CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN QUÍMICA APLICADA
Programa de Maestría en Tecnología de Polímeros

TESIS

Análisis de Compuestos Reforzados con Fibra Natural de Agave en Piezas Moldeadas por Inyección

Presentada por:

BERENICE VARGAS REYES

Para obtener el grado de:

Maestro en Tecnología de Polímeros

Asesorada por:

Dr. Oliverio Santiago Rodríguez Fernández
Dr. Rafael Aguirre Flores

SINODALES

Dr. Juan Guillermo Martínez Colunga
Presidente

Dra. Adriana Berenice Espinoza Martínez
Secretario

Dra. Rosa Martha Jiménez Barrera
Vocal

Saltillo, Coahuila **Octubre, 2014**

TESIS CON CARACTER ABIERTO

PROGRAMA: MAESTRÍA EN TECNOLOGÍA DE POLÍMEROS

AUTOR: BERENICE VARGAS REYES **FIRMA** _____

TITULO: Análisis de Compuestos Reforzados con Fibra Natural de Agave en Piezas Moldeadas por Inyección

ASESORES: Dr. Oliverio Santiago Rodríguez Fernández **FIRMA** _____

Dr. Rafael Aguirre Flores **FIRMA** _____

El Centro de Investigación en Química Aplicada clasifica el presente documento de tesis como ABIERTO.

Un documento clasificado como Abierto se expone en los estantes del Centro de Información para su consulta. Dicho documento no puede ser copiado en ninguna modalidad sin autorización por escrito del Titular del Centro de Información o del Director General del CIQA.

Saltillo, Coahuila, a 13 **de** octubre **de** 2014

Sello de la Institución

Dr. Oliverio Santiago Rodríguez Fernández
Director General del CIQA

CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN QUÍMICA APLICADA

TESIS

Análisis de Compuestos Reforzados con Fibra Natural de Agave en Piezas Moldeadas por Inyección

Presentado por:

ICM Berenice Vargas Reyes

Para obtener el grado de:

Maestra en Tecnología de Polímeros

Asesores:

Dr. Oliverio Santiago Rodríguez Fernández

Dr. Rafael Aguirre Flores

Saltillo, Coahuila Octubre 2014

CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN QUÍMICA APLICADA

Programa de Maestría en Tecnología de Polímeros

TESIS

Análisis de Compuestos Reforzados con Fibra Natural de Agave en Piezas Moldeadas por Inyección

Presentado por:

ICM Berenice Vargas Reyes

Para obtener el grado de:

Maestra en Tecnología de Polímeros

Asesorado por:

Dr. Oliverio Santiago Rodríguez Fernández

Dr. Rafael Aguirre Flores

SINODALES

Dr. Guillermo Martínez

Dra. Rosa Martha Jiménez Barrera

Dra. Adriana Berenice Espinoza Martínez

Saltillo, Coahuila

Octubre 2014

DECLARACIÓN

Declaro que la información contenida en la parte experimental así como la parte de resultados y discusión de este documento y que forman parte de las actividades de la investigación y desarrollo realizadas durante el periodo que se me asignó para llevar a cabo mi trabajo de tesis, será propiedad del Centro de Investigación en Química Aplicada.

Saltillo, Coahuila a 13 de octubre 2014

Berenice Vargas R.

Berenice Vargas Reyes

DEDICATORIA

A Dios que supo guiarme en todo momento por el buen camino, darme fuerza para seguir adelante y no desmayar en los problemas que se presentaron, enseñándome a encarar la adversidad sin perder nunca la dignidad.

Este documento se lo dedico a mis padres María y Fidel quienes me sido el cimiento principal para construir mi vida profesional, pues siempre han estado presentes para respaldarme moral y psicológicamente.

De manera especial a mis hermanos Xitlali y Nahin pues fueron ellos quienes sentaron en mí las bases de la responsabilidad y deseos de superación, en ellos tengo el espejo en el cual quiero reflejarme pues sus virtudes son infinitas y su corazón me lleva a admirarlos cada día más.

A Jesús amado que ha sido el impulso durante todos mis estudios de posgrado, que con su apoyo constante y amor incondicional ha sido amigo y compañero inseparable fuente de sabiduría, calma y consejo en todo momento.

A mis amigos porque siempre estuvieron pendientes de mi progreso día con día y me dieron su apoyo cuando lo necesite sin pedirme nada a cambio, les agradezco la confianza que depositaron en mi para poder estar siempre en las buenas y las malas juntos.

A mis Abuelos por su protección y paciencia infinita, gracias por enseñarme el camino de la vida, gracias por sus consejos, por el amor que siempre me dieron. Gracias por llevarme en sus oraciones porque sé que siempre lo hicieron y que aún lo hacen.

Gracias a todos los que no están aquí y pero que siempre me ayudaron a que este gran esfuerzo se volviera realidad.

¡Gracias!

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Oliverio Santiago Rodríguez Fernández como director de esta tesis quien me ha apoyado y orientado en mi labor científica.

Al Dr. Francisco Rodríguez por su aportación y conocimientos en el desarrollo de este trabajo de investigación.

A Gladys de los Santos por darme su apoyo y compresión en los momentos difíciles porque si no fuera por ti la meta no se habría cumplido.

A los técnicos del departamento de procesos de transformación del CIQA: Fabián Chávez Espinoza, Sergio Zertuche Rodríguez, José López Rivera, Francisco Zendejo Rodríguez, Jesús Rodríguez Velázquez, Mario Humberto Palacios, Rodrigo Cedillo, Concepción González y Adán Herrera por su apoyo en las diferentes actividades de transformación y caracterización físico-mecánica de polímeros.

A los técnicos del laboratorio central del CIQA: Lic. Josefina Zamora Rodríguez, LCQ. Ma. Guadalupe Méndez, QFB. Myriam Lozano Estada, Dra. Silvia Solís Rosales y MC. Blanca M. Huerta por su apoyo en la realización de la caracterización fisicoquímica en esta investigación.

A mis sinodales Dr. Memo Martínez, Dra. Adriana Berenice Espinoza, Dra. Rosa Martha Jiménez, les agradezco por el apoyo, orientación y experiencia que me brindaron día con día para terminar el presente documento.

Análisis de Compuestos Reforzados con Fibra Natural de Agave en Piezas Moldeadas por Inyección

Resumen

En el presente trabajo se estudiaron compuestos de polipropileno reforzados con fibras naturales de agave (Agave Tequilana Weber) de 3 mm de longitud aproximadamente. Este análisis se llevó a cabo en dos etapas, la primera para evaluar el efecto del tratamiento superficial aplicado en las fibras naturales sobre el comportamiento fisicoquímico y fisicomecánico de los compuestos y la segunda para determinar el efecto de las condiciones de control del proceso de moldeo por inyección sobre las cualidades de las piezas generadas. El tratamiento alcalino superficial se realizó utilizando hidróxido de sodio (NaOH), este proceso se repitió varias veces en el orden de establecer tres tratamientos a la fibras, posteriormente se elaboraron concentrados al 30% en peso en un extrusor doble husillo co-rotatorio, para finalmente generar piezas a través del moldeo por inyección de estas mezclas con una concentración del 5%.

Para el análisis correspondiente al efecto de las variables de control sobre las cualidades de las piezas generadas, se modificaron, la presión de inyección, la velocidad de inyección, el colchón y la temperatura de fundido; utilizando dos valores diferentes para cada condición, se manufacturaron probetas inyectadas para la evaluación de propiedades mecánicas como son: tensión-elongación y flexión.

El estudio del efecto del tratamiento superficial y las variables del moldeo por inyección al que fue sometido le permitirá un mejor aprovechamiento de estos compuestos como materia prima para la elaboración de piezas moldeadas de alta calidad.

Contenido **Página**

I INTRODUCCIÓN 1
1.1. HIPÓTESIS 3
1.2. OBJETIVOS 4
1.2.1 Objetivo general 4
1.2.2 Objetivos específicos 4
1.3 Definición del problema 5
1.4 Contribución científica del tema a desarrollar 5
II ANTECEDENTES 6
2.1. Materiales compuestos con fibras naturales (NFCs) 6
2.2. Fibras Naturales 8
2.3 Tratamiento Superficial 14
2.4 Moldeo por inyección de plásticos 17
2.4.1 Generalidades del proceso de moldeo por inyección 17
2.4.2 Efecto de las condiciones de control del ciclo de moldeo por inyección 20
III DESARROLLO EXPERIMENTAL 23
3.1. Materiales y Equipo 23
3.2. Generación de compuestos 25
3.2.1 Acondicionamiento de material 25
3.2.2 Tratamiento superficial 25
3.2.3 Cuantificación de residuo orgánico 26
3.2.4 Elaboración de compuestos con fibra natural (NFC's) 27
3.3 Caracterización 31
3.3.1 Caracterización fisicoquímica 31
3.3.1.5 Análisis térmico mecánico (DMA) 33

IV ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS 37
4.1 Contenido orgánico 37
4.2 Microscopia electrónica de barrido (SEM) 39
4.3 Difracción de rayos X (WAXD) 43
4.4 Calorimetría diferencial de barrido (DSC) 47
4.5 Microscopía óptica con platina caliente 50
4.6 Análisis dinámico mecánico (DMA) 56
4.7 Ensayo de fluencia (CREEP) 60
4.8 Análisis termogravimétrico (TGA) 63
4.9 Pruebas Fisicomecánicas 65
4.9.1 Determinación de condiciones 65
4.9.2 Efecto del tratamiento alcalino 69
4.10 Efecto de las variables de control del ciclo de moldeo por inyección 76
4.10.1 Propiedades de tensión 76
4.10.2 Propiedades de flexión 81
V CONCLUSIONES 85
VI REFERENCIAS 87
VII ANEXOS 96
Trabajo a futuro 96
Lista de figuras 97
Lista de símbolos 100
Lista de tablas 103

I INTRODUCCIÓN

Los compuestos reforzados son una parte integral en la industria del plástico en todo el mundo, con productos que varían desde el uso doméstico hasta productos científicos sofisticados, cada uno con cualidades y necesidades de procesamiento únicas. Estos han sido desarrollados para producir materiales excepcionalmente resistentes que puedan desempeñarse en diferentes ambientes. [1]

En años recientes se ha mostrado un creciente interés en los materiales compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales, las mismas han sido uno de los refuerzos más atractivos para diferentes tipos de polímeros así como matrices cerámicas debido a características únicas en comparación con otros materiales de refuerzo y relleno. Incluyen biodegradabilidad, buena disponibilidad, bajo costo y baja densidad, daño limitado al equipo de procesamiento, daño reducido a la salud así como, espesor y resistencia razonables. Consecuentemente, existe una creciente motivación en el uso de las fibras naturales por diferentes sectores automotrices en sustitución de materiales que contienen fibra de vidrio. [2]

El polipropileno ha sido reforzado con fibras de vidrio y partículas minerales por varias décadas, pero recientemente las fibras naturales han sido bien recibidas en la ingeniería y en sectores de interés, para producir una nueva clase de compuestos. La industria automotriz y de construcción han expresado el interés en el uso de estos materiales. La principal motivación del uso de las fibras naturales se debe a las propiedades mecánicas que presentan, las cuales indican que se puede obtener una elevada resistencia y rigidez en producto final, aunado a esto también se puede tener un ahorro significativo en el costo y beneficios ecológicos. [3-4]

Por otra parte, la baja densidad de las fibras naturales puede dar lugar a estructuras más ligeras en comparación con otros tipos de refuerzos tales como; refuerzos minerales, fibra de vidrio corta, fibra de vidrio larga y fibras de carbono cortas. [5]

Los compuestos con fibras naturales pueden ser procesados en moldeo por inyección y extrusión con una clase diferente de materiales reforzados. [6]

El presente estudio tiene como objetivo desarrollar materiales compuestos de polipropileno y fibra natural de agave azul (Agave Tequilana Weber), determinar y describir las propiedades mecánicas de los mismos tomando como factor crítico los diferentes tratamientos superficiales alcalinos llevados a cabo sobre las fibras, así como evaluar la influencia de las variables de control del proceso de transformación.

1.1. HIPÓTESIS

Teniendo como base la información reportada en la literatura, se pretende que mediante el estudio de las variables de control en el proceso de moldeo por inyección se cuente con la capacidad de generar información nueva y de frontera acerca de las posibles ventanas de procesamiento utilizadas en materiales poliméricos reforzados con fibras naturales y mejorar en base a esto el desempeño real de compuestos poliméricos reforzados con fibra natural de agave sometida a tratamiento superficial, así como definir la posibilidad de encontrar un material de desempeño superior manteniendo fija la composición de la fibra.

1.2. OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo general

Estudiar el efecto de las variables de control del ciclo de moldeo por inyección sobre las propiedades de compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave, sometida a tratamiento superficial alcalino.

1.2.2 Objetivos específicos

- Determinar el efecto del tratamiento superficial sobre las propiedades mecánicas de los compuestos de polipropileno reforzado con fibra natural de agave.

- Estudiar el efecto de las variables de control convencionales de moldeo por inyección, sobre el desempeño de las piezas manufacturadas con los compuestos seleccionados.

1.3 Definición del problema

En el desarrollo de la industria automotriz y de construcción es de gran interés el uso de materiales compuestos con fibras naturales que pudieran presentar propiedades mecánicas elevadas, sin embargo, al ser sometidos a procesos de trasformación, se pueden ver modificadas dichas propiedades debido a los fenómenos de flujo y calor generados durante estos procesos, así como la capacidad de resistencia del material orgánico.

En el presente trabajo se pretende la obtención de compuestos reforzados con fibra natural de agave que por un lado presenten propiedades mecánicas mejoradas al ser sometidas a diferentes tratamientos superficiales, por otro lado, mediante el estudio del uso de variables de control en el moldeo por inyección de compuestos con fibra natural, se propiciará la capacidad de generar piezas con desempeños superiores, manteniendo fijas las composiciones de fibra y geometrías de productos moldeados.

1.4 Contribución científica del tema a desarrollar

La capacidad de definir si es posible o no la obtención de compuestos de polipropileno reforzado con fibra de agave, que sean materiales con propiedades mecánicas mejoradas. Esto se pretende mediante el estudio de las variables de control en el proceso de moldeo por inyección de compuestos con fibras naturales, para poder contar la capacidad de establecer ventanas de procesamiento adecuadas y en base a estas optimizar el desempeño mecánico real de los compuestos.

II ANTECEDENTES

2.1. Materiales compuestos con fibras naturales (NFCs)

Los compuestos reforzados son combinaciones de polímeros y materiales de refuerzo que proporcionan un incremento en una propiedad significativa y/o mejoras en el costo. [7] Para tener una estructura eficaz, debe de existir una fuerte unión entre la resina y el refuerzo, los refuerzos generalmente vienen en formas de fibras, tanto las resinas termoplásticas como las termófijas pueden ser usadas para la generación de estos. [8]

Un alto porcentaje de los polímeros reforzados con fibra de vidrio ya sea larga o corta, son transformados por moldeo por inyección. [9] Las fibras de alto rendimiento que son usadas incluyen fibras de vidrio, aramida, carbón y grafito. Otras fibras son usadas para cumplir con diferentes requerimientos físicos y/o de costos como es el caso de las fibras naturales entre las que se encuentran el algodón, sisal, yute y otros celulósicos así como fibras de lechuguilla, coco y agave. [10]

Las propiedades mecánicas de los plásticos reforzados son determinadas en gran medida por el tipo de refuerzo, su forma, y posicionamiento. Un alto contenido de refuerzo fibroso produce una alta resistencia a la tracción (que aumenta con la longitud de la fibra), pero no necesariamente confiere una mayor rigidez. [11]

Los plásticos reforzados pueden caracterizarse también por su capacidad para ser moldeados ya sea en formas pequeñas o muy grandes, con cargas estructurales que difieren de los materiales convencionales hacia cualidades superiores. [12] Además de la forma y tamaño, poseen diferentes características que los hacen muy deseables en el diseño de productos de ingeniería.

Las otras características incluyen peso ligero, alta resistencia y módulo, propiedades de orientación, alta relación resistencia-peso, cambio en la

resistencia al flujo y la fatiga, alta resistencia dieléctrica, resistencia a la corrosión, durabilidad a largo plazo, facilidad de fabricación, estética superficial y la reducción de costos. [13]

Desde un punto de vista tecnológico, los materiales compuestos con fases dispersas en forma de fibras son los más comercializados debido a todas las cualidades mencionadas anteriormente. A menudo se diseñan materiales compuestos reforzados con fibras con la finalidad de conseguir elevada resistencia y rigidez además de una baja densidad. Estas características se expresan mediante los parámetros de desempeño y durabilidad, que corresponden respectivamente, a las relaciones entre el desempeño del material plástico, el peso específico y entre el módulo de elasticidad y el peso específico. [14-15]

Utilizando materiales de baja densidad, tanto para la matriz como para las fibras, se podrán fabricar compuestos reforzados con fibras naturales que tengan resistencias y módulos específicos elevados. Los materiales compuestos reforzados con fibras se pueden clasificar utilizando como criterio la longitud de la fibra, en el caso de fibras cortas, si éstas fueran demasiado cortas los valores de resistencia serían menores a los esperados. [16-17]

2.2. Fibras Naturales

Las fibras naturales comprenden todas las fibras que se han formado a través de un proceso natural. Se pueden clasificar dependiendo de sus características, pero probablemente la clasificación más general es de acuerdo a su origen: animal, vegetal o mineral. (18)

Las fibras vegetales también llamadas lignocelulósicas o fibras de plantas incluyen fibras de tallo, hojas, frutas, madera y cereales. Las fibras naturales, pueden ser obtenidas a bajo precio de fuentes naturales locales y debido a que existen más de 700 plantas que son capaces de suministrar fibras, se encuentran disponibles en grandes cantidades. (19)

Estas se pueden clasificar tomando en cuenta su origen anatómico, su tipificación botánica, uso comercial, etc. la Figura 1 muestra la clasificación de las fibras vegetales en base a esta última, es decir, duras y blandas: (20)

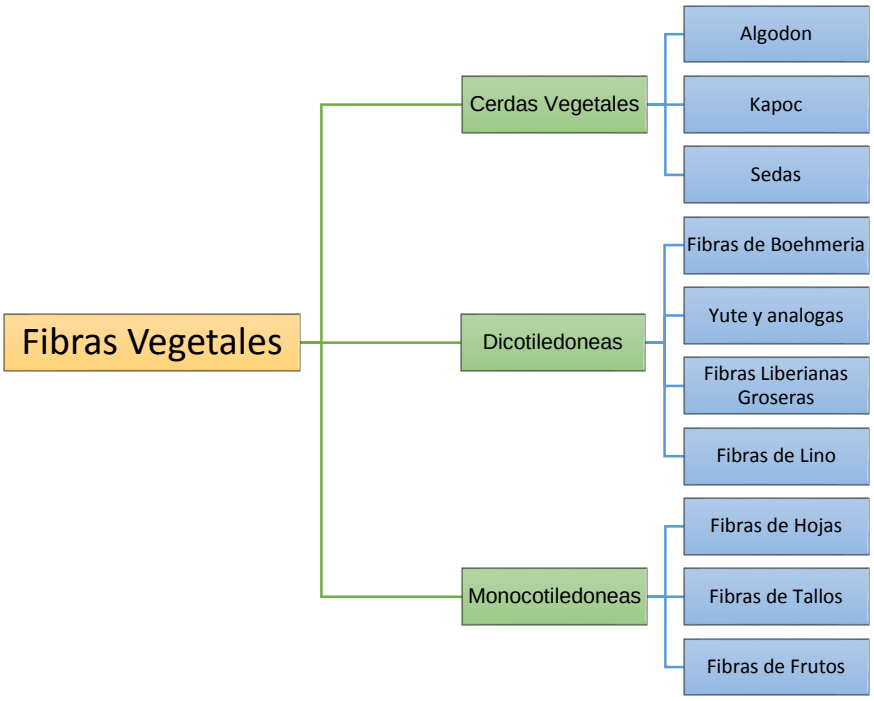

Figura 1: Clasificación de las fibras naturales de acuerdo a su uso comercial.

Las blandas como el lino y el ramio son obtenidas básicamente del floema (corteza), que son los tejidos del sistema vascular de la planta, son de tallos dicotiledóneos o plantas con flores y que están más o menos lignificadas, son suaves, elásticas y flexibles. [21]

Una de sus mayores ventajas es su gran facilidad para disponer de ellas una vez que su ciclo de vida ha terminado.

