb-15%_420m. Sin embargo, el compósito de PP+Pb-5%_420m tiene un valor de 821.73 Mpa lo que significa una disminución del 10 % comparado con el PP+Pb-10%_420m de 873.72 MPa. Para los compósitos de un tamaño de fibra de 420 micras muestran un incremento del 22 % proporcionando rigidez al PP. Los compósitos de un tamaño de fibra de 150 micras muestran incrementos del 18 % comparado con el PP. No hay una diferencia significativa entre los compósitos de diferente tamaño de fibra en los resultados de Módulo de Young. Todos los compósitos representan un marcado incremento del módulo de Young comparado con el PP puro. Muchos autores reportan incrementos en el módulo de Young como (Haque, y otros, 2012) reportaron incrementos de 10% a 60% en los módulos de Young al incrementar el porcentaje de fibra de coco en los compósitos así como también (Chattopadhyay, y otros, 2010) reportaron incrementos marcados de los módulos al incrementar el porcentaje de relleno de la fibra de plátano en los compósitos de PP con y sin compatibilizante. El módulo de Young es fuertemente afectado por las características del relleno de la fibra y menos afectado por la adhesión interfacial fibra-matriz.

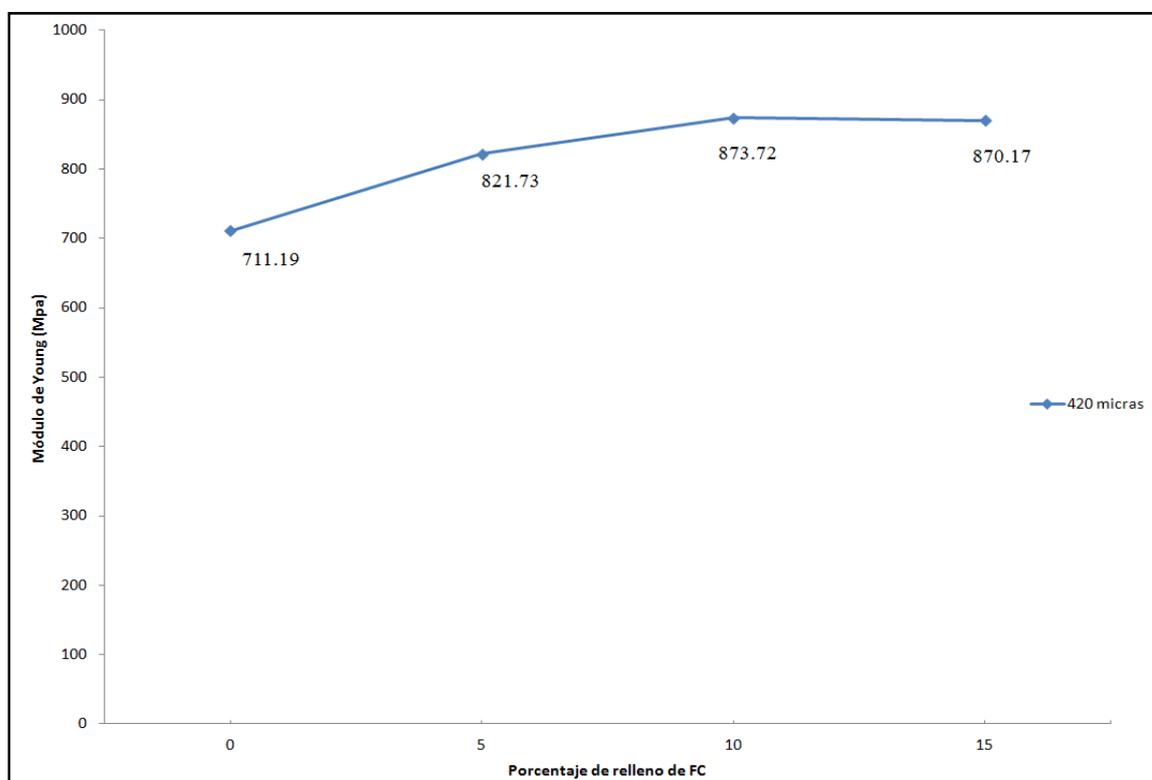


Figura 3. 27Módulo de Young de compósitos de FC/PP con Polybond a un tamaño de fibra de 420 micras

3.7.2. Resultados de esfuerzo tensil en el punto de cedencia

El esfuerzo es la resistencia ofrecida por un material cuando es sometido a cargas externas. Por lo tanto, entre más fuerte sea el material mayor es la carga que soporta.

Se obtuvieron los valores de esfuerzo tensil. En la gráfica 3.28 se muestra los valores de esfuerzo máximo de los compósitos a las diferentes concentraciones de refuerzo de fibra de candelilla y un tamaño de fibra de 150 micras. Se mejoró la resistencia del PP puro hasta un 10%. No hay una influencia significativa en los resultados por el porcentaje de incremento de fibra de candelilla en los compósitos.

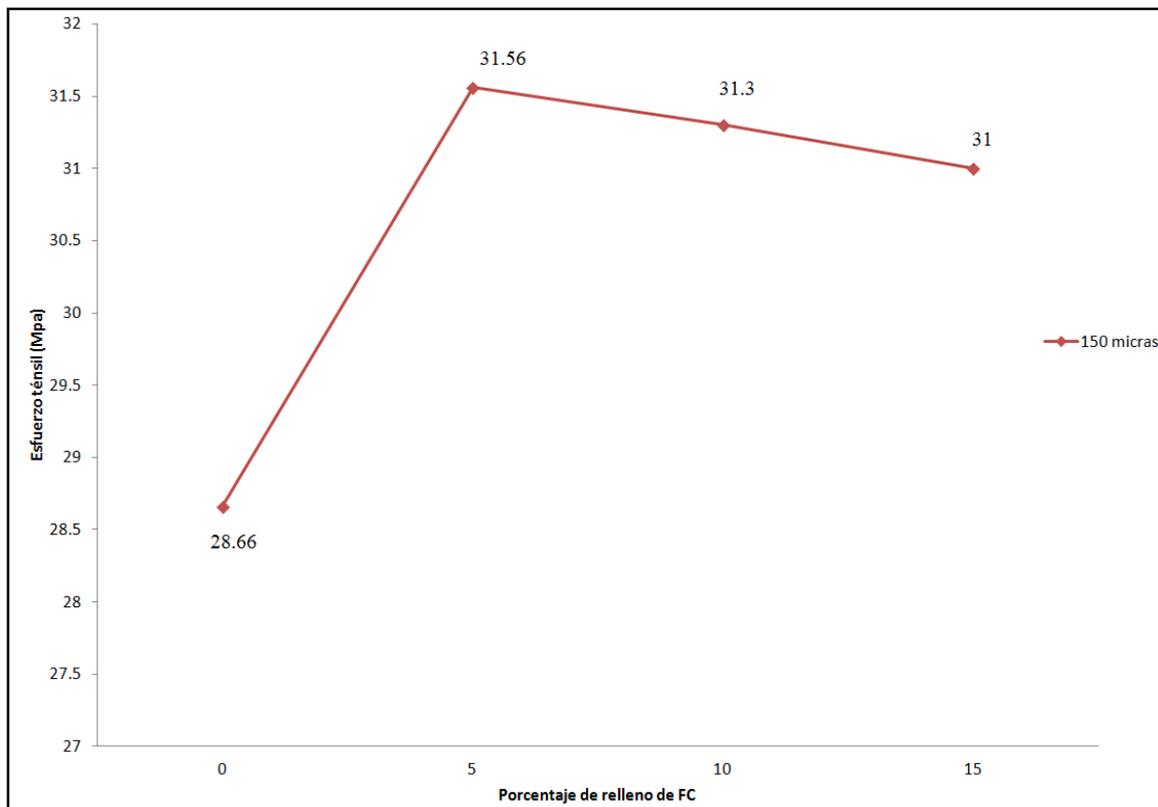


Figura 3.28 Esfuerzo tensil de los compósitos de FC/PP con Polybond a un tamaño de fibra de 150 micras