Las propiedades físicas, químicas y mecánicas de las fibras naturales son fuertemente dependientes e influenciadas por el clima, ubicación, características del suelo, de igual manera se encuentran afectadas por las condiciones de crecimiento, técnicas de procesamiento de la fibra así como, para otras fibras, la fineza de esta y la longitud del espécimen.[22]

Entre las fuentes disponibles para obtener fibras no maderosas de origen residual, y que no han sido aprovechadas se encuentra el Agave, característico de México utilizado para la producción de licores. Ella presenta diferentes variedades entre las que se encuentran: el Agave lechuguilla Torr (lechuguilla), Agave fourcroydes (henequén), Agave sisalana (sisal) y el Agave tequilana Weber (agave azul). [23]

Las plantas de la familia del Agave son perenes, suculentas y monocotiledóneas, su raíz es fibrosa, su tallo es corto y grueso; las hojas cuyo número varia de 10 a 200 dependiendo de la especie de la cual se trate, son de color azulado o grisáceo, sus bordes están provistos de gruesas espinas triangulares y terminan en una púa fuerte, las hojas miden entre 1.2 a 1.8 m y su ancho es de aproximadamente 30 a 50 cm, gruesas y angostas cerca de la base, se distribuyen en torno al tallo formando una roseta, lo que determina la forma característica del maguey.[24] El agave está constituido principalmente por agua, celulosa, hemicelulosa, cenizas, azúcares y lignina. [25]

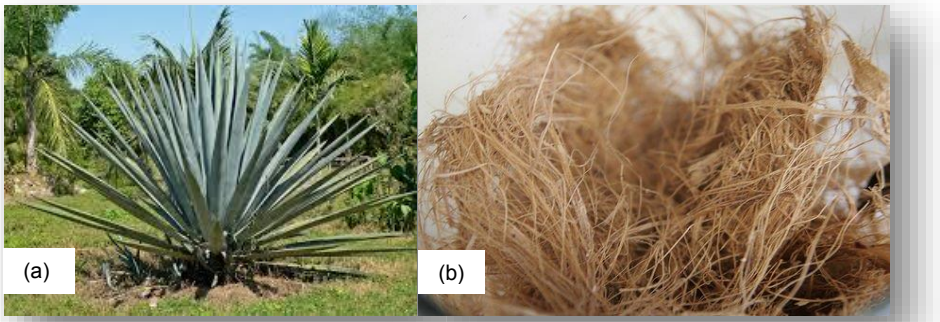

Figura 2: (a) Planta de agave azul mexicano (Agave Tequilana Weber), (b) Bagazo de fibra de agave.

La pared celular de las fibras lignocelulosicas está compuesta por varias capas llamadas (Ver Figura 3) lamela media (M), pared primaria (P), pared secundaria externa (S_1), capa media de la pared secundaria (S_2), capa interior de la pared secundaria (S_3) y pared rugosa (W), la Figura 3 muestra la representación esquemática de la distribución de estas capas dentro de la estructura de una fibra natural. [26] Estas capas difieren unas de otras respecto a su estructura y composición química dependiendo del tipo de planta de la que provengan y de la parte de la planta de la cual fueron extraídas. [27]

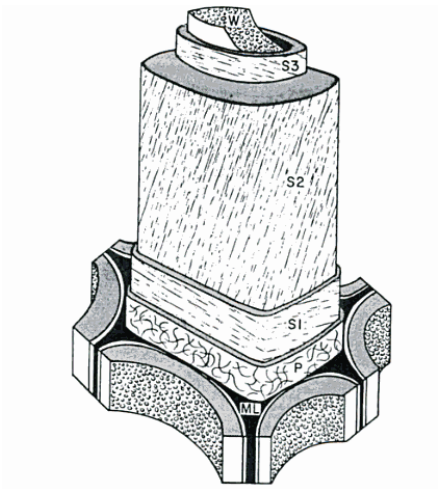

Figura 3: Estructura simplificada de la pared celular mostrando la capa media (ML), la pared primaria (P), la exterior (S1), la media (S2) y la interior (S3) de la capa secundaria, y la capa rugosa (W). (Tomada de Wood Chemistry Fundamentals and Applicat.

Las fibras naturales están constituidas por tres polímeros estructurales: celulosa, hemicelulosa y lignina, además de una serie de compuestos de bajo peso molecular solubles en agua (fracción hidrosoluble) o solventes orgánicos (extraíbles), [28] distribuidos en las capas celulares mencionadas anteriormente, la Figura 4 muestra la unidad repetitiva de la celulosa. También se presentan pequeños contenidos de proteína y sales minerales (estimadas como cenizas tras combustión), la Tabla 1 muestra la composición total de la fibra de agave.

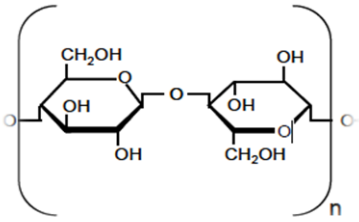

Figura 4: Unidad repetitiva de la celulosa.

La celulosa es el componente mayoritario (sobre un 50%), seguida de la lignina (alrededor de un 20%) y de la hemicelulosa (alrededor de un 15%). [29]. (Ver Tabla 2 que muestra la composición química de la fibra de agave y la Tabla 3 donde se observa la distribución de los tipos de celulosa presentes en la fibra natural de agave).

Tabla 1: *Composición total de la muestra de fibra de agave*

ANÁLISIS	(%)
Azúcares totales solubles	12.61 ± 0.42
Azúcares reductores solubles	0.56 ± 0.01
Lignina ácido insoluble	20.4±0.66
Pentosanos	21.20±1.10
Cenizas	1.79 ± 0.48
Fenoles	0.024 ± 0.001
Celulosa*	51.11
Humedad	5.47 ± 0.25

[&]Promedio de las 7 muestras analizadas

* El porcentaje de celulosa se obtiene por diferencia de la suma de los valores obtenidos de lignina, pentosanos, cenizas, fenoles y humedad.

Tabla 2: *Composición química de la muestra de fibra de agave*

ANÁLISIS	(%)
Lignina ácido insoluble	20.4 ± 0.66
Holocelulosa (hemicelulosa + celulosa)	72.2
Cenizas	1.79 ± 0.48
Celulosa*	51.11

[&] Promedio de las 7 muestras analizadas
***** El porcentaje de celulosa se obtiene por diferencia de la suma de los valores obtenidos de lignina, pentosanos, cenizas, fenoles y humedad

Tabla 3: *Caracterización del tipo de celulosa presente en la fibra de agave*

CONSTITUYENTE	(%)
Alfa-celulosa ▲	**93.5±0.34**
Beta-celulosa ▉	**4.10±0.54**
Gamma-celulosa ∆	**2.30±0.31**

▲ Celulosa de alto peso molecular sin degradar
▉ Celulosa degradada con hidróxido de sodio
∆ Principalmente hemicelulosa

A nivel histológico, la lignina se encuentra más concentrada en la lámina media, que es la capa externa que une las paredes celulares de las fibras contiguas en los tejidos lignificados. El resto de las capas de pared vegetal, incluyendo la pared secundaria que es la capa más gruesa, presentan también un cierto contenido de lignina pero están principalmente constituidas por celulosa y hemicelulosa (ver Figura 5).

La lignina en la pared secundaria forma una matriz amorfa que protege a los polisacáridos frente a la degradación microbiana y la hidrólisis enzimática en general. [30-33]

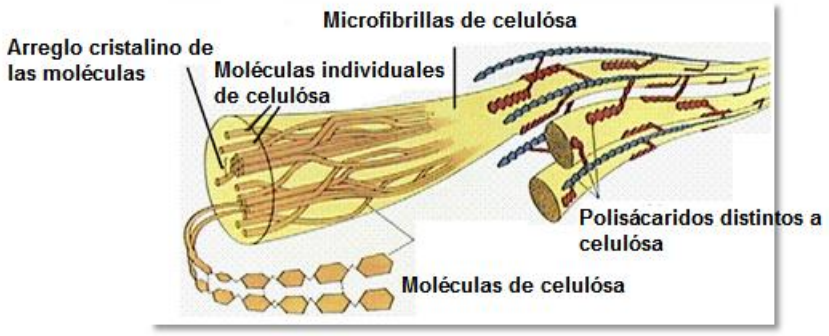

Figura 5: Representación esquemática de distribución de los componentes elementales de una fibra lignocelulósica.

2.3 Tratamiento Superficial

Las propiedades de los compuestos dependen de la matriz, las fibras y su enlace interfacial. La adhesión entre las fibras reforzantes y la matriz en los materiales compuestos juega un papel importante en los materiales. Cuando se usan fibras naturales como refuerzo en materiales compuestos, muchos problemas surgen en la interfase debido a la compatibilidad, esto se debe a que las poliolefinas como el polipropileno son no polares e hidrofóbicas [34]

Por lo tanto, la modificación superficial de las fibras naturales a través de algunos tratamientos es una de las áreas de mayor investigación para el desarrollo de compatibilidad y resistencia interfacial. [35] La superficie de las fibras naturales está influenciada por la morfología de las fibras, las soluciones usadas en el tratamiento y las condiciones de procesamiento. [36-37]. El método más comúnmente utilizado para remover materiales no celulósicos de las fibras es él tratamiento álcali que usa NaOH para remover pectina, lignina, agua y hemicelulosas solubles en álcali. [38]

Todas las moléculas con enlaces éster de la lignina y otros componentes de la pared celular pueden ser desagregados por álcali, este tratamiento tiende a disminuir el carácter hidrófilo. [39]

El tratamiento alcalino de las sustancias lignocelulósicas interrumpe la pared celular, disuelve la hemicelulosa y la lignina, hidrolizando ésteres del ácido acético, hinchando a la celulosa contenida en los diferentes estratos. La biodegradabilidad de la pared celular se incrementa, debido a la separación de los enlaces entre la lignina y la hemicelulosa o entre la lignina y la celulosa. [40] La ecuación 1 muestra la reacción que toma lugar durante el tratamiento superficial.

$$Fibra - OH + NaOH \rightarrow Fibra - O^{-}Na^{+} + H_2O \qquad (1)$$

Los grupos hidroxilo alcalinos presentes (OH) entre las moléculas se descomponen, estos reaccionan con las moléculas de agua (H-OH) y salen de la estructura de las fibras. Las moléculas reactivas restantes forman grupos de celda fibrilar $O^{-}Na^{+}$ entre las cadenas de celulósa. Debido a esto, los grupos hidroxilo hidrofílicos se reducen y aumentan la propiedad de resistencia la humedad de las fibras, es decir, se reduce su carácter hidrofílico. También lleva determinada parte de las hemicelulosas, lignina, pectina, cera y materiales aceitosos de recubrimiento. (41-43)

Como resultado la superficie de la fibra se vuelve más uniforme debido a la eliminación de microhuecos y por lo tanto la capacidad de transferencia de esfuerzo mejora. Además de la reducción en el diámetro que aumenta la relación longitud diámetro, que conlleva al incremento de la superficie efectiva de la fibra. (44)

En fibras no tratadas, la hemicelulosa dispersa en la región interfibrilar separa las cadenas de celulosa, cuando el álcali reacciona con la hemicelulosa se destruye la estructura de acoplamiento y la fibra se divide en elementos más finos. (45) La Figura 6 muestra una representación esquemática de la estructura fibrilar antes y después del tratamiento alcalino.

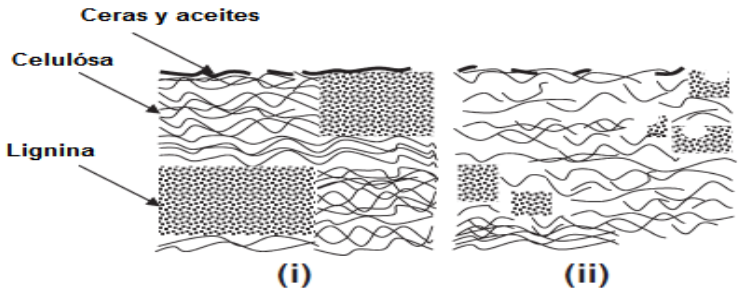

Figura 6: Representación esquemática de la estructura de las fibras naturales: (i) sin tratamiento alcalino, (ii) con tratamiento alcalino.

El tratamiento alcalino cambia la orientación de la celulosa cristalina altamente empaquetada, formando una región amorfa. Los cambios que ocurren en las fibras durante el tratamiento alcalino dependen de la concentración del álcali usado y de la temperatura. [46]

Sreekala y colaboradores indican que después del tratamiento los microporos de la superficie de la fibra llegan a ser visibles y esto puede ser debido a la lixiviación de la capa cerosa fuera de la cutícula, lo que aumenta la aspereza de la fibra y facilita la unión mecánica en la interfase de los compuestos. [47-49]

2.4 Moldeo por inyección de plásticos

El moldeo por inyección es el proceso más versátil para la manufactura de productos plásticos con variedades en forma, tamaño y dimensiones. (50) Continúa siendo el proceso elegido para la producción de artículos con formas complejas en tres dimensiones. El moldeo por inyección ha sido usado para producir artículos basados en compuestos, espumas, hules y termófijos así como de los termoplásticos. De hecho, en años recientes, los métodos de moldeo por inyección han sido usados para la fabricación de productos metálicos y cerámicos. Muchas de sus innovaciones han sido introducidas para mejorar la eficiencia y versatilidad del proceso y productos, incluyendo las variables conocidas del moldeo por inyección convencional. (51)

2.4.1 Generalidades del proceso de moldeo por inyección

El moldeo por inyección involucra dos procesos distintos. El primero comprende los pasos elementales de transporte de sólidos, generación del fundido, mezclado, presurizado y transferencia de material, los cuales se llevan a cabo en la unidad de inyección de la máquina de moldeo; el segundo es la formación del producto y la contracción, las cuales toman lugar en la cavidad del molde. (52)

El movimiento mecánico en el ciclo comienza con la alimentación de la resina desde la tolva, la cual entrega la resina al husillo. En esta parte del ciclo, el tornillo opera de la misma manera que un tornillo de extrusión, mueve la resina sólida hacia adelante entre los canales del tornillo, en el interior del barril con calentamiento. En el proceso, la resina es calentada, mezclada, comprimida y fundida, como en el caso de la plastificación en la extrusión. (53)

Sin embargo, cuando el material fundido pasa a la punta del tornillo, el tornillo se retrae debido a la perdida de la presión hidráulica, permitiendo la acumulación de un volumen adecuado de material para llenar la cavidad y elaborar el producto deseado. Cuando se obtiene el tamaño de disparo requerido, la rotación del tornillo se detiene, indicando el final de la etapa de plastificación y el comienzo de la etapa de inyección. La etapa de inyección consiste en las siguientes etapas: llenado, empaque y sostenimiento. [54]

Los parámetros que muestran mayor efecto en este proceso son: temperatura del fundido y molde, presión en las diferentes etapas en las que es requerida y velocidad, además de los tiempos que involucran diferentes instantes en el ciclo de moldeo. [55]

Después del final de la etapa de plastificación, el tornillo comienza a moverse hacia adelante, a una velocidad y presión controlada. Durante la etapa de inyección, el fundido es inyectado en la cavidad o cavidades, después de viajar a través de la(s) boquilla(s), bebedero(s), corredor(es) y entrada(s).

En algunos casos los canales de alimentación se mantienen a temperaturas elevadas. La inclusión de material plástico en la cavidad continúa hasta que la cavidad del molde se llena por completo.

El polímero sólido dentro de la cavidad tendrá un volumen específico menor (mayor densidad) que el fundido inyectado, entonces, mayor cantidad de material es inyectado en la cavidad, a una alta presión, durante la etapa de compactación para compensar la contracción del material. Después de que suficiente material ha sido compactado en la cavidad, la etapa de sostenimiento continúa a una alta presión. [56-58]

Como el polímero solidifica en la cavidad y los canales de alimentación así como en la entrada, causando aislamiento entre cavidad y la unidad de inyección. [59]

Esto permite a la presión dentro de la cavidad disminuir y generar un acomodo útil para la parte, o hasta se podría decir cómodo para el material, algunos equipos de moldeo permiten que cuando se inicia esta etapa la unidad de cierre abra a una dimensión controlada y cierre nuevamente, posterior a un reacomodo del material.

A medida que la temperatura del material continúa disminuyendo el material alcanza un nivel en el cual es seguro expulsar la parte sin daños. El producto es expulsado, y el molde es cerrado para prepararse para el siguiente ciclo. (60-61) La Figura 7 nos muestra una representación esquemática de los principales componentes de una máquina de moldeo por inyección hidráulica.

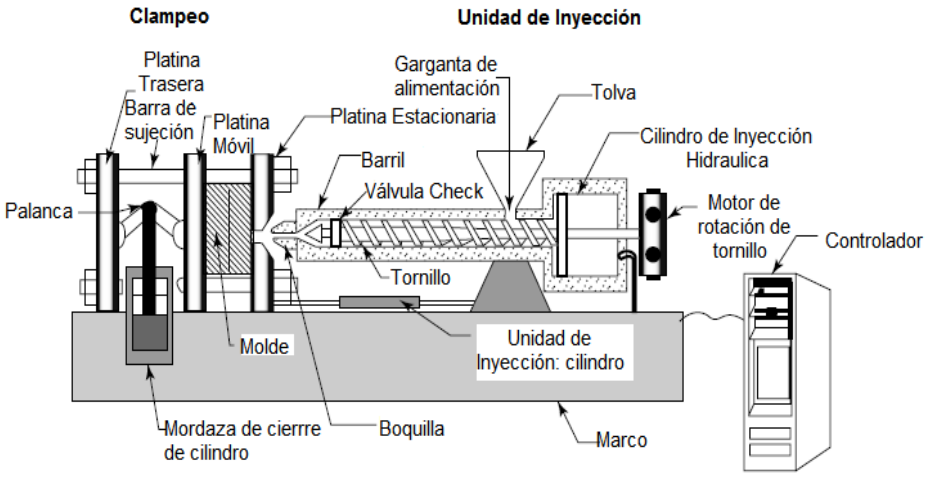

Figura 7: Componentes básicos de una máquina hidráulica de moldeo por inyección. (Ilustración de John W. Bozzelli & Rick J. Bujanowski).

2.4.2 Efecto de las condiciones de control del ciclo de moldeo por inyección.

Las variables convencionales del proceso del moldeo por inyección que tienen efectos significativos sobre NFC´s en piezas moldeadas son; temperatura del fundido, presión de inyección, velocidad de inyección, presión de sostenimiento, tiempo de sostenimiento, temperatura del molde y tiempo de enfriamiento. (62) Los efectos de estas variables interactúan no solo entre ellas, sino también con los materiales y el diseño del molde.

Ahora bien existen otras variables que se dan por la oportunidad de tener un control preciso y exacto del proceso como son la presión de transferencia y el punto de transferencia que se dan en el cambio entre la presión de inyección y la presión de sostenimiento, además de los cambios de flujo en el material plástico que ya se encuentra en la cavidad hacia la densidad de la parte plástica y orientación de la misma por una apertura y cierre prematuros en las etapas de inicio de la presión de inyección y aplicación de la presión de sostenimiento. (63)

La menor temperatura posible del fundido que permita un buen moldeo de las partes tenderá a producir menor encogimiento. Mientras menor sea el intervalo de temperatura entre el plástico fundido y la temperatura de la superficie del molde al tener contacto con éste, menor será la cantidad de contracción térmica y generación de capas con diferentes flujos. (64)

Debido a que el plástico es orientable y dependerá de su morfología para decir si lo es en mayor o menor medida, la cantidad de presión con la que éste se ve afectado en la distribución de las fases dispersas será una consideración que deberá de analizarse para cada material y proceso de manera independiente. La duración y la efectividad de las variables de presión son dependientes, en gran medida del tamaño y el diseño de la entrada así como del sistema de corredores. (65)

Después de que la entrada y los corredores se enfrían, no se obtendrá ningún beneficio al seguir aplicando la presión alguna o cambios en estas. Mientras mayor sea la presión en la cavidad cuando la entrada se enfría, más grande es la cantidad de plástico atrapado en el molde y mayor deberá ser la orientación así como homogénea la distribución de las fibras en la pieza. (66)

Grandes tiempos de sostenimiento durante la porción de enfriamiento del ciclo genera que el plástico se estire un poco en el molde, esto aparentemente reduce el encogimiento y puede generar cambios en los diferentes estratos de formación de la parte moldeada. (67)

Moldes calientes incrementan la orientación de las fibras en la parte, y esta puede cambiar si no se mantiene la presión interna en la cavidad o existen cambios en ella durante el punto de transferencia. Moldes fríos tienen el efecto opuesto (enfriando el plástico tan rápido como sea posible), reducen la orientación, especialmente en el moldeo de materiales cristalinos.

Sin embargo, pueden congelar algunos esfuerzos que tal vez puedan ser relevantes con el tiempo, cuando se expongan a temperaturas elevadas o cambios térmicos. (68)

Los termoplásticos semicristalinos son particularmente influenciados por la velocidad de enfriamiento. Las cadenas de polímero en el fundido se encuentran desorganizadas, y en la solidificación forman una estructura densa. Con el incremento de la cristalinidad la densidad y el encogimiento de la estructura se incrementan. (69)

Se requiere un enfriamiento extra para los núcleos del molde y dentro de las esquinas de la parte de plástico. Los pines y las esquinas externas de los núcleos del molde tienen mayor área superficial expuesta al calor por unidad de volumen que otras áreas en el molde. Esto genera mayor calor en los pines y en las esquinas externas del núcleo del molde fomentando la posibilidad de generar áreas de cambios de flujo y diferenciales de distribución en la parte plástica. (70)

Para todo procesamiento de plásticos, la meta es optimizar el proceso en el orden de proveer volúmenes de partes con un rendimiento óptimo en la mínima cantidad de tiempo. Esto requiere el moldeo dentro de las restricciones de la resina, el herramental de la máquina de inyección y la pieza moldeada. Para esto debe de existir un punto de vista científico y el enfoque desde las variables de procesado clave: velocidad de inyección, presión de inyección, temperatura de fundido y velocidad y tiempo de enfriamiento.