En la Figura 3.29 se muestra resultados de esfuerzo tensil de los compósitos a diferentes porcentajes de relleno de fibra a un tamaño de 420 micras. Se observa un incremento del 12% de esfuerzo por tensión de los compósitos comparado con el PP puro. No hay una tendencia marcada en los valores de esfuerzo tensil con el incremento de porcentaje de relleno de la fibra de candelilla ni con el tamaño de fibra. Esto puede ser debido a un

efectofavorable de entrelazamiento equilibrado de la cadena del polímero con la fibra y oponiéndose a una débil interacción interfacial entre fibra – matriz con el incremento de la fibra en el compuesto (Haque, y otros, 2012).

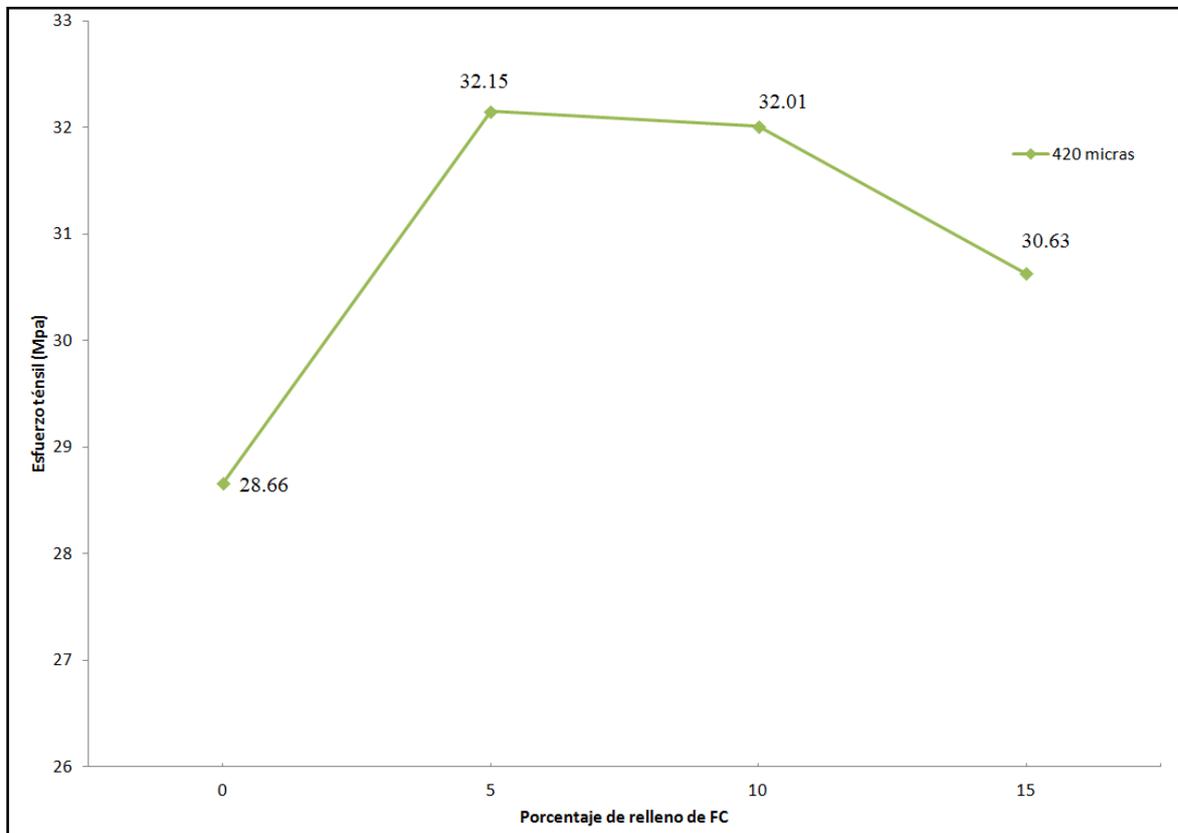


Figura 3.29 Esfuerzo tensil de los compósitos de FC/PP con Polybond a un tamaño de fibra de 420 micras

3.7.3. Resultados de la deformación tensil en el punto de cedencia

Para un componente sometido a una fuerza no axial, el esfuerzo σ en el material es la fuerza aplicada (tensión o compresión) dividida por el área de la sección transversal original. La deformación de ingeniería ϵ , en el material es la extensión o (reducción de la longitud) dividida por la longitud original. En un material perfectamente elástico que sigue la ley de Hooke el esfuerzo σ es directamente proporcional a la deformación ϵ .

En la Figura 3.30 se muestra los resultados del porcentaje de deformación tensil en el punto de cedencia de los compósitos a diferentes porcentajes de relleno de fibra de candelilla a un tamaño de 150 micras con Polybond. El porcentaje de deformación tensil en el punto de

cedencia de PP es de 18.48 %. No hay una diferencia significativa en los resultados para los compósitos PP+Pb-5%_150m y PP+Pb-10%_150m comparado con el PP, sin embargo para el compósito de PP+Pb-15%_150m hay una disminución de deformación tensil de un 13% comparado con el PP.