III DESARROLLO EXPERIMENTAL

El presente capítulo muestra el desarrollo experimental llevado a cabo, el cual incluye la descripción de los materiales empleados en la obtención de los compuestos con fibras naturales, los procesos de transformación necesarios así como las técnicas de caracterización utilizadas.

3.1. Materiales y Equipo

La matriz elegida para elaborar los NFC's fue un homopolímero isotáctico de polipropileno (PP) de alta fluidez con distribución de peso molecular angosta grado fibra, de la compañía Indelpro fabricado a través del proceso Spheripol. La Tabla 4 muestra el listado de condiciones de uso del material. Las principales características que se tomaron en cuenta para la elección de esta matriz fueron: [71]

- Excelente estabilidad de proceso para altas velocidades de producción.
- Excelente estabilidad dimensional.
- Ideal para moldeo por inyección de plásticos de pared delgada.

La fibra de agave utilizada fue proporcionada por la empresa Sol y Agave S.A de C.V., siendo esta fibra de agave blanca sometida a un proceso de extracción enzimática para reducir la cantidad de azucares presentes, con una longitud de 3 mm.

Tabla 4: *Propiedades físicas típicas del homopolímero de polipropileno isotáctico.* [56]

Propiedades físicas típicas[a]	Valor típico	Método ASTM[b]
Índice de fluidez (MFR), (gr/10 min)	34	D1238
Resistencia a la tensión en el punto a la cedencia N/mm^2 (psi)	37 (5417)	D638
Resistencia al impacto Izod con muesca a 23°C, J/m, (ft-lb/in)	24.0 (0.45)	D256A
Alargamiento en el punto de cedencia, %	11.7	D638
Módulo de flexión/mm^2 (psi)	1665 (241245)	D790B
Dureza Rockwell, escala R	98	D785A
Temperatura de deflexión a 0.46 N/mm^2 (66 psi), °C (°F)	101 (214)	D648
(a) Los valores mostrados aquí son promedios y no deberán ser interpretados como especificación		
(b) Los métodos ASTM son los últimos editados por la sociedad.		

3.2. Generación de compuestos

En esta sección se describe la secuencia de etapas llevadas a cabo durante el desarrollo experimental. Una primera etapa concerniente al análisis de la influencia del tratamiento superficial alcalino sobre las propiedades de los materiales compuestos con fibra natural, etapa cuyo propósito fue elegir el NFC más adecuado para llevar a cabo la etapa dos, correspondiente al estudio del efecto de las variables de control sobre el ciclo de moldeo por inyección, esto en base a las propiedades fisicoquímicas y fisicomecánicas observadas en los compuestos elaborados en la primera etapa.

3.2.1 Acondicionamiento de material

Las fibras de agave fueron sometidas a un proceso de tamizado con mallas 10, 20, 50, 100 y 200, procedimiento a partir del cual se determinó el tamaño de partícula a usar durante todo el estudio que en este caso fue la malla 50, cuyo diámetro promedio oscila entre las 200 y 250 micras. Debido a la naturaleza higroscópica de la fibra de agave, ésta se sometió a un proceso de secado por nueve horas a 70°C en muflas de calentamiento.

3.2.2 Tratamiento superficial

Se eligió el tratamiento con NaOH, ya que puede ser el más adecuado para el aprovechamiento de las fibras provenientes de residuos agrícolas e industriales, puesto que es un reactivo relativamente barato, no produce subproductos que pueden afectar la hidrólisis y las condiciones de manejo son adecuadas.

Las fibras de agave fueron sumergidas en NaOH al 5% por 30 minutos y posteriormente lavadas con una solución de HCl al 5%para remover el exceso de álcali. Después la fibra se enjuagó con agua destilada tres veces. Las fibras enjuagadas fueron secadas durante 24 horas a 70°C. Este procedimiento se repitió hasta conseguir los tres tratamientos álcali sobre las fibras.

3.2.3 Cuantificación de residuo orgánico

Posterior al tratamiento alcalino, se determina el porcentaje de pérdida en peso, el cual se obtiene con el peso de las muestras antes y después de ser sometidas al tratamiento superficial, este valor indica el porcentaje de material orgánico removido por la solución alcalina dentro de los cuales se incluye la lignina. [72] En este caso la extracción se llevó a cabo por diferencia en peso de la fibra seca, restante de los tratamientos aplicados a la fibra de agave y el residuo generado a partir del secado de la solución de NaOH obtenido. [73] El % de residuo orgánico se calculó con la ecuación 2.

$$\%\ Residuo\ Orgánico = \frac{gramos\ de\ residuo}{gramos\ de\ muestra} \times 100 \qquad (2)$$

3.2.4 Elaboración de compuestos con fibra natural (NFC's)

3.2.4.1Extrusión doble tornillo

Los NFC's se elaboraron a través de mezclado en fundido, se llevó a cabo la preparación de cuatro concentrados: fibra sin tratamiento, primer tratamiento, segundo tratamiento y tercer tratamiento en una relación de 30% en peso, utilizando un extrusor de doble tornillo co-rotatorio Thermo Scientific con una relación L/D de 40, luego las mezclas fueron secadas a una temperatura de 70°C por 24 horas en una estufa Lab-Line imperial; la configuración de tornillo usada en este estudio se muestra en la Figura 8.

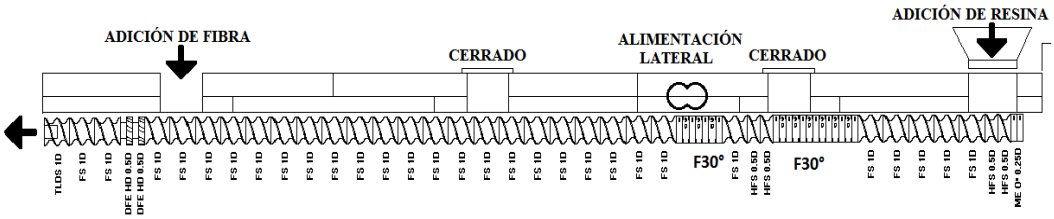

Figura 8: Configuración de mezclado distributivo usada en la preparación de los compuestos reforzados con fibras naturales (NFCs).

El perfil de temperatura utilizada en este periodo se muestra en la Tabla 5, mientras que las condiciones de procesamiento de observan en la Tabla 6.

***Tabla 5**: Perfil de temperatura utilizado durante la elaboración de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave.*

	Dado	Zona 9/10	Zona 8/7	Zona 6/5	Zona 4/3	Zona 2/1
Temperatura (°C)	180	190/190	220/240	260/280	280/240	240

***Tabla 6**: Condiciones de procesamiento utilizadas durante la elaboración de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave.*

Variable	Valor
Temperatura de fusión (°C)	180
Presión (bar)	24
Torque (%)	28
Velocidad de alimentación de resina (rpm)	50
Velocidad de alimentación de fibra (%)	2
Velocidad de extrusión (rpm)	120
Relación L/D del extrusor	40

3.2.4.2 Moldeo por inyección

El proceso de moldeo por inyección se llevó a cabo en una máquina de moldeo por inyección Fu Chun Shin Hi-Tech modelo HT-150, con el objetivo de elaborar los especímenes de acuerdo a las especificaciones de las normas ASTM D-638 y ASTM D-790, los cuales fueron utilizados en las pruebas de resistencia a la tensión, resistencia a la flexión y resistencia al impacto. Este proceso se realizó en tres etapas que son descritas a continuación:

1. Con el objetivo de determinar las condiciones de inyección óptimas adecuadas para la elaboración de las probetas de análisis mecánico, se procedió a inyectar material de polipropileno puro variando la temperatura del molde utilizada, en este caso se utilizaron cuatro temperaturas 15°C, 20°C, 25°C y 30°C, las condiciones utilizadas se presentan en la Tabla 7.

2. Para evaluar la influencia de los diferentes tratamientos alcalinos sobre las propiedades fisicoquímicas y fisicomecánicas de los NFCs, los concentrados producidos anteriormente se diluyeron con polipropileno para alcanzar un 5% de concentración de fibra. Las condiciones utilizadas en este procedimiento se muestran en la Tabla 8.

3. Para conocer la influencia de las variables de control sobre las propiedades mecánicas de los compuestos se eligieron cuatro condiciones de control: presión de inyección, velocidad de inyección, temperatura de fundido y colchón, tomando como condiciones óptimas los valores observados en la Tabla 9.

Tabla 7: *Condiciones utilizadas durante la determinación de condiciones en el ciclo de moldeo por inyección.*

Variable	Valor
Temperatura de fundido (°C)	170
Velocidad de inyección (%)	20
Presión de inyección (Kg/mm^2)	80
Colchón (mm)	10
Temperatura del molde (°C)	15, 20, 25, 30

Tabla 8*: Condiciones de procesado utilizadas durante el moldeo por inyección de los NFC's*

Variable	Valor
Temperatura de fundido (°C)	170
Velocidad de inyección (%)	20
Presión de inyección (Kg/cm^2)	80
Colchón (mm)	10
Temperatura del molde (°C)	30

Tabla 9: *Variables de control utilizadas durante el moldeo por inyección de los NFC's*

Variable	Baja	Alta
Presión (Kg/cm^2)	56	104
Velocidad de inyección (%)	14	26
Temperatura de fundido(°C)	170	204
Colchón (mm)	7	13

3.3 Caracterización

Para la caracterización de los materiales obtenidos en los experimentos realizados, se requirió realizarla en dos etapas, la caracterización fisicoquímica se efectuó para determinar el efecto del tratamiento alcalino sobre los compuestos de polipropileno y la caracterización fisicomecánica para determinar de igual manera la influencia del tratamiento superficial sobre los NFC's, y por otra parte conocer los efectos de las variables de control del proceso de moldeo por inyección sobre las propiedades.

3.3.1 Caracterización fisicoquímica

3.3.1.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Para ilustrar el efecto del tratamiento alcalino sobre las fibras, éstas fueron sometidas a un análisis microscópico electrónico de barrido utilizando un dispositivo Topcon modelo SM-510 con un voltaje de 15 KV a una distancia de trabajo de 18 mm, empleando un detector de electrones secundarios.

Las muestras se prepararon previamente utilizando la técnica de moldeo por compresión, para posteriormente ser expuestas a una fractura criogénica y poder observar las fibras de agave de manera transversal, antes de ser analizadas los especímenes fueron recubiertos con Au-Pd. Se comparan los análisis de SEM tanto de la fibra en su estado natural como con el tratamiento alcalino, con y sin matriz polimérica. Se analizó una fibra por cada imagen de cada muestra.

3.3.1.2 Difracción de rayos X (WAXD)

Con el fin de evaluar el efecto del tratamiento alcalino sobre la cristalinidad de las fibras naturales de agave y sobre los compuestos de polipropileno reforzados, se utilizó un difractómetro de rayos X Siemens operando a 30 KV y 25 amperes. La cristalinidad de las muestras se calculó utilizando la ecuación 3:

$$I_C = \frac{(I_{002}) - (I_{am})}{(I_{002})} \times 100 \qquad (3)$$

Donde I_c corresponde al índice de cristalinidad, I_{002} la intensidad máxima del pico de difracción correspondiente al plano cristalográfico (002) a ángulos 2θ entre 22° y 23°, I_{am} es la intensidad de difracción del material amorfo que es tomada como la intensidad mínima a ángulos 2θ entre 18° y 19°. Las muestras se prepararon a través de la técnica de moldeo por compresión y fueron escaneadas de 2θ = 5° a 2θ = 35°, usando la radiación CuKα (λ = 1.54 amstrongs). [74]

3.3.1.3 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Se utilizó un calorímetro diferencial de barrido TA modelo Q 200 V 23.5, para medir las transiciones térmicas de los compuestos incluidas las temperaturas de fusión y de cristalización (Tm y Tc respectivamente). Las muestras se sometieron a un primer calentamiento para eliminar el historial térmico de la misma, seguido de un enfriamiento para la evaluación de la cristalización del material y finalmente un segundo calentamiento todos con una velocidad de 10°C/min dentro de un intervalo de temperatura de 0 a 200°C bajo una atmosfera inerte de nitrógeno de ultra alta pureza a una razón de alimentación de 50 ml/min. El tamaño de las muestras se ubicó entre 10 y 12 mg.

3.3.1.4 Microscopía óptica con platina caliente

Para analizar más a fondo el cambio en el comportamiento de cristalización de los NFC's se hicieron microscopias ópticas en un dispositivo Olimpus VX 60 utilizando una platina caliente Mettler FP82HT y un procesador Mettler FP90. Se preparó la muestra a través de la formación de una película de los compuestos en una parrilla de calentamiento a una temperatura de 200°C a través de compresión; para llevar a cabo las observación en el microscopio óptico se sometió dicha película a calentamiento hasta una temperatura de 200°C, al alcanzar este valor se mantuvo constante por tres minutos y posteriormente se inició el proceso de enfriamiento a una velocidad de 10°C/min hasta temperatura ambiente sin el apoyo de atmosfera inerte. Las imágenes fueron capturadas a 10X.

3.3.1.5 Análisis térmico mecánico (DMA)

El comportamiento térmico-mecánico de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave se analizó para proveer información acerca de la adhesión entre la interfase y la matriz polimérica así como su efecto sobre las propiedades mecánicas. El análisis dinámico mecánico es una técnica que permite someter el espécimen a una deformación de manera cíclica, esto permite evaluar la respuesta del material en términos de esfuerzo, temperatura, frecuencia y otros factores. [75]

El análisis termo-mecánico se llevó a cabo usando un DMA Q 800 V 7.5 Build 127, en modo de flexión de tres puntos con cantiléver simple para analizar las propiedades de flexión de los compuestos.

Los especímenes rectangulares de 18.6 x 12.54 x 1.9 mm, se sometieron a análisis dinámico mecánico usando una fuerza inicial de 10 mN seguido por un incremento en la fuerza a una velocidad de 250 mN/min, hasta alcanzar un máximo de 2000 mN y con una velocidad de enfriamiento/calentamiento

de 5°C/min, en un intervalo de temperatura de -50°C a 80°C en atmósfera de nitrógeno, esto con el fin de determinar las propiedades viscoelásticas del material a bajas y altas temperaturas.

Además se realizaron pruebas de fluencia en modo Creep, las cuales se llevaron a cabo a 30 y 50 °C usando un cantiléver simple y el método de flexión en tres puntos con una frecuencia de 1Hz. Las muestras fueron equilibradas durante 5 minutos y sujetas a una carga de 4 N por 30 minutos, seguido de un periodo de recuperación de 30 minutos con 4 N de fuerza aplicada. Las dimensiones de las muestras fueron de 17.38 x 12.57 x 1.94 mm.

3.3.1.6 Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico proporciona información acerca de la estabilidad térmica y la composición de las fibras en términos de volátiles, componentes orgánicos e inorgánicos. (76)

El análisis se llevó a cabo en un equipo TGA Q500 V6.7, a una velocidad de calentamiento de 10°/min, dentro de un intervalo de temperatura de 40 a 600 °C, bajo una atmosfera inerte de nitrógeno con una velocidad de alimentación de 50 ml/min. El tamaño de la muestra osciló entre 5 y 14 mg.

3.3.1.7 Caracterización fisicomecánica

Las pruebas mecánicas llevadas a cabo en esta sección experimental se pueden dividir en dos etapas, aquellas realizadas a las muestras correspondientes al análisis de la influencia del tratamiento alcalino sobre las propiedades físicomecánicas o etapa 1 y aquellas concernientes al estudio de las propiedades de flujo en el ciclo de moldeo por inyección, o

etapa 2, en cualquier caso la preparación de ambos especímenes se realizó de la misma manera.

3.3.1.8 Ensayo de tensión elongación

Estas pruebas fueron realizadas de acuerdo a la norma ASTM D-638 en una máquina de ensayos universal Instron 4301 esquipada con una celda de carga de 50 Kg, una distancia entre mordazas de 114.3 mm, la velocidad de prueba fue de 50 mm/min a una temperatura aproximada de 21°C y una humedad de 50%.

La muestra se coloca entre las mordazas de la máquina de ensayo alineada el eje longitudinal entre las mordazas. Las pruebas de tensión y la recopilación de datos se hacen simultáneamente. (77)

3.3.1.9 Ensayo de flexión

Las propiedades mecánicas de flexión se llevaron a cabo bajo la norma ASTM D 790-10 usando el método de flexión en tres puntos en una máquina de ensayos universal United modelo CFM-100 KN-E, con una distancia entre mordazas de 50 mm, una velocidad de prueba de 1.3 mm/min, una temperatura aproximada de 25°C y humedad relativa de 50%.

Se probaron 3 especímenes y se calculó el promedio de estos, las muestras se apoyaron libremente en las mordazas y la carga máxima se aplicó en el centro de las mismas. El módulo se calculó a partir de la pendiente de la parte inicial en la curva de deflexión. Las pruebas de flexión y la recopilación de datos se hacen simultáneamente. (78)

3.3.2.1 Ensayo de impacto

En las pruebas de impacto, la resistencia de las muestras fue medida usando un dispositivo Izod Custom Scientific Instrument modelo CS-137 D-149 de acuerdo con la norma ASTM D-256-10, donde se obtuvieron los resultados de 14 especímenes a las cuales previamente se les hizo una muesca en el centro para concentrar la energía del impacto. (79)

El espécimen de prueba fue soportado por un cantiléver vertical y roto por un péndulo oscilatorio que golpeó la muesca de manera frontal; la resistencia al impacto se determinó a temperatura ambiente. (80)

IV ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1 Contenido orgánico

La Tabla 10 muestra los resultados obtenidos en la cuantificación de materia orgánica obtenida en cada uno de los tratamientos alcalinos, se puede observar que el tratamiento que más contenido orgánico removió fue el correspondiente al primero sobre la fibra de agave, seguido del tercer tratamiento, y por último el segundo tratamiento.

Los datos obtenidos demuestran que las fibras presentan una capa exterior que uniformiza a los núcleos internos de hemicelulosa, esta fue claramente removida con el primer tratamiento dejando una pared poco susceptible al segundo tratamiento, pero este con la capacidad de separar los núcleos de hemicelulosa de cada una de las fibras, para que en el tercer tratamiento se realizara una extracción superior de materia orgánica. Esto es soportado por los datos de las dimensiones de las fibras, Figura 9, que claramente muestra una reducción en la dimensión externa de las mismas, sin considerar o tomar en cuenta el ataque del tratamiento al interior o en los extremos de la fibra, de cualquier manera a continuación se hace un análisis crítico del cambio en la morfología de las fibras a través de microscopia electrónica de barrido.

***Tabla 10**: Porcentaje en peso del contenido orgánico extraído de la fibra de agave durante el tratamiento superficial alcalino.*

	Primer Tratamiento	Segundo Tratamiento	Tercer Tratamiento
Muestra (g)	80	60	55
Residuo Seco (g)	26.89	19.14	17.18
Residuo (%)	10.49	1.08	3.96

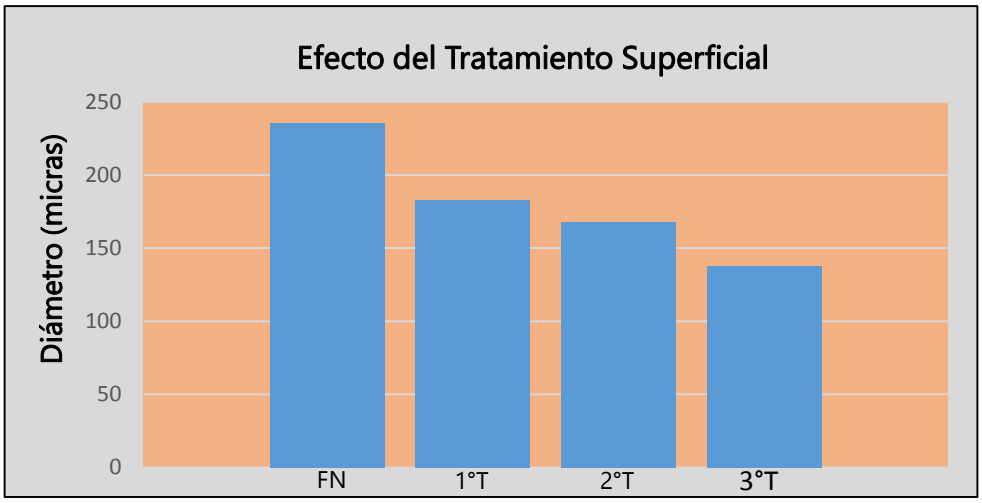

Figura 9: Efecto del tratamiento superficial alcalino sobre el diámetro de la fibra de agave (promedio de 10 fibras analizadas por cada muestra).