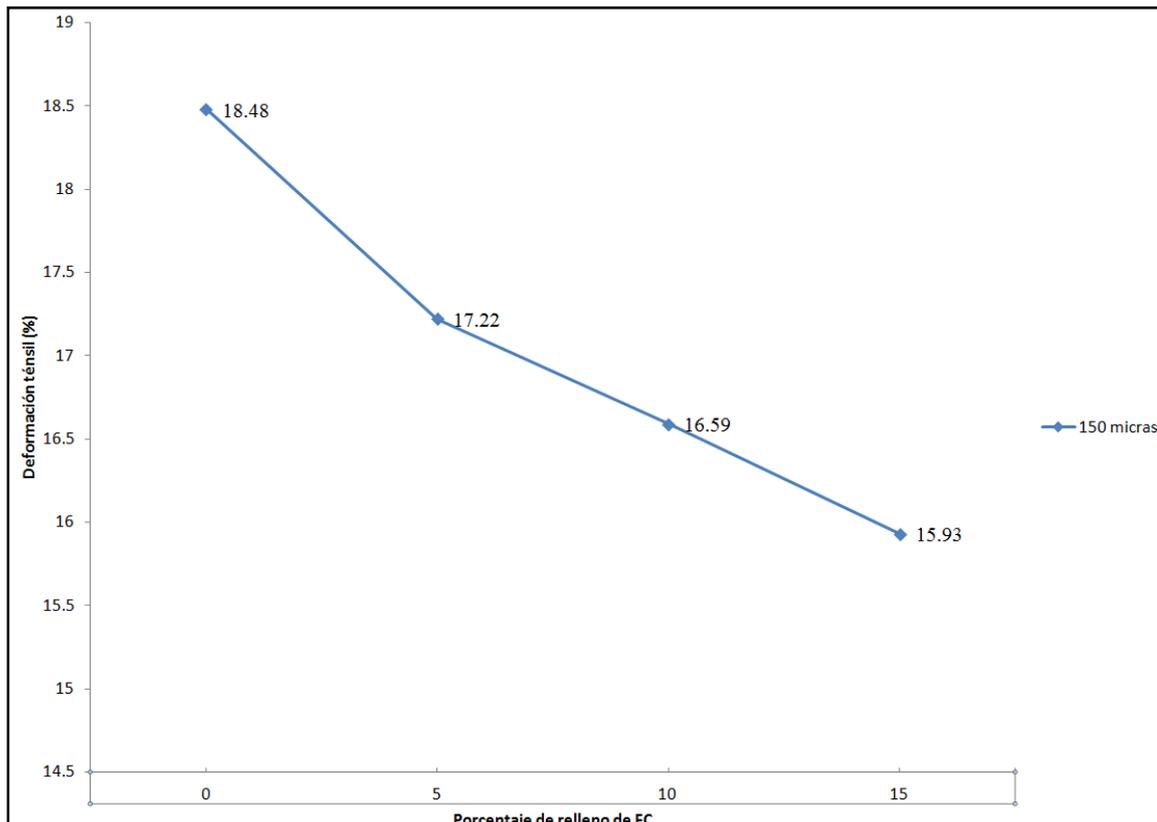


Figura 3.30 Porcentaje deformación tensil de los compósitos de FC/PP con un tamaño de fibra de 150 micras

En la Figura 3.31 se muestra el porcentaje de deformación de los compósitos a diferentes porcentajes de relleno de fibra de candelilla de un tamaño de partícula de 420 micras con Polybond. Los compósitos PP+Pb-5%_420m y PP+Pb-10%_420m tienen el mismo porcentaje deformación tensil ya que no hay una diferencia significativa con el PP. Sin embargo, para el PP+Pb-15%_420m hay una disminución de porcentaje deformación tensil de un 14% comparado con el PP.

No hay una diferencia significativa en los resultados de porcentaje deformación tensil en los compósitos en función del tamaño de fibra ya que mantuvieron los mismos resultados

en comparación con el PP. Sin embargo, para compósitos de porcentaje de relleno de 15% mostraron una disminución significativa de un 14% con respecto a la matriz lo que significa que el incremento de porcentaje de relleno influye en la deformación tensil. Esto es debido al área específica de la fibra en la matriz polimérica tiende a desorganizar el libre movimiento normal de las cadenas del polímero(Khalina, y otros, 2011).

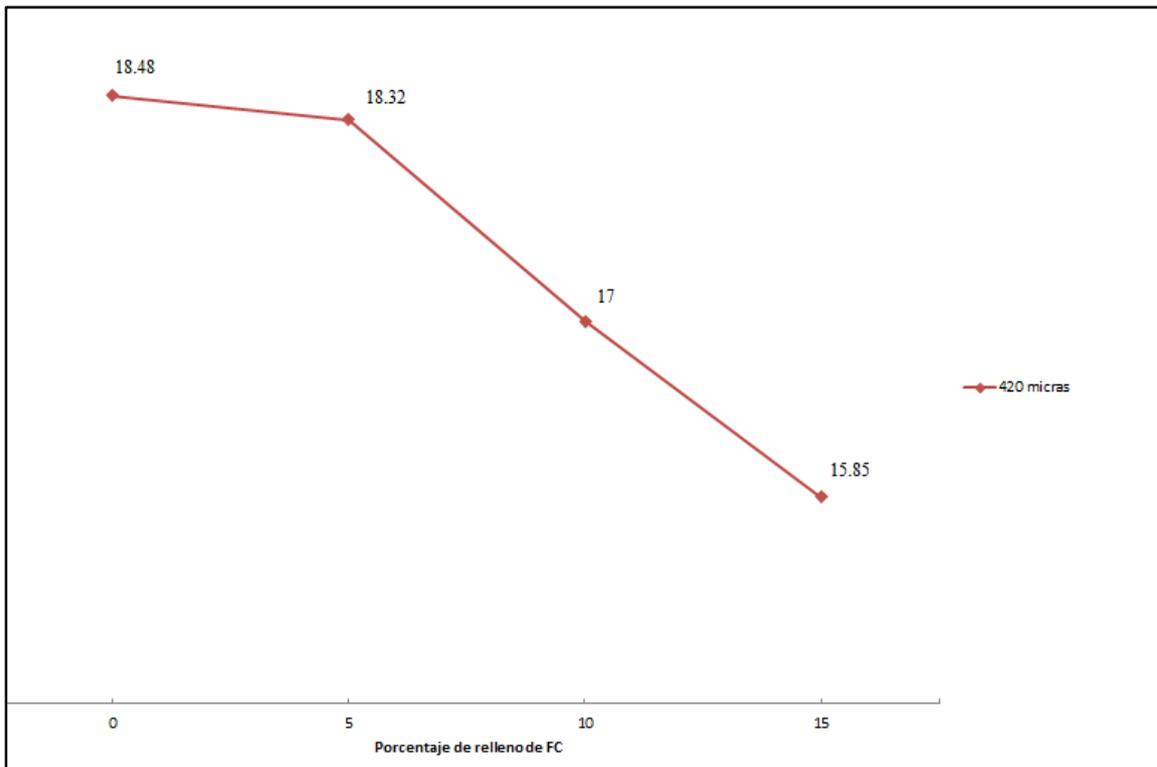


Figura 3.31 Gráfica de los valores de deformación por tensión de los compósitos de FC/PP con Polybond a un tamaño de fibra de 420 micras

3.7.4. Resultados de esfuerzo tensil y deformación tensil a la rotura

Es notorio que los compósitos mantienen la propiedad mecánica de esfuerzo tensil a la rotura (Figura 3.32) comparado con el PP. Autores como (Ramaraj, 2007) reportaron una disminución de un 15% de esta propiedad mecánica para los compósitos de PP con fibra de bagazo de caña sin compatibilizante al incrementar el porcentaje de relleno de bagazo de caña, lo atribuyen que el incremento de porcentaje de relleno de fibra incrementa el área interfacial empeorando el enlace interfacial ente la fibra y la matriz polimérica. Por otro lado (Chattopadhyay, y otros, 2010) mantuvo el esfuerzo tensil a la rotura de los compósitos de PP con fibra de plátano con el agente de acoplamiento (MAPP) a un 5% de carga atribuyéndolo a

que el MAPP mejoró el enlace interfacial entre la matriz y la fibra. M.M Haque(Haque, y otros, 2012) incrementó la resistencia a la rotura un 12% a un porcentaje de relleno de 5% de fibra de coco en compósitos de polipropileno con un tratamiento químico en la fibra de coco, sin embargo al incrementar el porcentaje de relleno de fibra la resistencia disminuía gradualmente en comparación del PP puro. Se observa un ligero incremento de esfuerzo tensil haciendo la comparación entre los compósitos con diferente tamaño de fibra de candelilla favoreciendo para compósitos de un tamaño de 420 micras. Sin embargo existe una tendencia positiva en los compósitos de un tamaño de 150 micras al aumentar el porcentaje de relleno de fibra aumenta el esfuerzo tensil a la rotura y en compósitos de 420 micras mantienen constante resultados al incrementar el porcentaje de relleno de fibra. Se puede deber a la no uniformidad de tamaños de la fibra presentes en la fibra de 420 micras lo que provoca un ligero incremento en el esfuerzo tensil mayor que la de los compósitos de un tamaño de fibra de 150 micras. Sin embargo aumenta el área específica de la fibra en la matriz lo que también aumenta el cambio de orientación de la fibra disminuyendo el enlace interfacial entre ellos(Khalina, y otros, 2011).

Los resultados de deformación tensil a la rotura presentan una disminución significativa con respecto al PP (Figura 3.33). Los compósitos disminuyen gradualmente al aumentar el porcentaje de relleno de fibra. Se disminuye hasta un 85 % y 58% para compósitos de un tamaño de 420 micras y 150 micras respectivamente. B. Ramaraj (Ramaraj, 2007) reporto mismos porcentajes de disminución de deformación tensil a la rotura sin embargo, no mejoró la propiedad de esfuerzo tensil concluyendo que no mejoró la interacción interfacial entre la fibra y matriz. La razón por la cual las matrices reforzadas presentan menor desplazamiento que los termoplásticos sin reforzar puede atribuirse a la presencia de la fibra dentro de la matriz ya que 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 otros, 1998). La deformación a la rotura es más significativamente marcado en los compósitos de un tamaño de 420 micras que en los de un tamaño de 150 micras lo que provocan mayores dislocaciones en la matriz impidiendo el libre desplazamiento.