4.2 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

En la Figura 10, se aprecia la sección longitudinal de las fibras que ofrece una visión del ataque de los tratamientos al exterior de las mismas, generando la posibilidad de zonas de mayor anclaje para la matriz polimérica. Por otro lado las Figuras 11, 12, 13 y 14 muestran las fibras sometidas a los diferentes tratamientos alcalinos en un corte transversal de piezas moldeadas por compresión a bajas presiones de moldeo, que no representa una agresión directa sobre las cualidades morfológicas de las fibras, por lo que podemos apreciar si los tratamientos tuvieron un efecto al interior de la fibra y a qué grado.

En la Figura 11 que corresponde a las fibras sin tratamiento se puede advertir que la forma de colmena característica de estas fibras está intacta, así como la compactación de la misma, se denota un empaquetamiento de los tres polímeros principales, la lamela de en medio está constituida por lignina y las paredes celulares están formadas por celulosa y hemicelulosa formando agregados conocidos como microfibrillas.

En la Figura 12 se observa el inicio del desarrollo de poros durante el tratamiento superficial causados por la penetración del tratamiento alcalino y la degradación de la celulosa y la hemicelulosa. Así mismo podemos observar que hay desprendimientos de las fibras en un comportamiento frágil e incompatible con la matriz polimérica.

Por otra parte en la Figura 13 se observa una superficie más compacta de la fibra compuesta por hemicelulosa y celulosa y una mejor interacción con la matriz polimérica, recordando que este tratamiento tuvo una extracción menor de contenido orgánico podríamos asumir que los elementos cualesquiera que estos fueran fueron solubilizados por este tratamiento dejando a la fase más resistente de la fibra intacta pero agredida.

En la Figura 14 se puede apreciar la destrucción parcial de la fibra, por el exceso de remoción de material orgánico, puesto que en el tercer tratamiento no se observa una microestructura definida y si una separación de las fibrillas por el esfuerzo de la matriz polimérica ya sea en la etapa de formado o bien de la fractura de la pieza. (81)

Tanto en los compuestos reforzados con fibra sin tratamiento alcalino como para aquellos reforzados con fibra de agave tratada, se observa la presencia de huecos entre los bordes de la fibra y la matriz polimérica, que sugiere una pobre adhesión interfacial entre ambos.

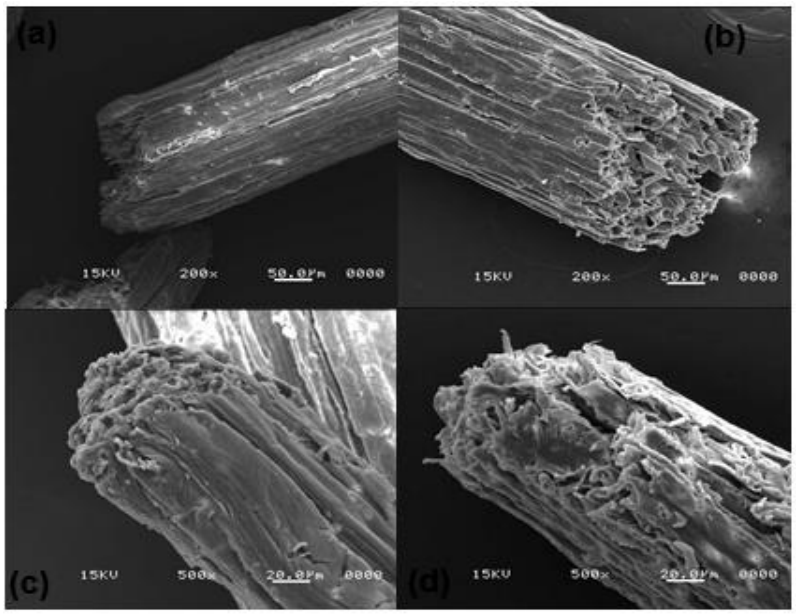

Figura 10: Micrografías electrónicas de barrido de fibra de agave después del tratamiento alcalino: (a) fibra sin tratamiento, (b) fibra con un tratamiento alcalino, (c) fibra con dos tratamientos alcalinos, (d) fibra con tres tratamientos alcalinos.

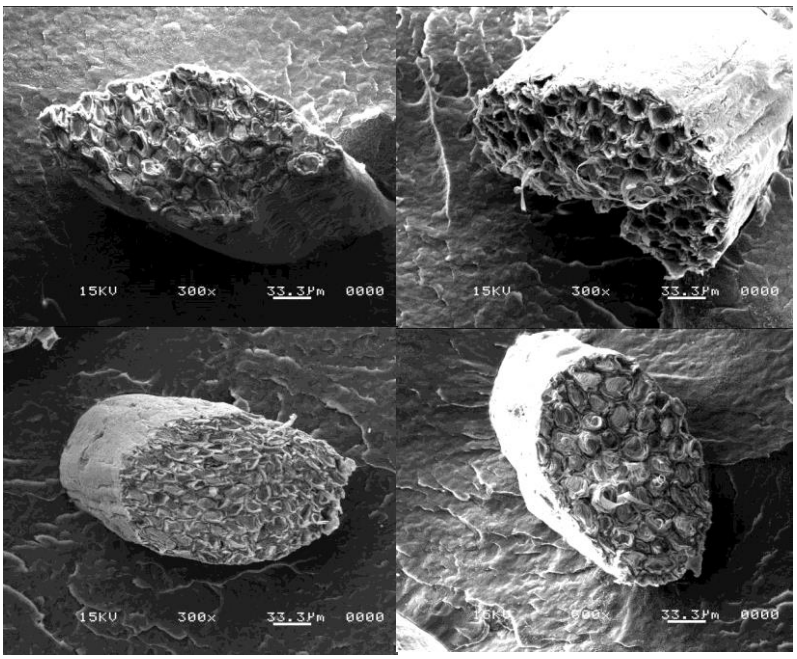

Figura 11: Micrografías electrónicas de barrido de cortes transversales de fibra de agave sin tratamiento alcalino.

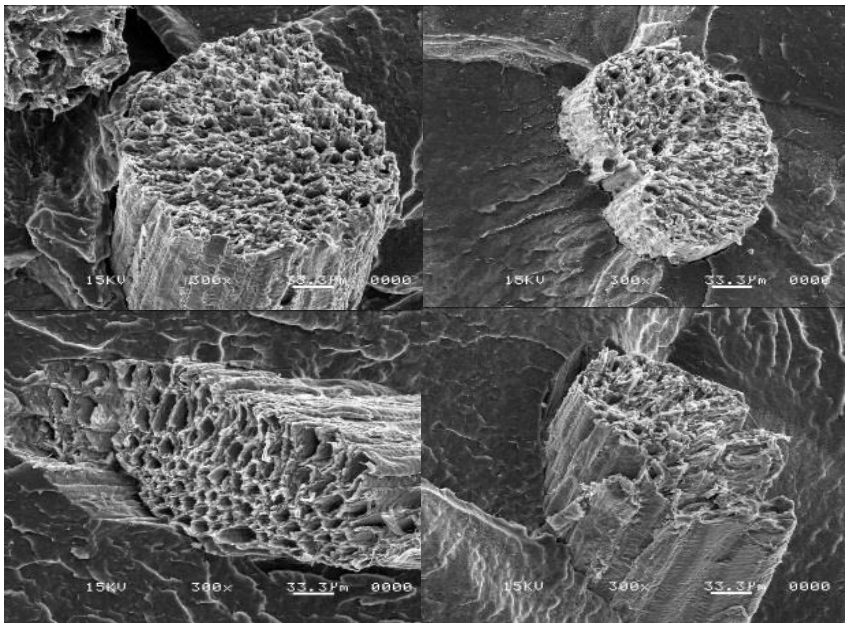

Figura 12: Micrografías electrónicas de barrido de cortes transversales fibra de agave con un primer tratamiento alcalino.

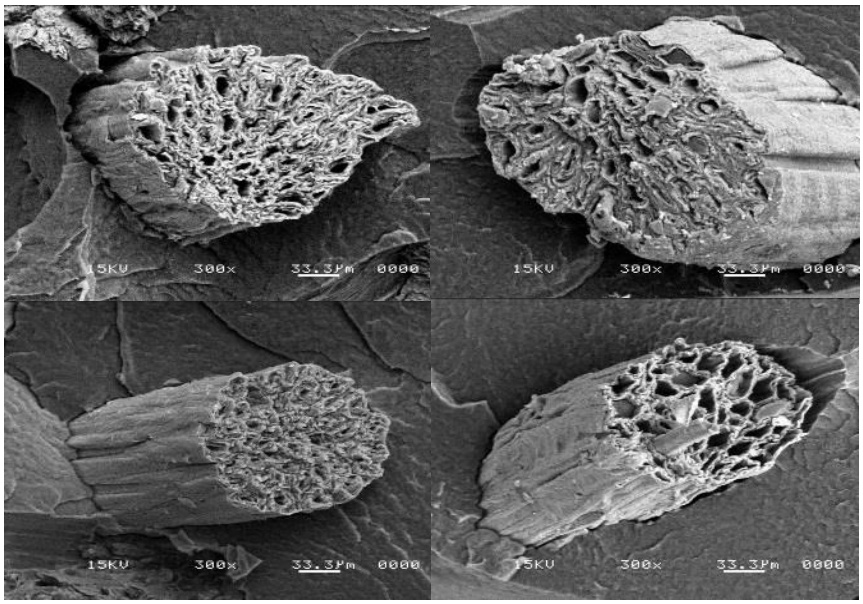

Figura 13: Micrografías electrónicas de barrido de cortes transversales de fibra de agave con dos tratamientos alcalinos.

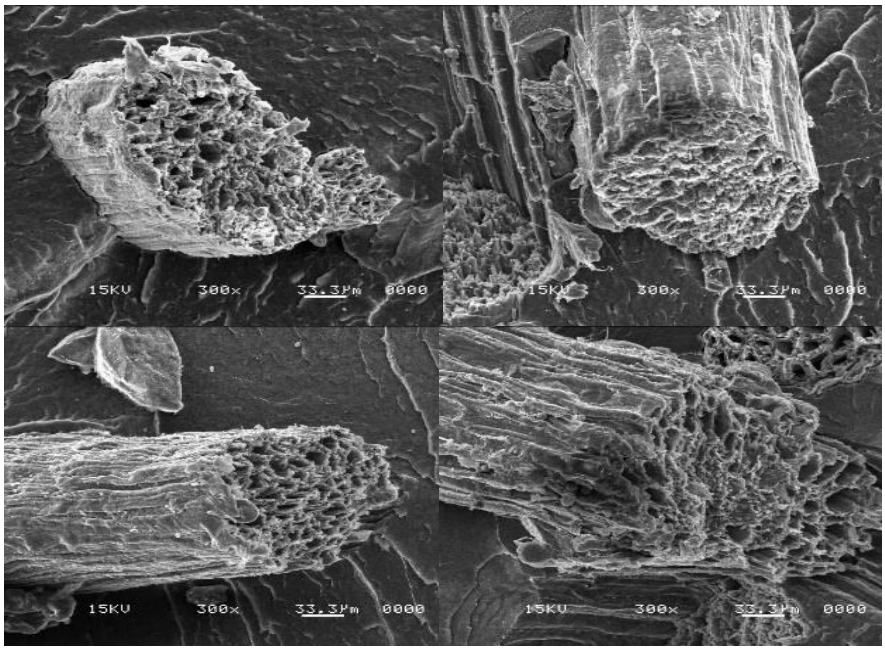

Figura 14: Micrografías electrónicas de barrido de cortes transversales de fibra de agave, con tres tratamientos alcalinos.

4.3 Difracción de rayos X (WAXD)

Los patrones de difracción de las fibras de agave sometidas a tratamiento superficial con NaOH se muestran en la Figura 15, en ella se puede observar un patrón similar al de la celulosa nativa (celulósa I), en ella estos se encuentran cercanamente localizados a 2θ = 14°, 16°, 23° y 35° correspondientes a los planos cristalográficos (101) ,(101), (002) y (040) respectivamente, el desplazamiento de estos se ve desfasado dependiendo del tipo de fibra que se esté utilizando y del tipo de polimorfo de celulosa presente [82]. En este caso no se observa una transformación de celulósa I a celulósa II puesto que no se denota la aparición de las señales características de este polimorfo que corresponden a 2θ = 20.5° y 22.7° pertenecientes a los planos cristalográficos (101) y (002) respectivamente, lo cual muestra que las fibras no presentan una transformación polimórfica a consecuencia del tratamiento alcalino. [83]

Se puede denotar la influencia en el cambio de la intensidad de los picos principales, pero no un cambio en la posición. Sin embargo, si muestra un cambio en el porcentaje de cristalinidad de las fibras como se muestra en la Tabla 11.

Donde en este caso el porcentaje de cristalinidad de las muestras que aumento en todas las muestras tratadas con NaOH, ya que paso de un 46.66% para la fibra natural a 56.32 %, 58.77 % y 49.05% para el primer, segundo y tercer tratamiento respectivamente.

El aumento en la cristalinidad está relacionado con un mejor empaquetamiento y relajación de esfuerzos de las cadenas de celulosa como resultado de la remoción de lignina y otros componentes amorfos presentes en las fibras.

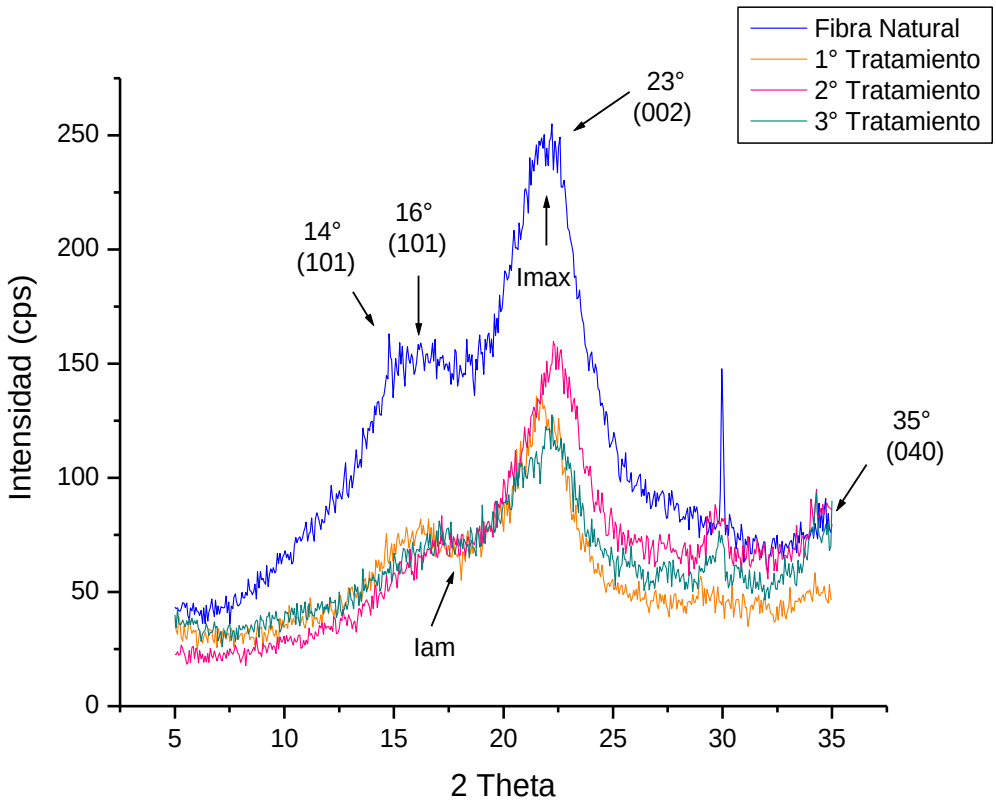

Figura 15: Comparación de patrones de difracción de rayos X (WAXD) de las fibras de agave sometidas a tratamiento superficial alcalino: (a) Fibra sin tratamiento alcalino, (b) Primer tratamiento, (c) Segundo tratamiento, (d) Tercer tratamiento.

***Tabla 11**: índice de cristalinidad de las fibras de agave tratadas con álcali.*

Muestra	I_{am} (cps)	I_{max} (cps)	I_c (%)
Fibra Natural	136.00	255.00	46.66
1° Tratamiento	55.20	126.40	56.32
2° Tratamiento	65.80	159.60	59.77
3° Tratamiento	65.00	127.6	49.05

En la Figura 16 se muestran los patrones de difracción de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave, en ella se pueden observar los picos característicos a los polimorfos α β y γ del homopolímero de polipropileno isotáctico correspondientes a las formas monoclínica, triclínica y ortorrómbica respectivamente, en 2θ = 14.2°α, que corresponde al plano cristalográfico (110), 16.1°β cuyo plano cristalino es (300), 17.0°α perteneciente al plano (040), 18.7°α que pertenece al plano (130), 21.2°γ plano (301) y 22.0°α plano cristalográfico (041), de izquierda a derecha en la imagen y señalados con flechas. [84-85]

En los patrones de difracción se observa el cambio en la intensidad de los picos de difracción, lo que se relaciona directamente con el porcentaje de cristalinidad presente en las muestras, el cual disminuyo para todos los compuestos con respecto al material base, como se percibe en la Tabla 12, el polipropileno en estado puro mostró un porcentaje de 74.6% mientras que los en el caso del PP reforzado con fibra de agave sin tratamiento alcalino mostró un porcentaje de cristalinidad de 50.9%, el hecho de la inclusión de una baja concentración de fibra genera un cambio importante en la cristalinidad del compuesto por lo que se presupone un cambio igual de importante en el proceso de moldeo por inyección.

La relación existente entre la cristalinidad de la fibra y la cristalinidad del compuesto no denota el mismo comportamiento entre los materiales de manera, debido principalmente a factores de tamaño de partícula y relación de forma de las fibras de agave, el compuesto reforzado que presento mayor índice de cristalinidad fue el compuesto con un tercer tratamiento alcalino, donde se supone que la destrucción parcial de la pared celular de la fibra genero partículas de menor tamaño en la mezcla que actuaron como puntos de nucleación, sin embargo no se alcanzó el nivel presentado por el PP en estado puro.

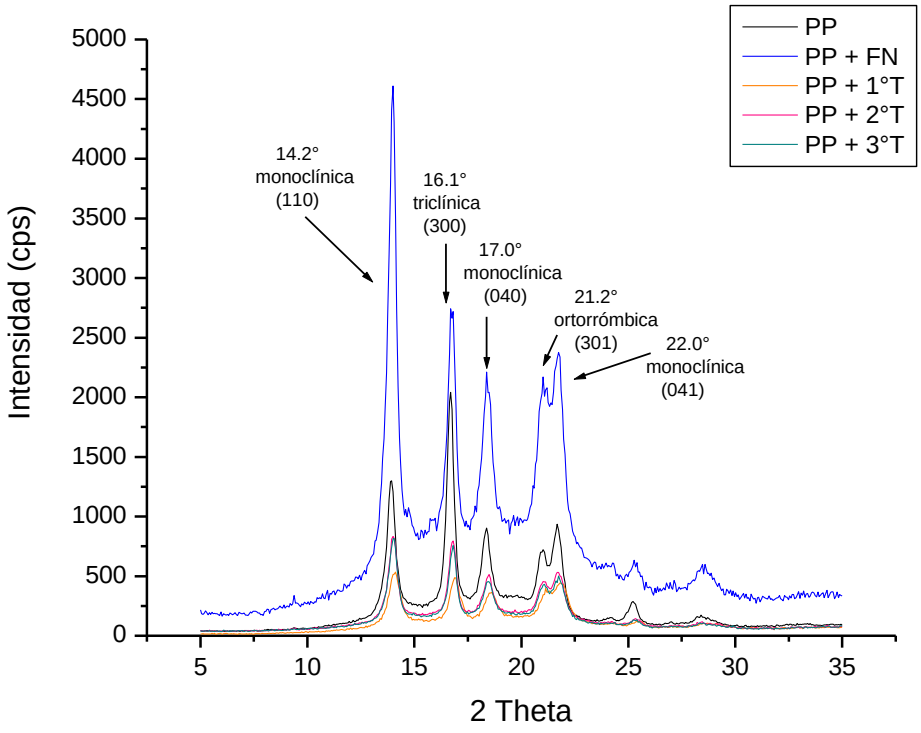

Figura 16: Comparación de patrones de difracción de rayos X (WAXD) de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave:(a) Fibra sin tratamiento alcalino, (b) Primer tratamiento, (c) Segundo tratamiento, (d) Tercer tratamiento.

Tabla 12: *Características de cristalinidad de los compuestos de polipropileno con fibra natural.*

Muestra	Área Total	Área Cristalina	Xc (%)	Área amorfa	Xa (%)
PP	3663.1	2734.9	74.6	928.2	25.3
PP + FN	2276.5	1159.7	50.9	1116.8	49.0
PP + 1°T	1731.3	1094.6	63.2	636.7	36.7
PP + 2°T	2155.2	1318.4	61.1	836.8	38.8
PP + 3°T	2015.9	1289.7	63.9	726.2	36.0

4.4 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

La Figura 17 muestra las curvas de DSC a una velocidad de calentamiento de 10°C/min. La Tabla 13 enlista las temperaturas y entalpías de fusión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave, así como, del polipropileno puro. Para el polipropileno puro se observa un pico endotérmico en 166.50°C, correspondiente a la fusión de su fase cristalina. También se puede observar que todos los compuestos reforzados con fibra, presentan un solo pico endotérmico y un valor menor de temperatura de fusión (Tm) excepto el compuesto con fibra sin tratamiento alcalino, que presenta una Tm = 167.47°C; esto indica que la adición de fibras sin tratamiento podría estar interfiriendo en el desarrollo de estructuras cristalinas de menor tamaño en la matriz polimérica, si se asocia con la presencia de finos en este compuesto y por lo tanto una cantidad mayor de partículas reforzantes que pudieran actuar como agentes de nucleación y en consecuencia la formación de más cristales, se podría explicar el aumento de la Tm en este caso.

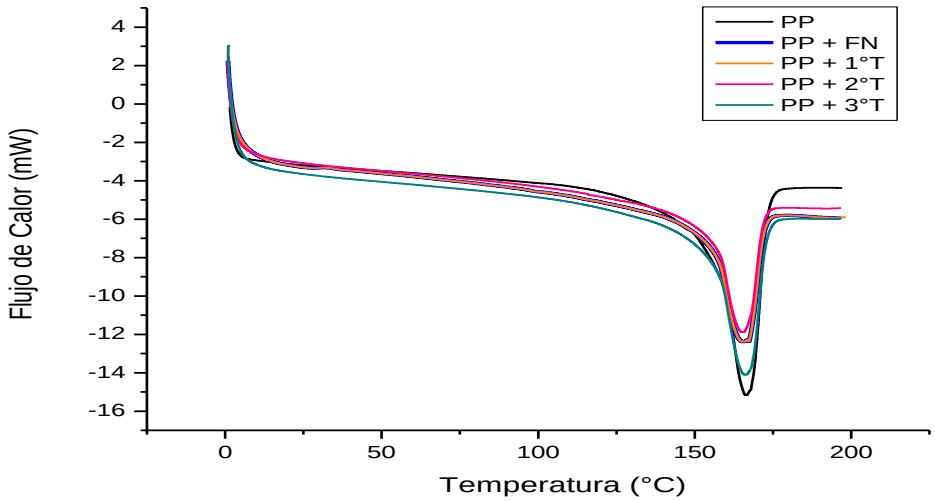

Figura 17: Comparación de los endotermas de fusión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave: (a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer tratamiento.

Por otro lado, la Figura 18 muestra las curvas de cristalización de los compuestos, a una velocidad de enfriamiento de 10°C/min, la Tabla 13 muestra las temperaturas y entalpías de cristalización de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave, así como la fracción cristalina del material, que se obtuvo a partir de la ecuación (4).

Donde ΔHm representa la entalpía de fusión del compuesto y ΔHm° indica la entalpía de fusión del polipropileno 100% cristalino, igual a 209 J/g. De la gráfica podemos observar que el PP en estado puro, presenta una Tc = 120.04 °C ya que todos los demás compuestos presentan temperaturas de cristalización menores; del grupo de las fibras tratadas el segundo tratamiento alcalino muestra una Tc = 116.48 °C, como la más alta de los tratamientos.

Lo anterior que parece indicar que la adición de fibras generó un inicio de la cristalización del material tardío o a temperaturas más altas, puesto que ocurre a partir del fundido; esto podría ser un indicativo parcial de la adhesión interfacial entre la fibra y la matriz polimérica, es decir, que los compuestos con los tratamientos alcalinos no representan un cambio significativo en la adhesión interfacial y por el contrario supone un efecto antagónico ya que la fracción cristalina del material disminuye para todos los compuestos reforzados con fibra, de los cuales el primer tratamiento es el que muestra el mayor valor.

$$\chi = \frac{\Delta H_m}{\Delta H^\circ_m} \times 100 \qquad (4)$$

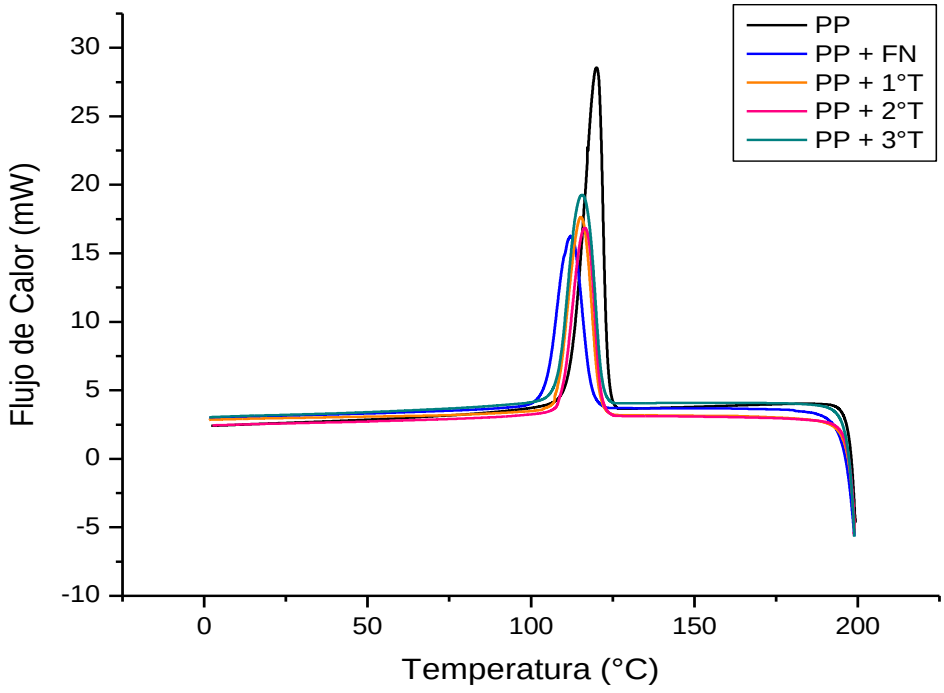

Figura 18: Comparación de exotermas de cristalización de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave: (a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer Tratamiento.

***Tabla 13**: Temperaturas de fusión, cristalización, entalpías de fusión y cristalización de los NFC's.*

Compuesto	Tm (°C)	ΔH_m (J/g)	Tc (°C)	ΔH_c (J/g)	Xc (%)
PP	166.50	85.79	120.04	101.3	41.04
PP + FN	167.47	42.60	112.06	60.10	20.38
PP + 1°T	165.10	59.99	115.29	71.18	28.70
PP + 2°T	165.20	56.65	116.48	65.87	27.10
PP + 3°T	166.13	56.37	115.51	68.88	26.97

4.5 Microscopía óptica con platina caliente

La Figura 19 muestra la morfologías desarrolladas durante el proceso de enfriamiento del polipropileno a una velocidad de 10°C/min, se puede observar que con la disminución de la temperatura, inicia la formación de esferulitas aproximadamente a 120°C, se distinguen los puntos de nucleación del espécimen. Las esferulitas se observan claramente y con límites definidos; aproximadamente a una temperatura de 100°C termina el proceso de crecimiento o expansión de las entidades esferuliticas. El número de esferulitas y su tamaño depende fuertemente de la composición de la muestra. (86)

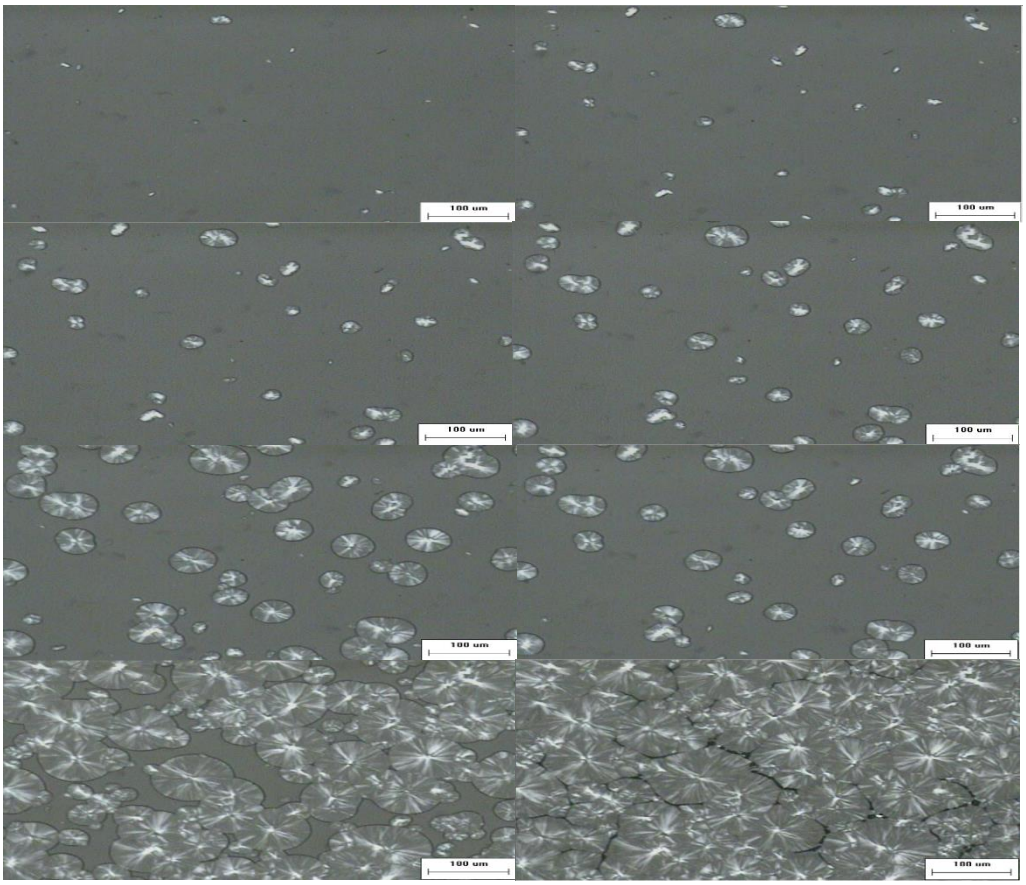

Figura 19: Secuencia de microscopias ópticas que muestran el crecimiento esferulitico del polipropileno, tomadas a 120, 118, 116, 115, 114, 112, 111 y 100°C (de izquierda a derecha).

Por otro lado, la Figura 20 muestra la secuencia de microscopías ópticas del proceso de cristalización del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sin tratamiento alcalino, en este caso el proceso de nucleación inicia aproximadamente a 120°C similar al polipropileno convencional, con un significativo aumento de los puntos de nucleación por unidad de área, esto puede ser debido a la presencia de partículas o finos de fibra de agave presentes en la mezcla; el crecimiento ocurre hasta una temperatura cercana a los 100°C.

En este caso la morfología obtenida también es esferulitico aunque también se puede denotar morfología transcristalina en los límites de las fibras, morfología que toma lugar cuando se lleva a cabo una nucleación heterogénea a alta densidad a lo largo de la interfase y que consiste en la restricción del crecimiento esferulitico en dirección lateral.

Muchos factores pueden propiciar el crecimiento transcristalino en polímeros semicristalinos entre los más relevantes se encuentran las condiciones de procesamiento de los compuestos de polipropileno entre los que destacan el ciclo de enfriamiento, la composición química de la superficie de la fibra o la presencia de sitios de nucleación en la superficie de la fibra influenciada directamente por el tratamiento alcalino sobre las fibras, entre otros. [87-88]

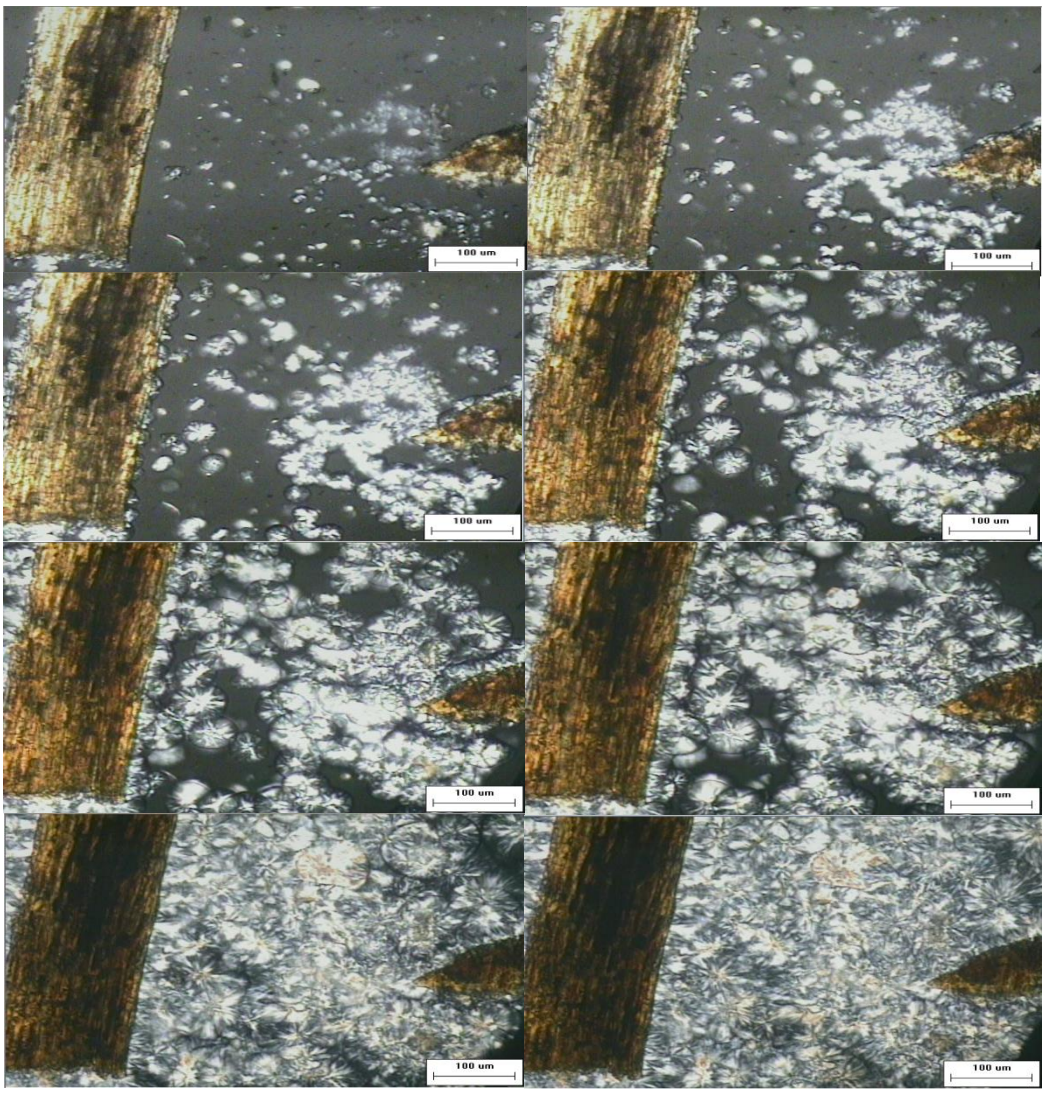

Figura 20: Secuencia de microscopias ópticas que muestra el crecimiento esferulitico alrededor de una fibra del compuesto de polipropileno más fibra de agave sin tratamiento alcalino, tomadas a 120, 118, 116, 114, 113, 112, 110 y 100°C (de izquierda a derecha).

La Figura 21 muestra el crecimiento cristalino del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sometida a un tratamiento alcalino, el inicio de la nucleación se sitúa a una temperatura aproximada de 118°C, una reducción en la temperatura mostrada por los compuestos anteriores, sin embargo, la nucleación pudo empezar antes fuera del área de observación seleccionada ya que el proceso alcalino no tuvo un efecto polimórfico sobre la muestra.

En esa secuencia de imágenes podemos observar que las esferulitas crecen a partir de mayor número de puntos de nucleación similar al caso del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sin tratamiento alcalino, además de que también se puede observar crecimiento transcristalino en los alrededores de la fibra.

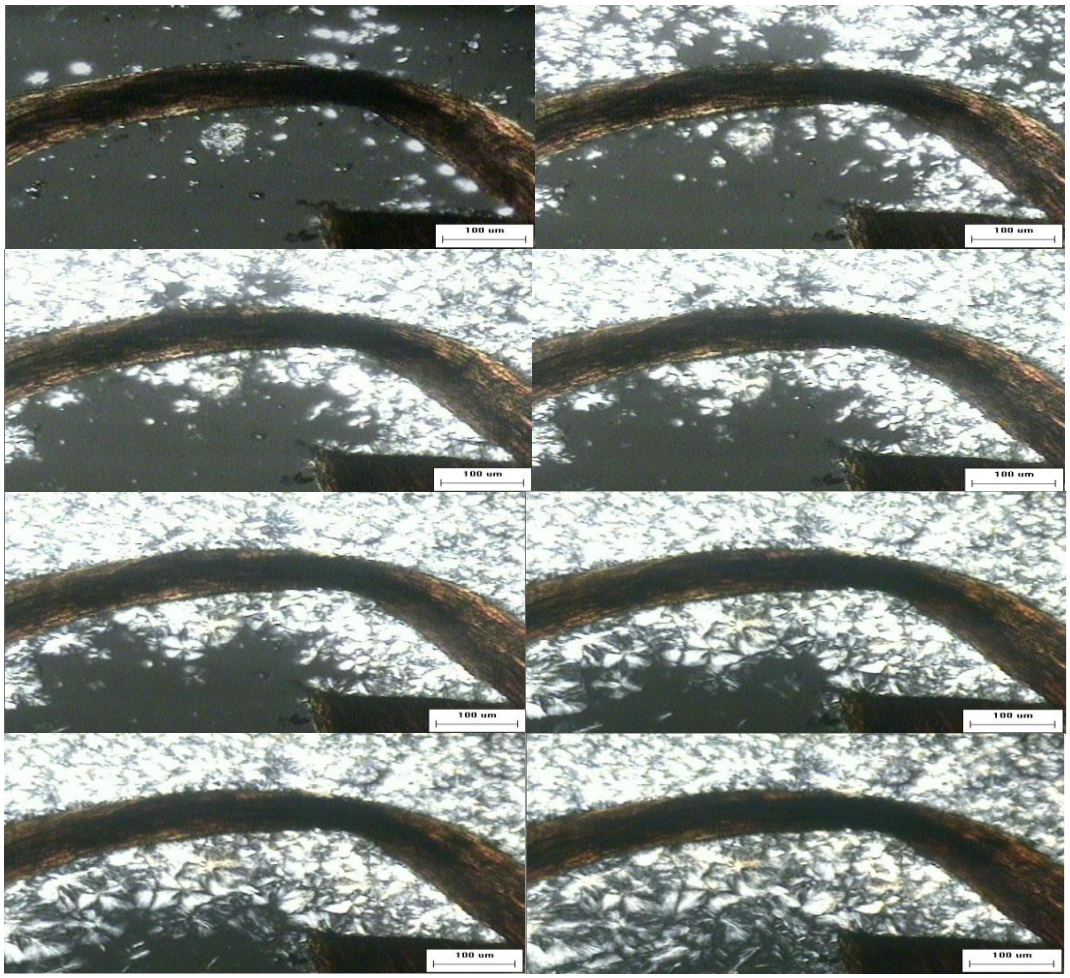

Figura 21: Secuencia de microscopías ópticas que muestran el crecimiento esferulitico del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sometida a un tratamiento alcalino, tomadas a 118, 113, 111, 110, 107, 104 y 100°C (de izquierda a derecha).

De igual manera se presentan las micrografías ópticas obtenidas en el análisis del proceso de cristalización del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sometida a dos tratamientos alcalinos, Figura 22, de ellas podemos observar que el proceso de formación cristalina inicia a una temperatura aproximada de 118°C, y que el crecimiento de éstas finaliza a una temperatura cercana de 100°C, también se puede apreciar la presencia de burbujas cercanas a la fibra dentro del área de observación, esto se debe principalmente a la preparación de la muestra, pues la fibra es de un espesor muy grande y provoca la entrada de aire o la salida de humedad en la película preparada.