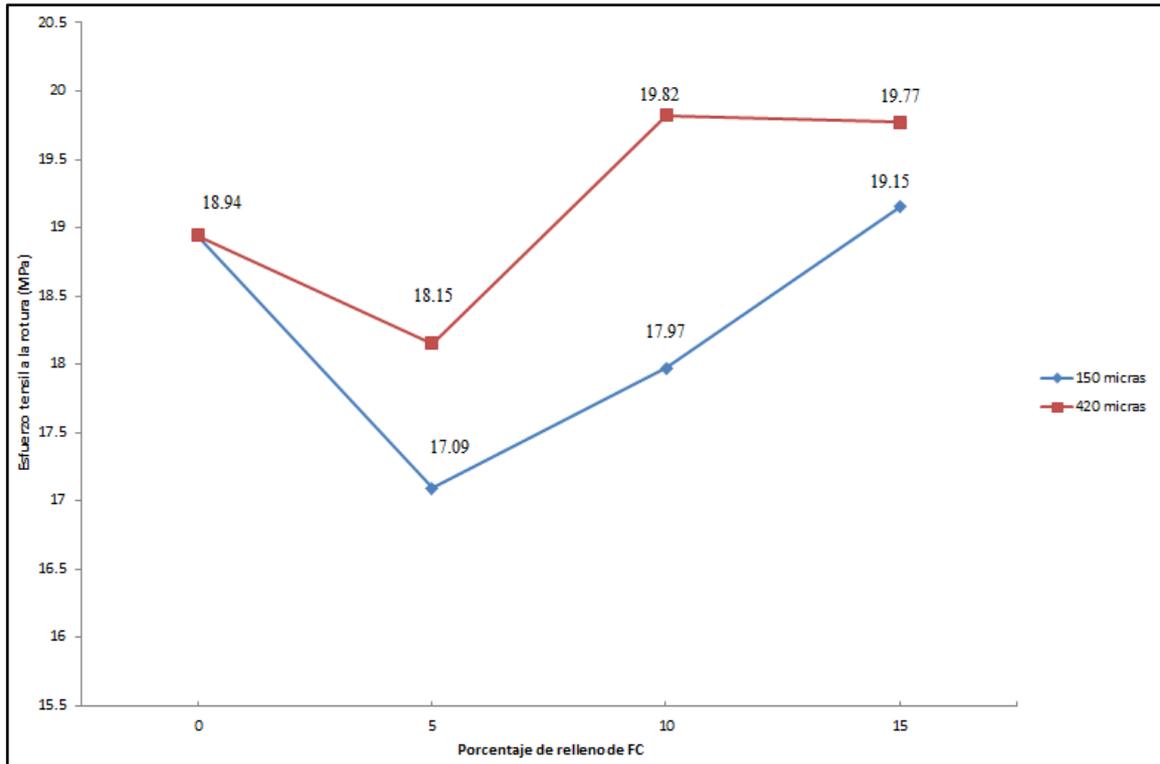


Figura 3.32 Esfuerzo tensil a la rotura de los compósitos de FC/PP

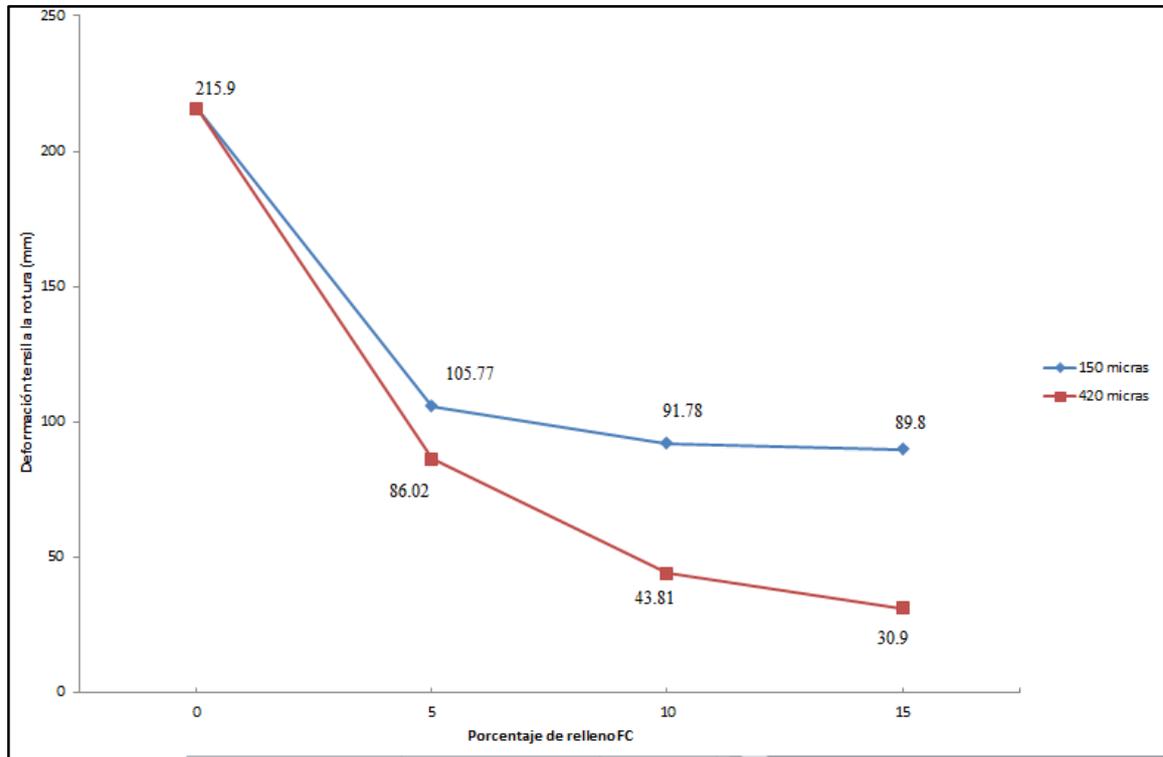


Figura 3.33 Deformación tensil a la rotura de los compósitos de FC/PP

3.8. Modelos para la formación de interfaces entre la matriz polimérica y fibra de candelilla

Se representa en forma general como interaccionan los enlaces de los compósitos (Figura 3.34) de FC/PP con el agente de acoplamiento. Esto se debe a una esterificación entre los grupos hidroxilo de la celulosa de la fibra de candelilla y la parte anhidrida del MAPP mientras que la parte no polar del MAPP interacciona con la matriz polimérica de polipropileno el cual causa una reducción en la tensión interfacial y un incremento en la adhesión interfacial entre el PP y la fibra de candelilla(Tomlal, y otros, 2009).

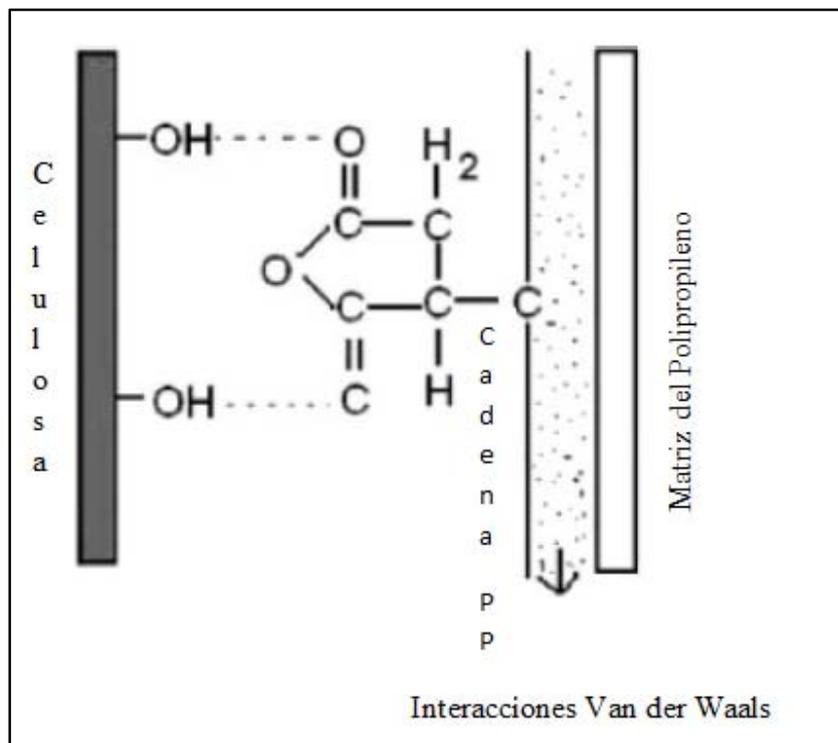


Figura 3. 34 Modelo para la formación de interface entre MAPP y los grupos hidroxilos de la celulosa presentes en la naturaleza de la fibra

También se representa en formal general la interacción interfacial de la celulosa de la fibra de candelilla con la matriz polimérica del PVC (Figura 3.35) propuesta por Ahmad Mazatusziha (Ahmad, y otros, 2010) donde reportó la interacción interfacial entre la cáscara de arroz y el PVC. La interacción se lleva a cabo entre los enlaces del hidrógeno de la matriz

polimérica y el oxígeno de la parte de la celulosa debido a que el cloro es muy electronegativo que provoca que el hidrógeno de la matriz polimérica presente una ligera carga positiva por lo tanto atraiga al oxígeno de la celulosa y presente una interacción interfacial entre fibra y matriz polimérica.

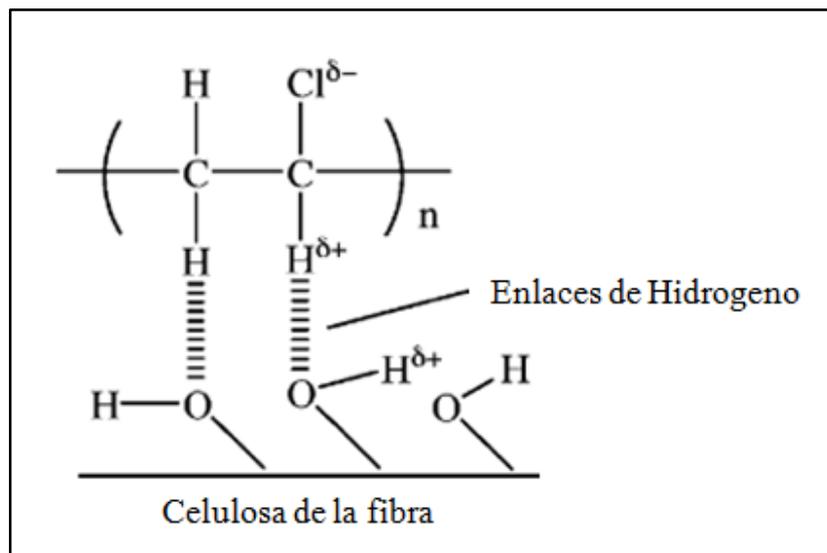


Figura 3.35 Modelo para la formación de interface entre el PVC y los grupos hidroxilos de la celulosa presentes en la naturaleza de la fibra

Conclusiones

El residuo de fibra de candelilla puede ser usado como relleno reforzante en las matrices poliméricas de PP y PVC para formar compósitos el cual reducirá costos y dando beneficios ambientales. El estudio presentado en este informe es el primer antecedente de investigación de la fibra de candelilla en el área de compósitos biodegradables con matrices poliméricas. Las futuras investigaciones se enfocarán en otras áreas de concentración como el mejoramiento en las propiedades de los compósitos por la optimización de muchos parámetros tales como el tamaño de fibra, la orientación de la fibra, agentes de acoplamiento apropiados, modificación química de las matrices poliméricas o fibras y la incorporación de otras matrices poliméricas. A continuación se presentan las conclusiones de los compósitos de PVC y PP respectivamente.