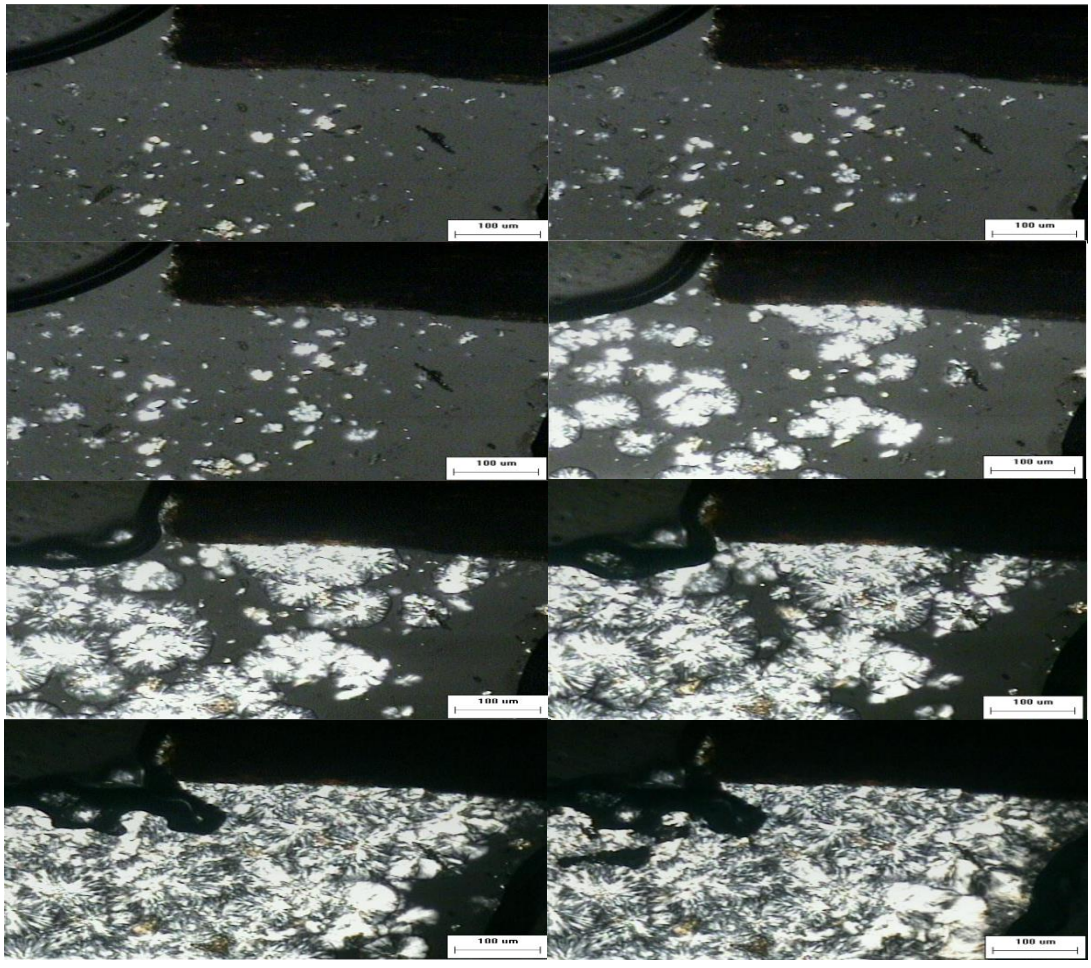

Figura 22: Secuencia de microscopias ópticas que muestran el crecimiento esferulitico del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave con dos tratamientos alcalinos, tomadas a 120, 118, 116, 113, 111, 110, 107 y 100°C (de izquierda a derecha).

Finalmente en la Figura 23, se observa el proceso de enfriamiento del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sometida a tres tratamientos alcalinos, en la imagen se puede apreciar el inicio del proceso de nucleación a una temperatura aproximada de 121°C, también se pudo denotar el crecimiento de estructuras cristalinas con morfología esferulitica y morfología transcristalina en los alrededores de la fibra y sobre ella, el crecimiento terminó a una temperatura aproximada de 100°C.

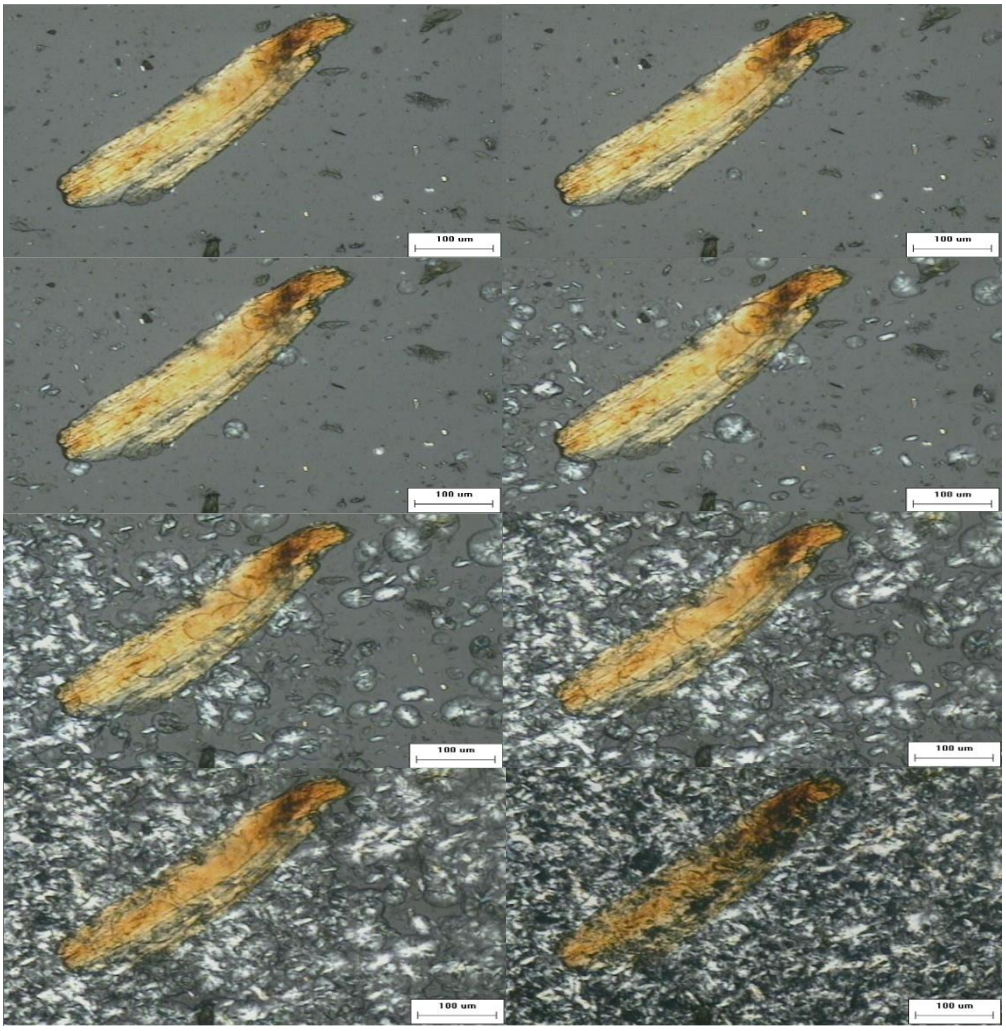

Figura 23: Secuencia de microscopías ópticas del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sometida a tres tratamientos alcalinos tomadas a 121, 118, 116, 114, 112, 110, 109 y 100°C (de izquierda a derecha).

4.6 Análisis dinámico mecánico (DMA)

La Figura 24 muestra el cambio en el módulo de almacenamiento de los diferentes compuestos reforzados con fibra de agave, se encontró que el valor del módulo de almacenamiento (E') fue mayor para el compuesto que contenía la fibra de agave con dos tratamientos alcalinos, esto a 5194 MPa seguido por los otros compuestos con fibra de agave, ya que todos obtuvieron valores mayores al del polipropileno en estado puro.

El módulo de almacenamiento se reduce conforme aumenta la temperatura, se puede notar que el módulo de los compuestos reforzados tiene una ligera caída con el aumento de la temperatura en comparación con la resina pura que tiene una caída más pronunciada. Esto lo podemos relacionar con el cambio en la cristalinidad de los diferentes compuestos.

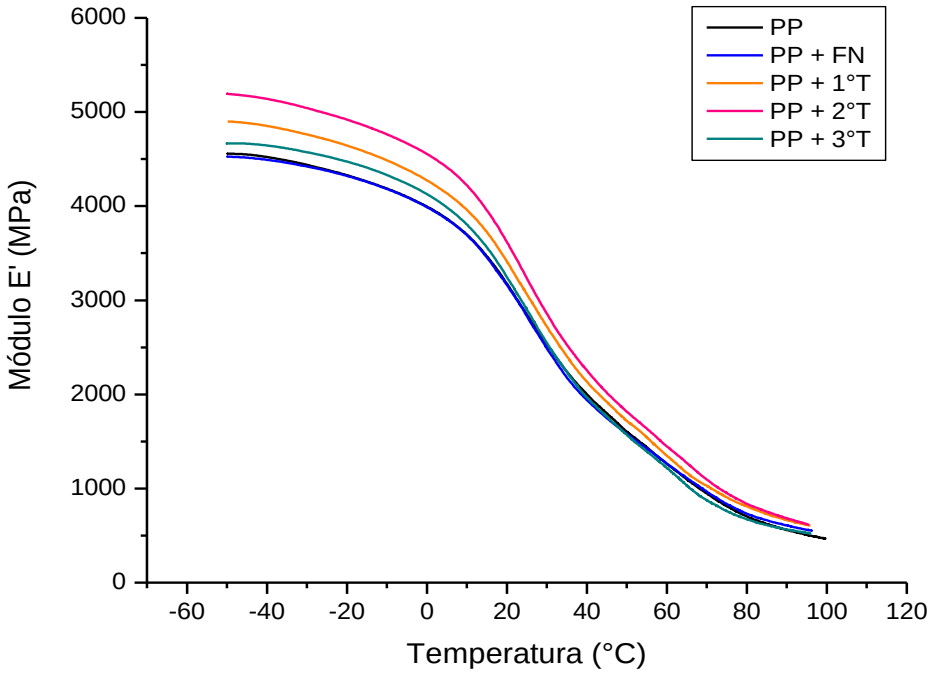

Figura 24: Curvas de módulo de almacenamiento de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave: (a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer tratamiento.

Esto se debe a la adición de fibras que presentan buenas propiedades mecánicas a la matriz. Como es de esperarse a altas temperaturas la caída del módulo de almacenamiento se hace evidente para todos los compuestos debido a la disminución en las propiedades mecánicas de la muestra.

El compuesto con el mayor valor de módulo en la región hulosa fue aquel que contenía fibra de agave con dos tratamientos alcalinos. El módulo de pérdida E'' fue de 93.63 MPa para el polipropileno puro, mientras que el compuesto con mayor módulo viscoso fue de igual manera el de fibra de agave con dos tratamientos superficiales con 122.7 MPa a 23.45°C.

En la Figura 25 se puede observar que el módulo viscoso se incrementa y reduce con el aumento de la temperatura en la muestra, así como, el contenido de fibra de agave tiene una mayor influencia sobre las propiedades viscosas del material que sobre las propiedades elásticas tanto a bajas como altas temperaturas.

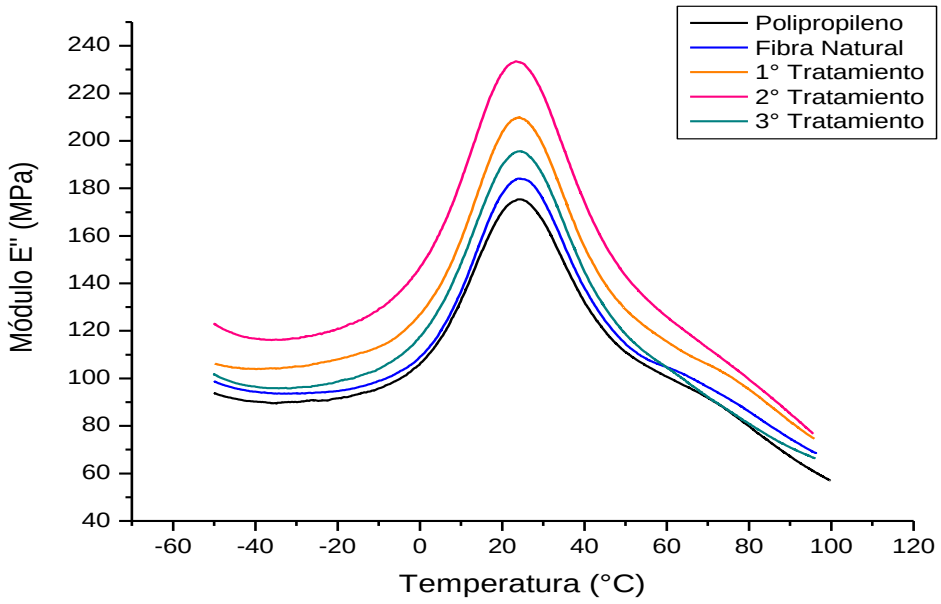

Figura 25: Curvas de módulo de pérdida de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave: (a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer tratamiento.

La Tan δ está determinada por la relación del módulo de perdida E'' y el módulo de almacenamiento E', la incorporación de las fibras afecta el comportamiento de Tan δ, esto debido a la concentración de esfuerzos de tensión junto con las características viscoelásticas de disipación de energía de la matriz. [89] Tan δ depende de la adhesión entre la matriz y la fibra, por lo tanto una pobre unión entre estas generara valores altos de Tan δ, una mayor adhesión reduce el movimiento de las moléculas de polímero, reduciendo su valor. [90]

De la Figura 26 se observa que Tan δ se incrementa en los compuestos reforzados con fibra natural, sin embargo, de estos compuestos, el menor valor de Tan δ se observó para el compuesto con fibra de agave sometida a tres tratamientos alcalinos. La temperatura a la cual el compuesto alcanzó su máximo puede ser referida como la Tg del compuesto (Ver tabla 14).

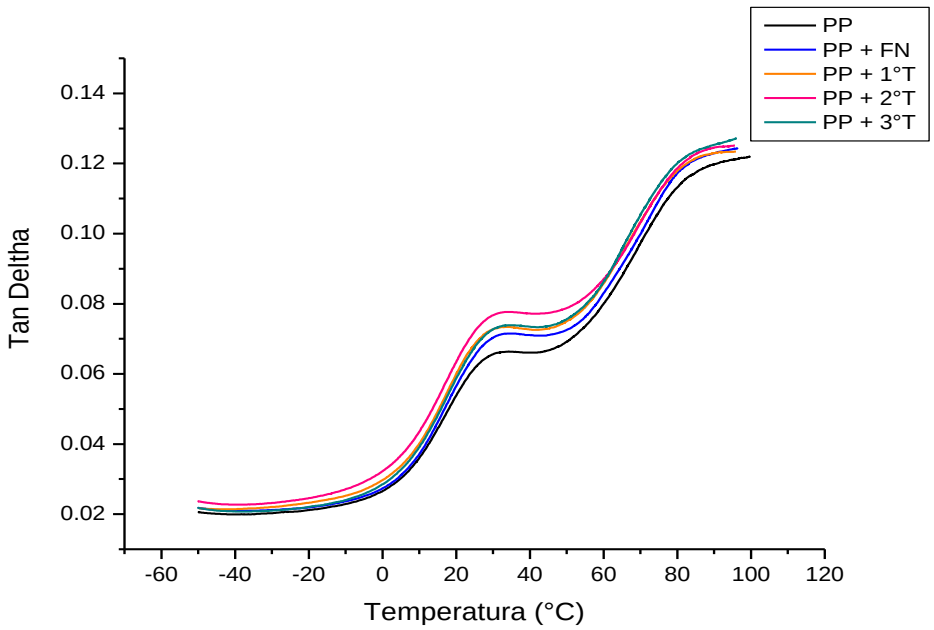

Figura 26: Curvas de tan δ de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave: (a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Polipropileno más fibra de agave con tres tratamientos.

Tabla 14: *Valor de temperaturas de transición vítreas de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave obtenidos a partir del análisis dinámico mecánico.*

Compuesto	Tg Tan δ (°C)
Polipropileno	33.89
Fibra Natural	33.94
1° Tratamiento	34.57
2° Tratamiento	33.94
3° Tratamiento	33.94

4.7 Ensayo de fluencia (CREEP)

Para los compuestos analizados a 50°C, Figura 27, el compuesto con menor porcentaje al finalizar la aplicación de la carga fue aquel reforzado con fibra natural con un valor de 1.215%, el que exhibió el mayor porcentaje de deformación fue el compuesto con la fibra sometida a tres tratamientos alcalinos con 1.396%. Al término de la etapa de recuperación la mezcla con menor índice de deformación fue el polipropileno en estado puro con un valor de 0.3650% seguido del compuesto con fibra natural con 0.3750%.

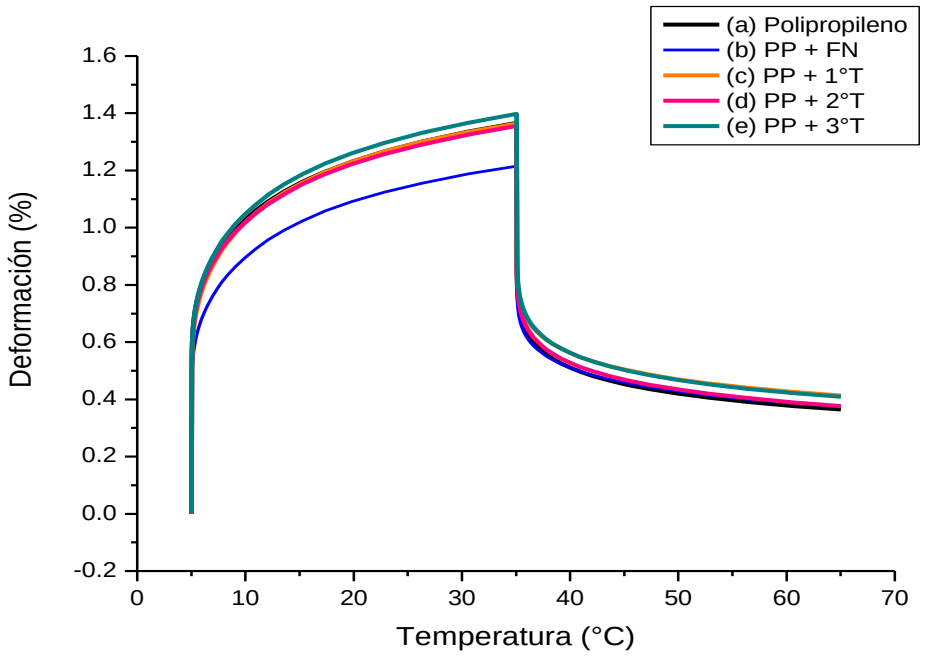

Figura 27: Influencia del tratamiento alcalino sobre las propiedades de fluencia de los compuestos de polipropileno a 50°C:(a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer tratamiento.

La Figura 28 muestra las curvas resultantes de la influencia del tratamiento alcalino sobre las propiedades de fluencia (Creep) a temperatura fija de 30°C posterior a un calentamiento controlado. El compuesto que exhibe mayor porcentaje de deformación al final de la aplicación del esfuerzo es el primer tratamiento con 0.7231%. El que posee el menor porcentaje de deformación es el que se encontraba reforzado con fibra sin tratamiento alcalino; después del ciclo de recuperación el compuesto con el menor porcentaje de deformación fue el que contenía fibras con un solo tratamiento alcalino con un valor de 0.1040%.

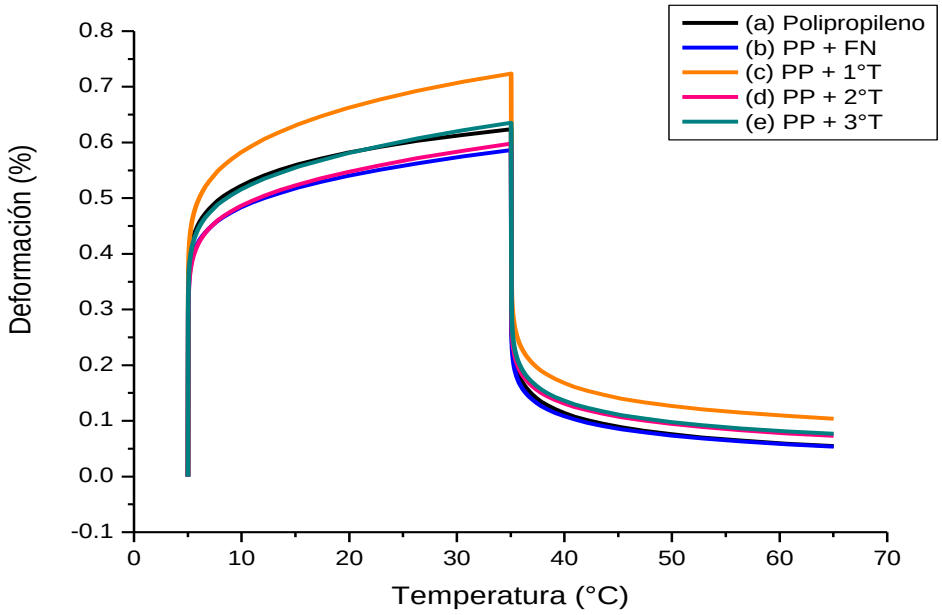

Figura 28: Influencia del tratamiento alcalino sobre las propiedades de fluencia de los compuestos de polipropileno a 30°C:(a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer tratamiento.

En este análisis el compuesto reforzado con fibra natural de agave sin tratamiento alcalino fue el que mostró más efecto reforzante, esto indica que el cambio en la morfología superficial de la fibra no significo una variable de efecto, y puede deberse al hecho de que en principio la fibra natural contiene más número de partículas reforzantes, debido a la presencia de finos o partículas que se filtran en el tamizado y que son eliminadas en los diferentes tratamientos superficiales aplicados a las fibras.

4.8 Análisis termogravimétrico (TGA)

La Figura 29 presenta las curvas de TGA para las fibras de agave utilizadas con los diferentes tratamientos alcalinos. De acuerdo con la imagen se puede observar que la fibra sin tratamiento alcalino presenta tres pérdidas de peso significativas, iniciando con 4.636% de peso relacionado con la pérdida de agua, la primera pérdida significativa de 27.10% en 244.38°C, 50.68% a 374.32°C y finalmente una última pérdida de peso de 13.81% arriba de 600°C.

Estudios relacionados a la biodegradabilidad de los biopolímeros presentes en las fibras han encontrado que la lignina tiene alta temperatura de degradación (280-500°C), comparada con la celulosa (240-350°C) y la hemicelulosa (200-260°C). Además de la posibilidad que partículas de menor tamaño alcanzaron temperaturas de descomposición más rápido. [91]

Por lo tanto el desarrollo de poros observados en las micrografías electrónicas de barrido demuestra la posibilidad de que la descomposición de cuerpos celulósicos y azúcares sea en menor proporción en los primeros dos tratamientos que en el último.

La Tabla 15 ilustra los porcentajes en peso alcanzados por cada tratamiento alcalino, a las temperaturas indicadas para las pérdidas de los tres biopolímeros principales, de las fibras naturales, relacionado con la eliminación de la celulosa y la hemicelulosa de las fibras, esto se hace evidente en las curvas de TGA donde el porcentaje en peso de las tres caídas principales disminuye a consecuencia de los tratamientos alcalinos. Siendo menor en el caso del tercer tratamiento.

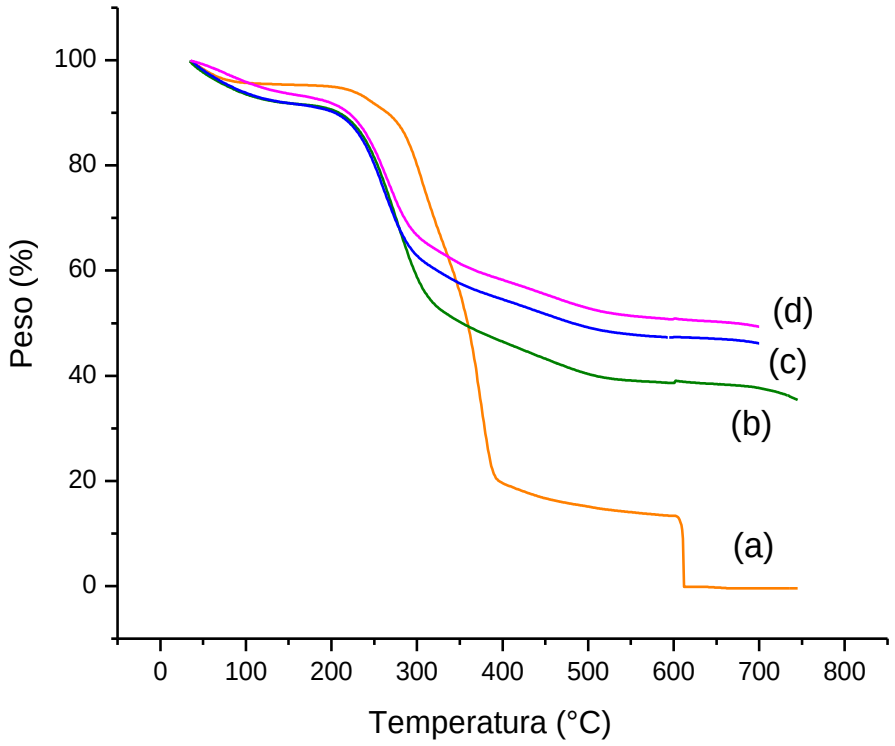

Figura 29: Curvas de pérdida en peso de las fibras de agave sometidas a tratamiento superficial: (a) Sin tratamiento alcalino, (b) Primer tratamiento, (c) Segundo tratamiento, (d) Tercer tratamiento.

Tabla 15: *Porcentajes de pérdida en peso de las fibras de agave utilizadas.*

Tipo de Fibra	Hemicelulosa (%)	Celulósa (%)	Lignina (%)
Fibra Natural	27.10	50.68	13.81
1° Tratamiento	8.291	43.98	8.839
2° Tratamiento	31.18	5.775	7.421
3° Tratamiento	29.59	5.608	7.327

4.9 Pruebas Fisicomecánicas

4.9.1 Determinación de condiciones

Las siguientes figuras muestran los resultados obtenidos a partir de las pruebas fisicomecánicas realizadas a los compuestos de polipropileno para determinar la temperatura ideal de molde para posteriormente llevar a cabo la elaboración de las piezas con los NFC's.

4.9.1.1 Propiedades de tensión

La Figura 30 muestra una comparación del módulo de Young alcanzado por los materiales de polipropileno al ser elaborados, teniendo como factor crítico diferentes temperaturas de molde, de los cuatro especímenes, aquel elaborado con 20° fue el que menor valor presentó, teniendo un módulo de 1030.67 N/mm^2, mientras que las muestras restantes alcanzaron valores de 1192.48, 1171.40 y 1192.48 N/mm^2 de 15°C, 25°C y 30°C respectivamente.

En la Figura 31 se observan los resultados obtenidos de las pruebas mecánicas de tensión, en este caso el esfuerzo a la cedencia de materiales de polipropileno, la gráfica muestra claramente que el espécimen de menor resistencia a la tensión fue el elaborado cuando se utilizó una temperatura de 15°C en el molde, teniendo una resistencia a la cedencia de 30.99 N/mm^2, mientras que las demás muestras presentaron resultados similares: 31.29, 31.21 y 31.19 N/mm^2 para las siguientes temperaturas.

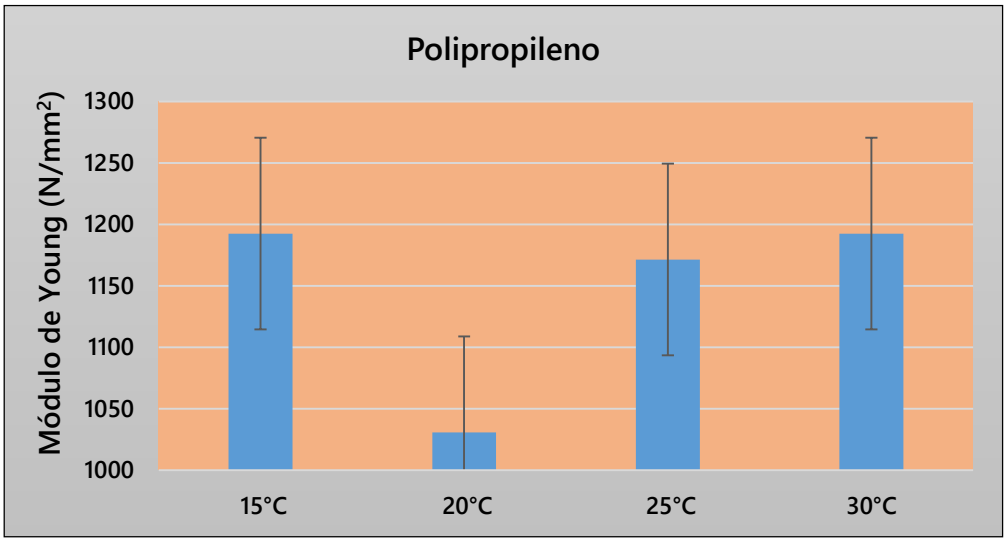

Figura 30: Efecto de la temperatura del molde sobre el módulo de Young en compuestos de polipropileno.

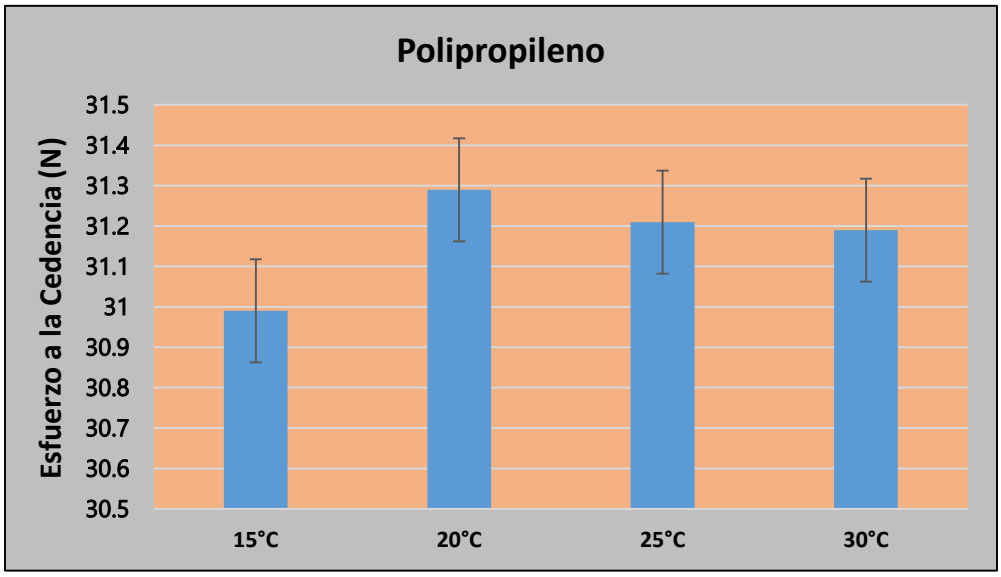

Figura 31: Efecto de la temperatura del molde sobre el esfuerzo a la cedencia de compuestos de polipropileno.

4.9.1.2 Propiedades de flexión

Se realizó una comparación del módulo de flexión alcanzado por el polipropileno al ser fabricados utilizando diferentes temperaturas del molde, de la Figura 32 se puede observar que el material con menor módulo de flexión fue el elaborado a 25°C mostrando un valor 771.88 N/mm^2, seguido del material de 30°C con 777.76 N, y los materiales con 15°C y 20°C alcanzaron 828.36 y 863.96 N/mm^2 respectivamente.

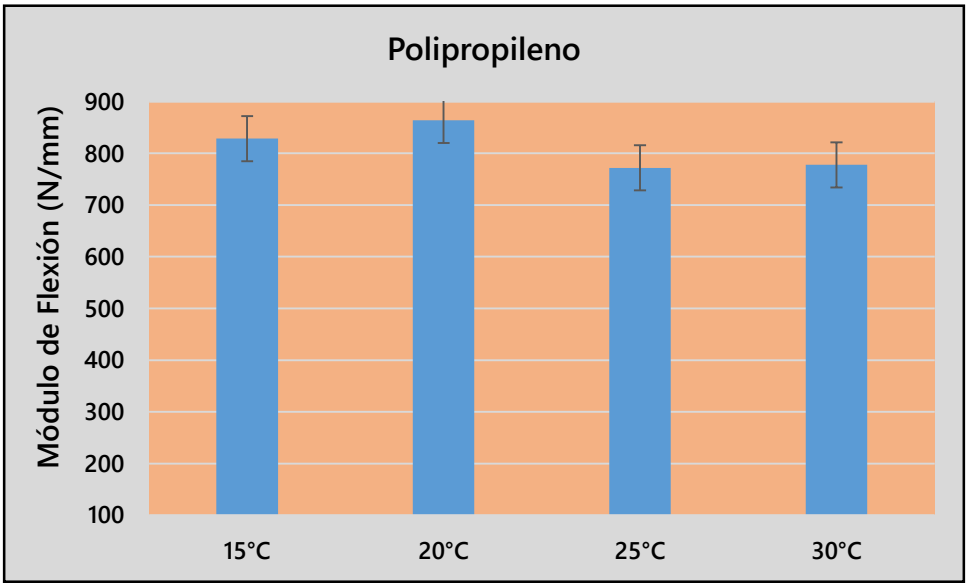

Figura 32: Efecto de la temperatura del molde sobre el módulo de flexión de compuestos de polipropileno.

La comparación del esfuerzo de cedencia en modo flexión de los materiales de polipropileno se muestran en la Figura 33, donde se observa que se alcanzó un mayor valor cuando se utilizó una temperatura de 20°C con

37.35 N/mm^2, mientras que las demás muestras alcanzaron valores de 36.59, 34.68 y 35.16 N/mm^2 a 15°C, 25°C y 30°C respectivamente.

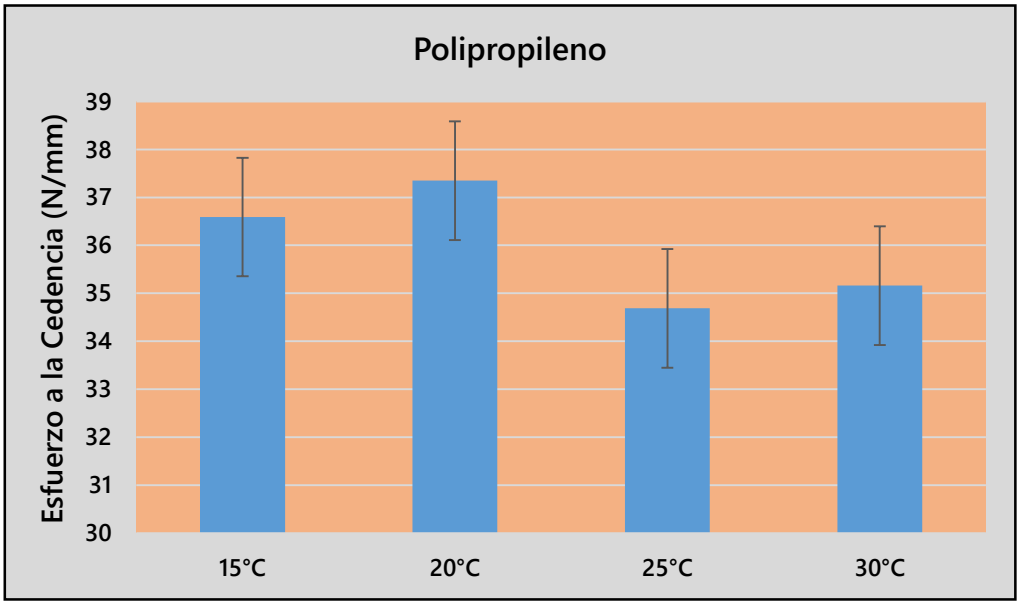

Figura 33: Efecto de la temperatura del molde sobre el esfuerzo a la cedencia de compuestos de polipropileno.

Con base a estos resultados se determinó que la temperatura del molde a utilizar durante el proceso de moldeo por inyección de los NFC's fue la de 30°C, ya que a pesar que los valores de los resultados expresados en las gráficas comparativas tanto de propiedades de tensión como propiedades de flexión presentaron diferencias significativas y fueron diferentes en cada caso, se optó por esta temperatura debido a que una temperatura del molde más alta favorecerá en cualquier caso las propiedades mecánicas de los compuestos a elaborar, debido a la disminución de un cambio brusco de temperatura al entrar en contacto el material polimérico con la superficie del molde.

4.9.2 Efecto del tratamiento alcalino

En esta sección de muestran los resultados obtenidos durante las pruebas fisicomecánicas de tensión, flexión e impacto llevadas a cabo en el orden de determinar el tipo de refuerzo utilizado durante la elaboración de NFC's para la evaluación posterior del efecto de las variables de control sobre el ciclo de molde por inyección.

4.9.2.1 Propiedades de tensión

La Figura 34 muestra la disminución del módulo a la tensión de los compuestos de polipropileno de 1584 N/mm^2 a 449.04 N/mm^2 para el compuesto con fibra natural, el cual fue el que mayor módulo presentó en comparación a los compuestos de polipropileno reforzado con fibra de agave, mientras que los otros compuestos no alcanzaron valores mayores a 430 N/mm^2.

En el caso de la fibra tratada con álcali, su longitud y su diámetro se ven reducidas a consecuencia de la remoción de compuestos orgánicos, por lo que falla por desgarre y su resistencia a la tensión se ve disminuida. (92)

Sin embargo, el tratamiento alcalino remueve hemicelulosas y ligninas, hace que las fibras se hinchen y que la energía se transfiera mejor entre las últimas celdas de las fibras, esto se traduce en una mejoría en las propiedades mecánicas de los compuestos, pero solo para aquellos en los que no se ha retirado una cantidad suficiente de materia orgánica. (93)

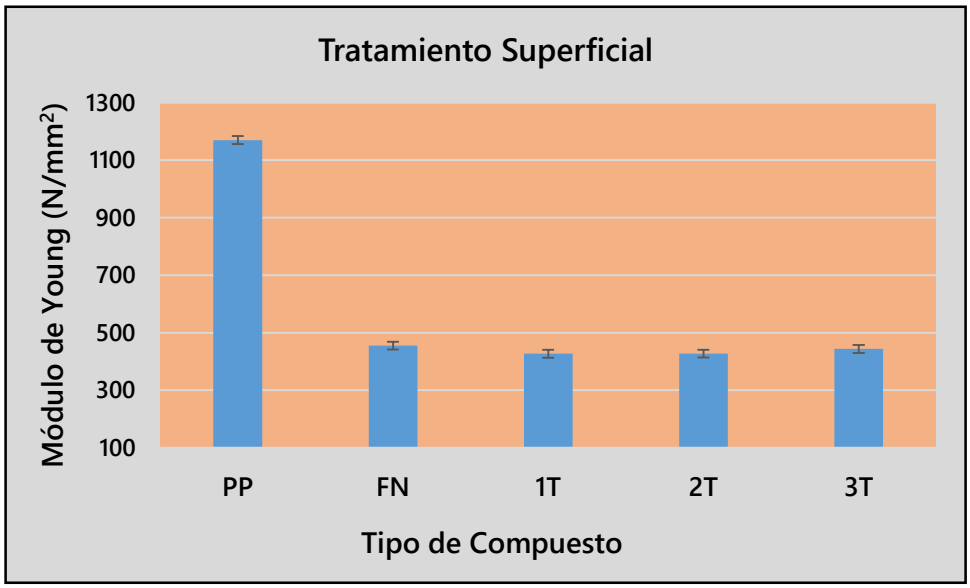

Figura 34: Efecto del tratamiento superficial alcalino sobre el módulo de Young de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave.

Para el esfuerzo a la cedencia en cambio, se observa la misma tendencia, se encontró que los especímenes correspondientes al polipropileno sin refuerzo y al compuesto con un tratamiento de la fibra de agave fueron los que mostraron una mayor resistencia a la cedencia con 35.00 N/mm^2 y 31.01.30 N/mm^2 respectivamente. La resistencia a la tensión está influenciada por el tratamiento y la remoción de los componentes principales de las fibras en este caso celulosa, hemicelulosa y lignina.

La figura 35, muestra la comparación del esfuerzo a la cedencia de los compuestos con diferentes tratamientos a la fibra, el compuesto con un primer tratamiento alcalino demostró ser capaz de proveer resistencia y una elongación continua, mientras que los otros especímenes no presentaron esfuerzos mayores a los 31 N/mm^2 aproximadamente.

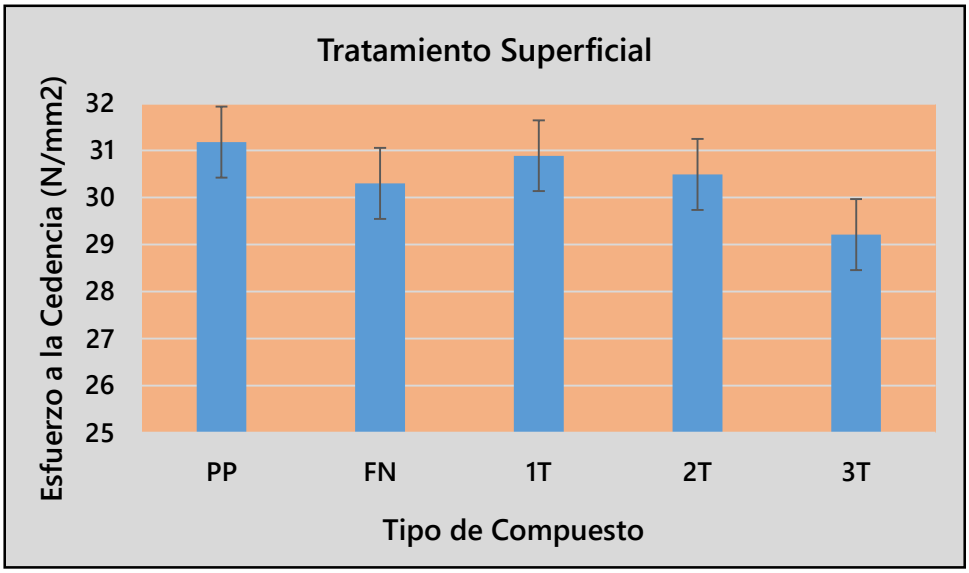

Figura 35: Efecto del tratamiento superficial alcalino sobre el esfuerzo a la cedencia de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave.