Compósitos de polipropileno con relleno de fibra de candelilla.

Las propiedades mecánica dinámicas y reológicas de la fibra de candelilla como reforzante en termoplásticos de PP a diferentes porcentajes de relleno de carga, tamaño de fibra, con y sin agente de acoplamiento fueron las propiedades investigadas.

Los resultados de análisis gravimétrico mostraron los porcentajes de composición de celulosa, hemicelulosa, lignina y cera de la fibra de candelilla. El porcentaje de celulosa está dentro del rango de composición comparada con otras fibras naturales de residuo como el bagazo de caña de azúcar. El porcentaje de composición de cera es no significativo para afectar en las caracterizaciones del compósito.

Los resultados de distribución de tamaño de fibra mostraron unano uniformidad signficante en los tamaños de fibra de 420 μm teniendo tamaños desde 350 a 750 micras afectando en la compatibilidad de la fibra con la matriz polimérica. Las distribución del tamaño de 150 μm mostró mejor uniformidad al tener partículas de 100 a 190 μm .

Los resultados de reología presentaron altas viscosidades para los compósitos de un tamaño de 420 μm a un porcentaje de refuerzo de 10 y 15 pcr comparados con los otros compósitos, esto significa que no hay una buena distribución de la fibra en el compósito ya que al aumentar el porcentaje de refuerzo y el tamaño de la fibra, aumenta el área específica de

la fibra así como el esfuerzo cortante provocando una disminución en la interacción interfacial entre la fibra- matriz.

El efecto del agente de acoplamiento Polybond en los compósitos se mostró en los resultados de análisis dinámico mecánico (DMA). El incremento del módulo de almacenamiento, así como la disminución de energía en el factor de pérdida mostraron que al añadir el Polybond 3002 mejora la interacción interfacial entre la fibra de candelilla y el polipropileno. Sin embargo para los compósitos con un porcentaje de 10 y 15 por de un tamaño de fibra de 420 μm no muestra incrementos en el módulo de almacenamiento y para un porcentaje de 10 por del mismo tamaño de fibra tiene el pico tan δ más alto que el del PP puro lo que significa que no presenta una buena interacción interfacial entre la fibra y la matriz polimérica.

Se realizaron las pruebas de impacto de tipo Gardner e Izod para los compósitos procesados por extrusión y moldeo por inyección respectivamente. Los resultados de resistencia al impacto para compósitos procesados por extrusión no fueron favorables al disminuir hasta un 41% la resistencia comparado con el PP. Por este método de procesado no se mejoró la interacción interfacial entre la fibra y matriz debido a posibles causas como la relación de alimentación fibra – PP no fue la adecuada debido a no contar con un alimentador de fibra causando una mala distribución de la fibra en el compósito. Por otro lado resultados de resistencia de impacto por el método de moldeo por inyección la mayoría de los compósitos mantuvieron la energía absorbida antes de la fractura comparada con el PP excepto los compósitos de un tamaño de fibra de 420 micras a un porcentaje de relleno de 10 y 15 por al presentar una disminución del 12% de resistencia de impacto comparado con el PP.

El módulo de Young, la resistencia tensil y deformación tensil en el punto de cedencia y a la rotura fueron evaluadas en las pruebas tensiles a los compósitos con compatibilizante. El módulo de Young se incrementó un 18% y 22% en los compósitos de un tamaño de fibra de 150 y 420 micras respectivamente lo que significa que la fibra le proporciona mayor rigidez al compósito en comparación de PP puro. La resistencia tensil en el punto de cedencia (resistencia máxima soportada por el material) se incrementó 10% y 12% en los compósitos de un tamaño de fibra de 150 y 420 micras respectivamente en comparación con el PP lo que significa que los compósitos tienen mayor resistencia bajo cargas extremas que el PP. La

mayoría de los compósitos mantuvieron la deformación tensil en el punto de cedencia en comparación con el PP, esto significa que los compósitos mantienen la longitud de elongación donde se presenta el esfuerzo máximo igual que el PP excepto los compósitos de un porcentaje de relleno de 15 pcr en los dos tamaños de fibra que mostraron una disminución de un 14% la deformación comparado con el PP puro. Por último se evaluó la resistencia y deformación tensil a la rotura los compósitos. Los compósitos mantienen la resistencia tensil a la rotura comparado con el compósito lo que significa que hay una buena interacción interfacial entre fibra y matriz. Sin embargo la deformación tensil a la rotura disminuyo significativamente hasta 58% y 85% para compósitos de tamaños de fibra 150 micras y 420 micras respectivamente en comparación de la matriz del PP lo que significa que la fibra disminuye la elongación a la rotura el cual muchos autores reportan resultados similares en esta propiedad.

En base a todos los resultados, los compósitos de un tamaño de 150 micras a porcentajes de relleno de fibra 5 y 10 pcr en peso además del compósito de un tamaño de fibra de 420 micras aun porcentaje de 5 pcr procesados por el método de moldeo por inyección presentaron los mejores resultados en las propiedades reológicas, dinámicas y mecánicas. Los compósitos de un tamaño de fibra de 420 micras y porcentajes de relleno de 10 y 15 pcr si mantienen algunas propiedades como mecánicas excepto la resistencia al impacto y la deformación tensil en el punto de cedencia debido a presentar débiles interacciones fibra-matriz las cuales se observan en las pruebas de reometría y DMA. Se puede resaltar también que es posible incrementar la fibra de candelilla en la matriz de PP al no observar disminuciones significativas en las propiedades mecánicas lo que significa que no hay aglomeraciones de fibra aún que disminuyan o empeoren la interacción interfacial entre la fibra – matriz.

Se concluye en este estudio que se puede añadir fibra de candelilla para formar compósitos con el PP para satisfacer las demandas de servicio y uso del PP.

Compósitos de PVC con relleno de fibra de candelilla.

Las propiedades mecánicas, dinámicas y reológicas de la fibra de candelilla como reforzante en termoplásticos de PVC a diferentes porcentajes de relleno de carga, tamaño de fibra, fueron las propiedades investigadas.

Los resultados de reología presentaron altas viscosidades para los compósitos de porcentajes de refuerzo de fibra a 15 pcr comparados con los otros compósitos, esto significa que no hay una buena distribución de la fibra en este compósito ya que al aumentar el porcentaje de refuerzo y el tamaño de la fibra aumenta el área específica de la fibra así como el esfuerzo cortante provocando una disminución en la interacción interfacial entre la fibra-matriz.

En los resultados de DMA presentaron un incremento en el módulo de almacenamiento de un 30% para el compósito de un tamaño de fibra de 420 micras y un porcentaje de relleno de 5 pcr en peso en comparación con el PVC lo que presenta una interacción interfacial entre la fibra y matriz de PVC, en el resto de los compósitos mantienen el módulo de almacenamiento en comparación con el PVC. Por otro lado los compósitos presentaron una ligera disminución en el pico de $\tan \delta$ comparado con el PVC este parámetro mostró una posible interacción entre la fibra de candelilla y PVC.

Los resultados de resistencia al impacto no fueron favorables para los compósitos de PVC con fibra de candelilla al disminuir la resistencia significativamente hasta un 64% al incrementar el porcentaje de fibra de candelilla para un tamaño de fibra de 150 micras en comparación con el PVC puro. Para compósitos de un tamaño de fibra de 420 micras disminuye la resistencia un 61% pero no se presentó una linealidad en los resultados de resistencia al impacto con el incremento de porcentaje de fibra debido a una no uniformidad de tamaños de partícula afectando seriamente en la distribución de la fibra en el compósito.

En base a los resultados anteriores los compósitos presentan una interacción interfacial entre la fibra y el PVC sin embargo no es suficiente para mantener la resistencia al impacto.

Finalmente se concluye que se pueden procesar compósitos de PVC con fibra de candelilla pero se tendrá que mejorar la interacción interfacial, la distribución de la fibra y el método de procesado para tener buenas propiedades mecánicas.

Recomendaciones

A continuación se da una lista de recomendaciones para mejorar las propiedades de los compósitos.

- Aumentar el porcentaje en peso de carga del agente de acoplamiento a un 10 pcr para observar la influencia en la interacción interfacial fibra – matriz
- Emplear tamices con números de malla de 40, 60, 80 y 100 para separar efectivamente los tamaños de fibra y aumentar su uniformidad.
- Realizar un estudio para el efecto que produce un tamaño de fibra 250 micras en los compósitos.
- Realizar un tratamiento químico a la fibra de candelilla o añadir adecuados agentes de acoplamiento para mejorar la interacción interfacial fibra – matriz de compósitos de FC/PVC
- Realizar compósitos con mayor cantidad de refuerzo de fibra de candelilla de 20 y 30 pcr en peso.
- Realizar procesado de compósitos en el extrusor de doble usillo para que exista una mejor homogenización entre la fibra y la matriz polimérica.

Anexo

A.1. Propiedades típicas del PP pro-fax 6523 de la hoja de especificación.

Tabla A 1 Propiedades típicas del polipropileno pro-fax 6523

Físicas	Método	Valor	Unidad
Densidad- gravedad específica	ASTM D792	0.9	g/cm ³
Índice de fluidez(230 °C/2.16 Kg)	ASTM D 1238	4.0	g/10min
Mecánicas			
Resistencia tensil en el punto de cedencia (50mm/min)	ASTM D 638	33.8	MPa
Deformación tensil en el punto de cedencia	ASTM D 638	12	%
Impacto			
Impacto Izod con muesca	ASTM D 256	43	J/m
Dureza			
Dureza Rockwell	ASTM D 785	86	

Bibliografía

Ahmad M., Rahmat A.R. y Hassan A. Mechanical Properties Of Unplasticised PVC (PVC-U) Containing Rice Husk and an Impact Modifier [Publicación periódica]// Polymers & Polymer Composites. - [s.l.] : Smithers Rapra Technology, 2010. - 9 : Vol. 18. - págs. 527-536.

Amash A. y Zugenmaier P. Study on cellulose and xylan filled polypropylene composites [Publicación periódica] // Journal Polym Bull. - [s.l.] : Springer, 1998. - Vol. 40. - págs. 251-258.

Amash A. y Zugenmaier P. Thermal and dynamic mechanical investigations on fiber-reinforced polypropylene composites [Publicación periódica]// Journal Applied polymer science. - [s.l.] : John Wiley & Sons, Inc, 1997. - Vol. 63. - págs. 1143-1154.

Anderson J.C., Leaver K.D. y Rawlings R.D. Ciencia de los materiales [Libro]. - [s.l.] : Limusa, 1998.

Askeland D.R. Ciencia e Ingeniería de los materiales [Libro]. - [s.l.] : Thompson, 1998.

ASTM International D 256-10 Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics [Sección de libro]. - 2010. - Vol. 8.

ASTM International D 4440-8 Standard Test Method for Plastics: Dynamic Mechanical Properties Melt Rheology [Sección de libro]. - 2010. - Vol. 8.

ASTM International D 5420-10 Standard Test Method for Impact Resistance of Flat, Rigid Plastic Specimen by Means of a Striker Impacted by a Falling Weight (Gardner Impact) [Sección de libro]. - 2010. - Vol. 8.

ASTM International D 638 Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics [Sección de libro]. - 2010. - Vol. 8.

ASTM International D 7028-7 Standard Test Method for Glass Transition Temperature (DMA T_g) of Polymer Matrix Composites by Dynamic Mechanical Analysis (DMA) [Sección de libro]. - 2010. - Vol. 15.

Bolton A.J. Natural fibers for plastic reinforcement [Publicación periódica]// Mat Tech. - 1994. - 1/2 : Vol. 9. - págs. 12-20.

Canales Gutiérrez E., Canales Martínez V. y Zamarrón Rodríguez E. M. Candelilla, del desierto mexicano hacia el mundo [Publicación periódica]. - [s.l.] : Biodiversitas, Noviembre de 2006. - 1 : Vol. 69. - págs. 1-5.

Cervantes Amieva E.J. Preparación de compósitos a partir de poliolefinas recicladas(PP) y raquis obtenido a partir de la pluma de pollo [Informe] : Tesis para el grado de maestro en ciencias / División de estudios de posgrado e investigación ; Instituto Tecnológico de Ciudad Madero. - Madero : [s.n.], 2010.

Chattopadhyay S.K., Khandal R.K. y Uppaluri R. Mechanical, Thermal, and Morphological Properties of Maleic Anhydride-g-Polypropylene Compatibilized and Chemically Modified Banana-Fiber-Reinforced Polypropylene Composites [Publicación periódica] // Journal of Applied Polymer Science. - [s.l.] : Wiley Periodicals, Inc, 2010. - Vol. 117. - págs. 1731-1740.

Djidjelli H. [y otros] Preparation and Characterization of Poly(vinyl chloride)/Virgin and Treated Sisal Fiber Composites [Publicación periódica] // Journal of Applied Polymer Science. - [s.l.] : Wiley Periodicals, Inc., 2006. - Vol. 103. - págs. 3630-3636.

Dominguez Dominguez M.M., Granados Baeza M. y Hernandez Campos F.J. Estudio de la influencia de las variables del proceso en el pretratamiento del bagazo de caña con ácido fosfórico [Conferencia] // XXXII Encuentro Nacional y 1º Congreso Internacional AMIDIQ. - Riviera Maya : [s.n.], 2011. - págs. 1147-1154.

Feliz J.M. y Gatenholm P. The nature of adhesion in composites of modified cellulose fibers and polypropylene [Publicación periódica] // Journal of Applied Polymer Science. - [s.l.] : John Wiley & Sons, Inc, 1991. - 3 : Vol. 42. - págs. 609-620.

Fengel D. y Wegener G. Wood: Chemistry, ultrastructure, reactions [Libro]. - Berlin : Walter de Gruyter, 1984.

Haque M.M., Islam M.S. y Islam M.N. Preparation and characterization of polypropylene composites reinforced with chemically treated coir [Publicación periódica] // J. Polym Res. - [s.l.] : Springer Science+Business Media B.V, 2012. - Vol. 19:9847.

Hristov V. y Vasileva S. Dynamic Mechanical and Thermal Properties of Modified Poly(propylene) Wood Fiber Composites [Publicación periódica] // Journal Macromolecular Materials and Engineering. - [s.l.] : WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003. - Vol. 288. - págs. 799-806.

Hujuri U., Chattopadhyay S.K. y Uppaluri R. Effect of maleic anhydride grafted polypropylene on the mechanical and morphological properties of chemically modified short-pineapple-leaf-fiber-reinforced polypropylene composites [Publicación periódica] // Journal of Applied Polymer Science. - [s.l.] : Wiley Periodicals, Inc, 2008. - Vol. 107. - págs. 1507-1516.

Instituto de la candelilla Información de la planta de candelilla [En línea]. - 2004. - 2012. - <http://www.candelilla.org/es/planta.htm>.

Julson J.L. Mechanical Properties of Biorenewable Fiber/Plastic Composites [Publicación periódica] // Journal Applied Polymer Science. - 2004. - Vol. 93. - págs. 2484-2493.

Kandan-Nair K.C. y Gruveninck G. [Publicación periódica] // Composites Science Technology. - [s.l.] : ElSevier, 2001. - Vol. 61. - págs. 2519-2529.

Khalina A., Zainuddin E.S. y Aji I.S. Rheological Behaviour of Polypropylene/Kenaf Fibre Composite: Effect of Fibre Size [Publicación periódica] // Key Engineering Materials. - [s.l.] : Trans Tech Publications, 2011. - Vols. 471-472. - págs. 513-517.

Li Y., Mai Y. y Ye L. Sisal fibre and its composites a review of recent developments [Publicación periódica] // Composites Science and Technology. - [s.l.] : ElSevier, 2000. - 11 : Vol. 60. - págs. 2037-2055.

Maldas D. y Kokta B.V. Influence of maleic anhydride as a coupling agent on the performance of wood fiber-polystyrene composites [Publicación periódica] // Polym. Eng. Sci. - 1991. - 18 : Vol. 31. - págs. 1351-1357.

Martínez Hernandez A.L., Velasco Santos C. y de Icaza M. Dynamical-mechanical and thermal analysis of polymeric composites reinforced with keratin biofibers from chicken feathers [Publicación periódica] // Composites Part B: . - [s.l.] : Ed. ElSevier, 2007. - Vol. 38. - págs. 405-410.

Mohanty A.K., Misra M. y Drzal L.T. Natural Fibers, Biopolimers and Biocomposites [Libro]. - [s.l.] : Taylor y Francis Group, LLC, 2005.

Morales Cepeda A.B., Victoria Valenzuela D. y Lozano Ramírez Tomás Materiales reforzados de poliolefinas recicladas y nanofibras de celulosa de henequén [Publicación periódica] // Revista Iberoamericana de Polímeros. - Madero : Castelaín, Octubre de 2011. - Vol. 12. - págs. 255-267.

Oksman K. y Clemons C. Mechanical Properties and Morphology of Impact Modified Polypropylene-wood flour composites [Publicación periódica] // Journal Applied Polymer Science. - [s.l.] : John Wiley & Sons, Inc., 1998. - Vol. 67. - págs. 1503-1513.

Plast. News Fiber reinforced plastic use [En línea]. - 26 de August de 2002. - August de 2012. - <http://www.plasticsnews.com/fyi-charts/index.html?id=1030641430>.

Qiu W., Zhang F. y Endo T. Milling-Induced Esterification between Cellulose and Maleated Polypropylene [Publicación periódica] // Journal of Applied Polymer Science. - [s.l.] : Wiley Periodicals, Inc., 2004. - Vol. 91. - págs. 1703-1709.

Ramaraj B. Mechanical and Thermal Properties of Polypropylene Sugarcane Bagasse Composites [Publicación periódica] // Applied Polymer Science. - [s.l.] : Wiley Periodicals, Inc., 2007. - 6 : Vol. 103. - págs. 3827-3832.

Rana A.K. y Mandal A. Short jute fiber reinforced polypropylene composites: effect of compatibiliser, impact modifier and fiber loading [Publicación periódica] // Composites Science Technology. - [s.l.] : Elsevier, 2003. - 3 : Vol. 63. - págs. 801-806.

Rocha N., Coelho F.J. y Fonseca A. Poly(vinyl Chloride) and Wood Flour Press Mould [Publicación periódica] // Journal of Applied Polymer Science. - [s.l.] : Wiley Periodicals, Inc., 2009. - Vol. 113. - págs. 2727-2738.

Rouchi A.M. Lignin and Lignan Biosynthesis [Publicación periódica] // Chemical and Engineering News. - 2000. - 46 : Vol. 78. - págs. 29-32.

Rowell R.M., Sanadi A.R. y Caulfield D.F. Utilization of Natural Fibers in Plastic Composites Problems and Opportunities [Libro]. - Sao Paulo : Ed. Linocellulosic-Plastic Composites, 1997. - págs. 23-51.

Sanchez M. Caracterización de polimeros mediante análisis térmico [Libro]. - Saltillo : Centro de Investigación de Química Aplicada, 1990.

Sanjuan Raygoza R.J. y Jasso Gastinel C.F. Efecto de la fibra de agave de desecho en el reforzamiento del polipropileno virgen o reciclado [Publicación periódica] // Revista Mexicana de Ingeniería Química. - Guadalajara : Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química A.C., 2009. - 3 : Vol. 8. - págs. 319-327.

Seymour R.B. y Carraher C.E. Introducción a la Química de los polimeros [Libro]. - [s.l.] : Editorial Reverté S.A., 1995. - págs. 29-32.

Shah B. L. y Matuana L.M. Novel Coupling Agents for PVC/Wood-Flour Composites [Publicación periódica] // Journal of Vinyl & Additive Technology. - [s.l.] : Society of Plastics Engineers, 2005. - Vol. 11. - págs. 160-165.

Tajvidi M. y Falk R.H. Effect of Natural Fibers and Thermal and Mechanical Properties of Natural Fiber Polypropylene Composites Studied by Dynamical Mechanical Analysis [Publicación periódica] // Journal Applied Polymer Science. - [s.l.] : Wiley Periodicals, Inc, 2006. - Vol. 101. - págs. 4341-4349.

Tomlal J.E., Rani M. y Thomas P.C. Dynamic Mechanical Properties of Cotton/Polypropylene Commingled Composite Systems [Publicación periódica] // Journal Applied Polymer Science. - [s.l.] : Wiley Periodicals, Inc, 2009. - Vol. 114. - págs. 2624-2631.

Wilkes C.E. y Summers J.W. PVC Handbook [Libro]. - Munich : Hanser Gardner Publications, Inc., 2005. - págs. 250-272.

Zuccarini J.G. Description of Euphorbia Antisiphylitica Zuccar, Adhandlungen der Mathematisch-Physikalischen [Publicación periódica] // Classe der Koeniglich Bayerischen Akademie der Wissenschaften. - Munich, Alemania : [s.n.], 1832. - Vol. 1.