4.9.2.2 Propiedades de flexión

Las Figuras 36 y 37 muestran el módulo de flexión y el esfuerzo a la cedencia respectivamente de los diferentes compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave. Se observa que el módulo se incrementó con la adición de fibras de agave al polipropileno, es interesante notar que el polipropileno puro con alcanzo un módulo de 1165 N/mm2 y el polipropileno con un primer tratamiento alcanzo un valor de 1199 N/mm2, mientras que los demás compuestos también incrementaron su valor ubicándose en 1174.15 y 1170.96 N/mm^2 en el caso del segundo y tercer tratamiento respectivamente. El módulo de flexión es un indicativo de la rigidez del material en condiciones de flexión estática.

Por otro lado la resistencia a la flexión aumentó en todos los casos para los compuestos que contienen fibra de agave, ya que paso de 35.86 N/mm^2 para el polipropileno a 40.26 N/mm^2 para el compuesto de fibra natural, no se observan diferencias significativas en la resistencia a la flexión de los compuestos con fibras tratadas alcalinamente ya que estos compuestos obtuvieron entre 38 y 39 $N/mm^{2.}$

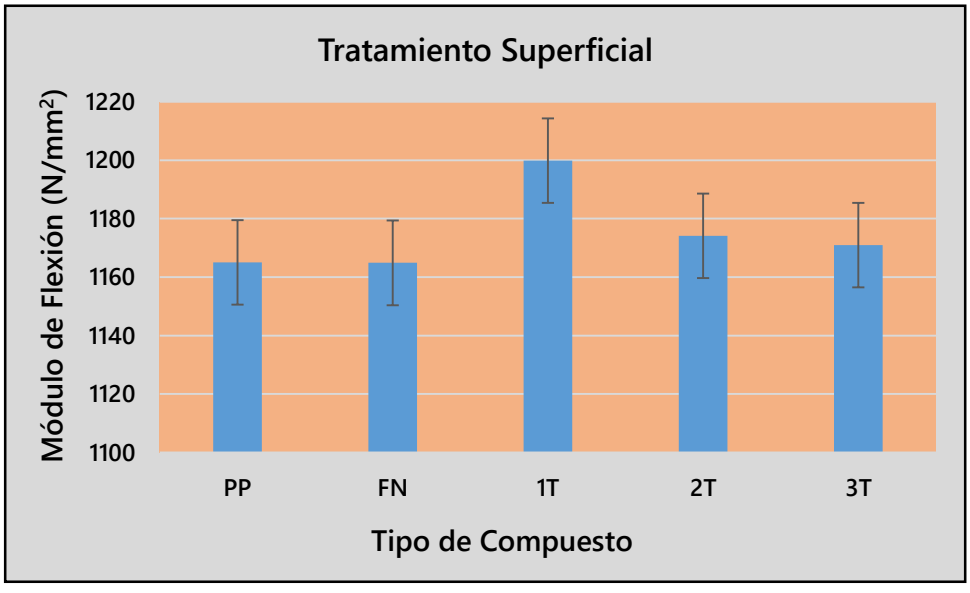

Figura 36: Efecto del tratamiento superficial alcalino sobre el módulo de flexión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave.

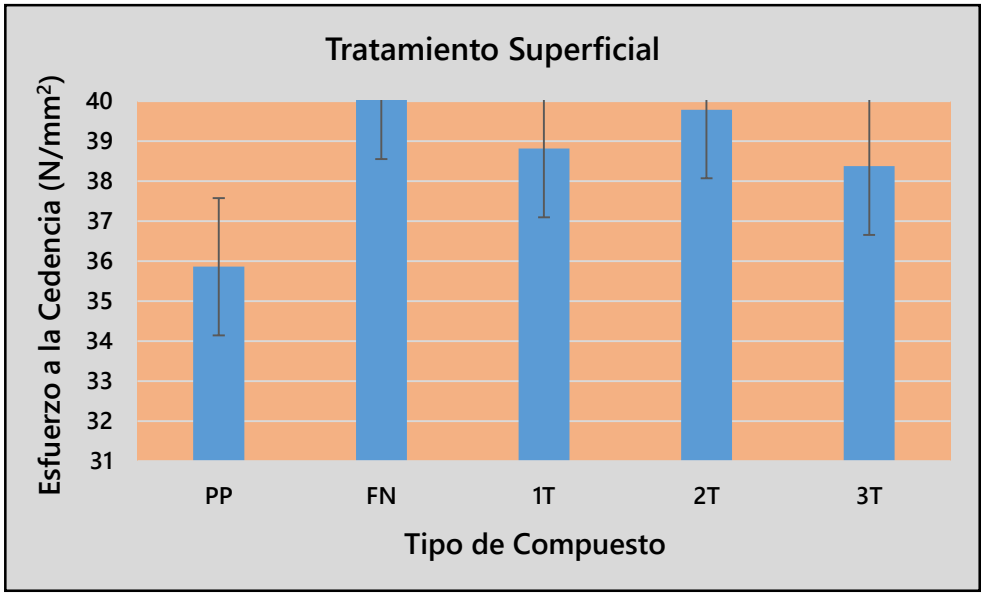

Figura 37: Efecto del tratamiento superficial alcalino sobre el esfuerzo a la cedencia de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave.

4.9.2.3 Propiedades de impacto

La influencia del tratamiento superficial de las fibras de agave sobre las propiedades de impacto de los compuestos se muestra en la Figura 38. La resistencia al impacto mejora considerablemente con el primer tratamiento de las fibras, sin embargo, con los demás tratamientos así como con la fibra natural es menor que en el polipropileno puro. Esto se puede relacionar con los valores de cristalinidad de los compuestos y las fibras. La resistencia al impacto es de 34 J/m y 42 J/m para el polipropileno puro y el compuesto con el primer tratamiento respectivamente.

Una mejoría en la adhesión de la interfase y la matriz como consecuencia del tratamiento superficial sobre las fibras genera una mejor absorción de la energía, no obstante, al continuar la remoción de componentes orgánicos, la integridad de la fibra se ve comprometida, reduciendo así las propiedades mecánicas, en este caso la resistencia al impacto, que depende directamente de la adhesión interfacial, el tipo de matriz y las propiedades de la fibra. (94)

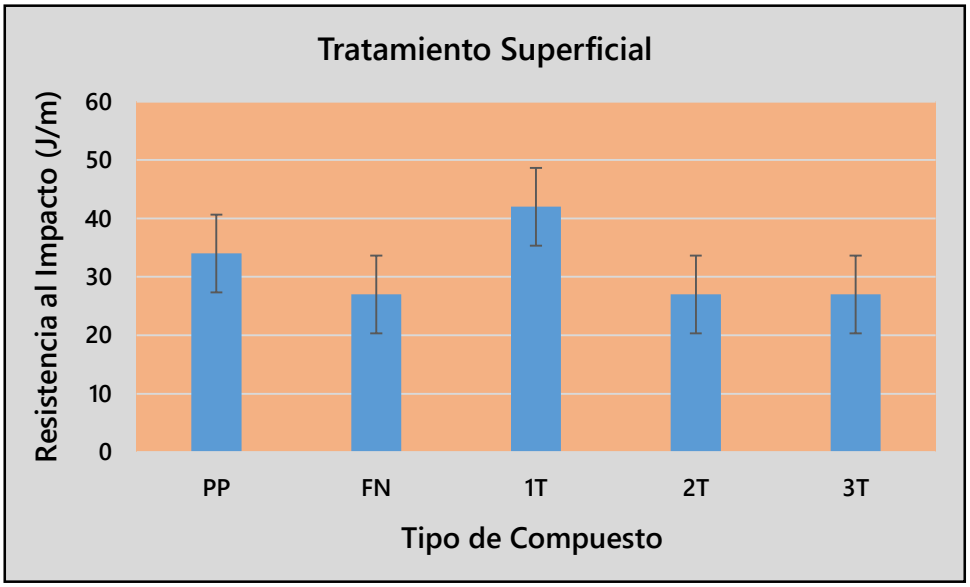

Figura 38: Efecto del tratamiento alcalino sobre la resistencia al impacto de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave.

Con base en el análisis anterior se determinó que los materiales comparativos utilizados en la siguiente etapa correspondiente a la evaluación de las variables de control sobre el ciclo de moldeo por inyección son: el compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sin tratamiento alcalino y el compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sometida a un tratamiento alcalino; esto debido a que en su mayoría se mejoraron las propiedades de tensión, flexión e impacto, sin embargo no se obtuvo una clara tendencia en el aumento de los valores de estos resultados, si bien es cierto que en algunos casos tanto el segundo tratamiento como el tercer tratamiento sobre las fibras de agave presentan mejoras, se eligieron los primeros con el fin de disminuir al máximo los efectos negativos del tratamiento superficial sobre la estructura de la fibra.

4.10 Efecto de las variables de control del ciclo de moldeo por inyección.

Para determinar la influencia de las variables de control utilizadas en la elaboración de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave, se utilizó un diseño de experimentos factorial completo 2^k o 2^4, es decir, un valor mínimo y uno máximo de las condiciones empleadas. En la Tabla 9 se expresan los intervalos de valores que se utilizaron, en este caso la presión de inyección, la velocidad de inyección, la temperatura de fundido y el colchón son las variables de control del proceso de moldeo; el módulo y el esfuerzo a la cedencia tanto de tensión como de flexión fueron elegidos como variables de respuestas. (95)

El cálculo de dichos valores se obtuvo a través de la suma de todos los valores positivos y la resta de todos los valores negativos para cada factor analizado, es decir, la suma de los valores máximos y la resta de los valores mínimos definidos para cada variable de control será el elemento que determine cuál fue la variable más significativa de respuesta.

De tal manera que los resultados negativos, indican una reducción en el valor promedio de la variable de respuesta, mientras que un valor positivo un incremento.

4.10.1 Propiedades de tensión

En la Tabla 16 podemos notar que para el caso del módulo de Young, los cuatro factores resultan en valores negativos para los tres compuestos comparados, esto es que si se opta por valores mínimos o menores a los utilizados, la variable de respuesta, es decir, el módulo de tensión se incrementará.

En la presión de inyección la disminución es menor para el caso del primer tratamiento, esto puede estar relacionado con la orientación de fibras, la cristalinidad, la carencia de impurezas y con la influencia directa del tratamiento superficial en las mismas.

Se observa el mismo comportamiento en el caso de la velocidad de inyección donde el compuesto con fibra natural tiene una mayor relación negativa por lo que una disminución de la velocidad aumentará el módulo de tensión; para la temperatura de fundido, es necesario disminuirla más en el primer tratamiento.

Tabla 16: *Efecto de las variables de control sobre el módulo de Young de los NFC's.*

Módulo de Tensión				
Tipo de Compuesto	**Variable de Control**			
	Presión (Kg/cm^2)	**Velocidad (%)**	**Temperatura (°C)**	**Colchón (mm)**
Polipropileno	-6.0253	-8.3763	-7.3846	-0.8568
PP + FN	-6.5017	-14.8452	-4.8275	-0.7285
PP + 1T	-1.3723	-1.9373	-7.6941	0.7116

La Figura 39, muestra la comparación del módulo de Young en función a las diferentes variables de control, para el caso del polipropileno con fibra natural y primer tratamiento. De esta gráfica deducimos que el compuesto con un primer tratamiento, presenta valores similares de módulo en comparación al polipropileno y mayores al compuesto con fibra natural. Para el caso de la variable de colchón de 7 milímetros o colchón 1, el primer tratamiento fuel el que demostró mayor módulo elástico.

Las pruebas mecánicas anteriores mostraban que el compuesto con fibra sin tratamiento, representaba una mejoría en las propiedades de tensión debido a la existencia de partículas o finos en el material que aumentaban

el efecto reforzante, sin embargo al conjugar las variables de control en el caso del ensayo de tensión-elongación sus valores caen por debajo de los otros dos compuestos de polipropileno, mientras que por otro lado el diseño de experimentos indica que tanto la presión como la temperatura y la velocidad de inyección tienen un efecto significativo en los compuestos.

En el caso del primer tratamiento sus efectos son negativos en mayor medida que en los otros NFC's, hablando concretamente acerca de la presión de inyección que tiene un efecto de orientación cuando se utilizan valores altos sobre las fibras, demuestra que no es suficiente debido a esta presencia de finos, esto es por la forma que adoptan estas partículas de aglomerados o circular además de los cambios en cristalinidad que pudieran generar en los diferentes estratos de la pieza.

Para la temperatura en cambio, al presentar valores negativos sobre los compuestos en general, es menor su influencia en las fibras sin tratamiento puesto que su estructura física se encuentra intacta, lo que las hace menos susceptibles a la degradación durante el proceso de moldeo por inyección.

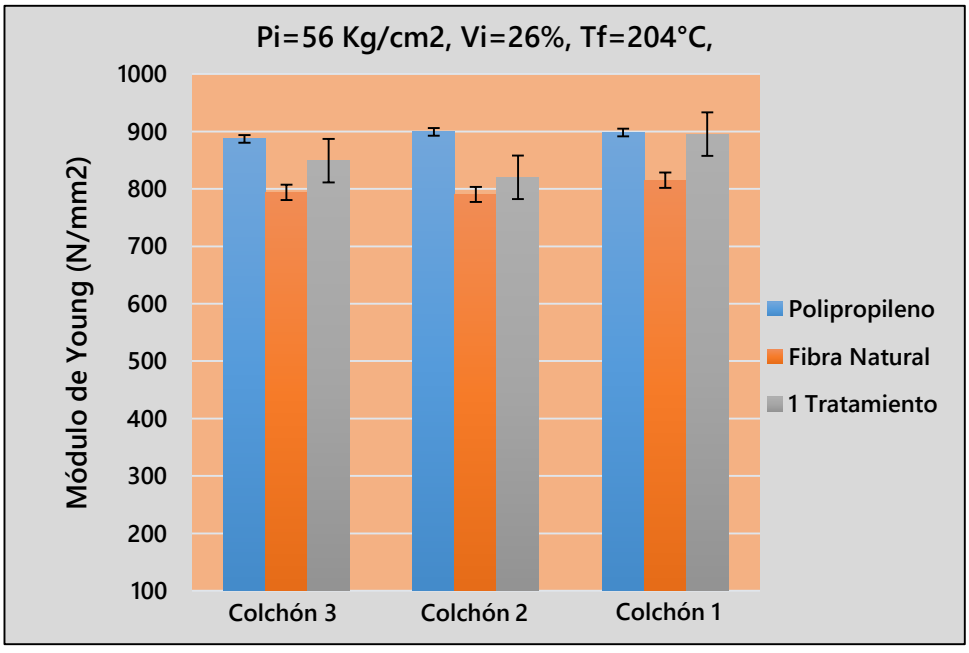

Figura 39: Comparación del módulo de Young de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave en función a las variables de control del proceso de moldeo por inyección.

Los efectos de las variables de control del ciclo de moldeo por inyección sobre el esfuerzo a la cedencia se observan en la Tabla 17, donde para los tres compuestos los cuatro factores prácticamente no tienen influencia puesto que son valores similares y cercanos a 0.

La presión de inyección muestra valores ligeramente positivos, es decir, aumentando la presión, el esfuerzo a la cedencia se incrementa, contrario a la velocidad de inyección donde para todos los casos excepto para el polipropileno sin refuerzo se presenta al contrario con valores negativos, por otra parte, para la temperatura de fundido todos los compuestos presentan valores negativos, es decir a menor temperatura mejores resultados en el esfuerzo a la cedencia. Además, el polipropileno presenta valores negativos en cuanto al colchón se refiere, y los demás compuestos valores similares positivos.

***Tabla 17**: Efecto de las variables de control sobre el esfuerzo de cedencia de los NFC's.*

ESFUERZO DE CEDENCIA				
Tipo de Compuesto	**Variable de Control**			
	Presión (Kg/cm^2)	**Velocidad (%)**	**Temperatura (°C)**	**Colchón (mm)**
Polipropileno	0.0398	0.0157	-0.0584	-0.0082
PP +FN	0.0223	-0.0371	-0.0648	0.0071
PP + 1T	0.0061	-0.0308	-0.0250	0.0077

La Figura 40 muestra una comparación de los efectos de la presión de inyección (56 Kg/cm^2) y la temperatura (204°C) sobre el esfuerzo a la cedencia de los compuestos de polipropileno. Donde el material con mayor resistencia a la cedencia es el polipropileno sin refuerzo, esto puede deberse a que la temperatura utilizada es muy alta, ya que influye directamente en las propiedades físicas del refuerzo en este caso de la fibra

de agave, puesto que se debe a materiales naturales donde su descomposición se lleva a cabo a temperaturas relativamente bajas.

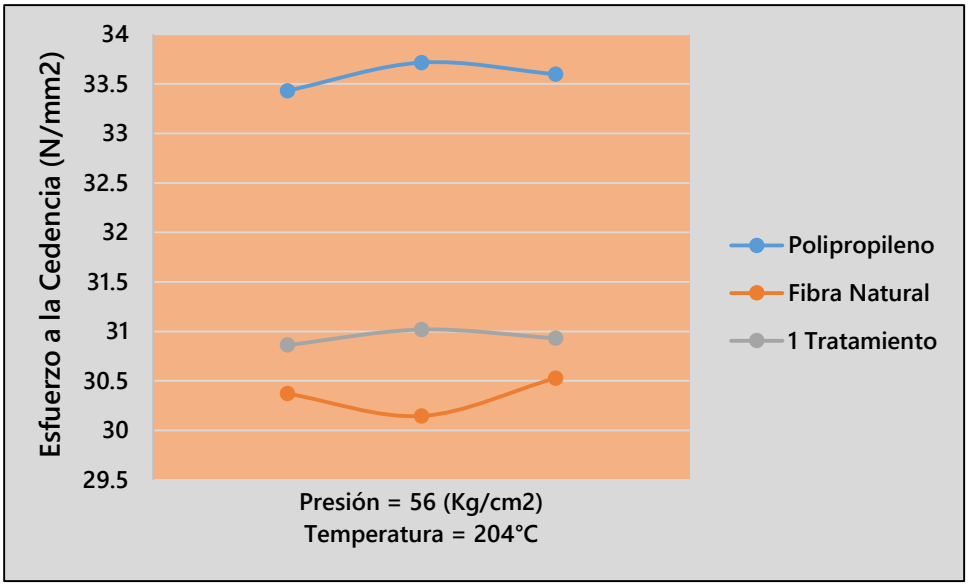

Figura 40: Efecto de la presión de inyección y de la temperatura de fundido sobre el esfuerzo a la cedencia de tensión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibras de agave.

4.10.2 Propiedades de flexión

La Tabla 18 muestra la influencia de las variables de control sobre el módulo a la flexión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave, el NFC con fibra sin tratamiento alcalino presenta más susceptibilidad de cambio a presiones menores, el polipropileno en cambio muestra tendencia hacia presiones positivas o mayores, mientras que el primer tratamiento muestra ligera inclinación hacia valores mayores de presión.

Por otro lado el módulo de flexión se ve favorecido cuando se utilizan velocidades de inyección altas en el caso del polipropileno y polipropileno con fibra sin tratamiento, no así para el primer tratamiento que mejora su módulo al verse disminuida la velocidad de inyección. Al utilizar temperaturas de fusión mínimas, el módulo de flexión tiende a incrementarse en para los tres tipos de compuestos de polipropileno. El colchón mejorará el módulo de flexión en caso de que se usen valores menores en los tres compuestos. En la Figura 41 se ejemplifica el efecto de las variables de control sobre el módulo de flexión de diferentes compuestos de polipropileno.

Se puede observar que el NFC sin tratamiento presenta un incremento en el módulo de flexión. La diferencia más significativa se encuentra en los valores obtenidos por los compuestos y podemos observar que al aplicar 56 Kg de presión de inyección, con 204°C en la temperatura de fundido y 10 mm de colchón, los NFC aumentan su valor de módulo de flexión en ambos casos y el polipropileno disminuye.

Lo anterior se relaciona con la cantidad de material inyectado en el molde durante la etapa de sostenimiento y la forma de la aplicación de la carga durante las pruebas mecánicas de flexión, que es de manera perpendicular a la posición y distribución de las fibras dentro de la probeta de ensayo; si bien es cierto que la temperatura máxima influye sobre la estructura de la

fibra propiciando una mayor velocidad de descomposición de las fibras en el caso de las tratadas con álcali, este efecto es menor en consecuencia en las fibras sin tratamiento superficial alcalino, por lo que su módulo de flexión se ve incrementado.

***Tabla 18**: Efecto de las variables de control sobre el módulo de flexión de los NFC's.*

MÓDULO DE FLEXIÓN				
Tipo de Compuesto	**Variable de Control**			
	Presión (Kg/cm^2)	**Velocidad (%)**	**Temperatura (°C)**	**Colchón (mm)**
Polipropileno	2.0463	1.5813	-3.8891	-0.8408
PP + FN	-5.2002	1.1017	-4.5547	-0.5475
PP + 1T	0.3642	-1.4297	-5.21	-0.3932

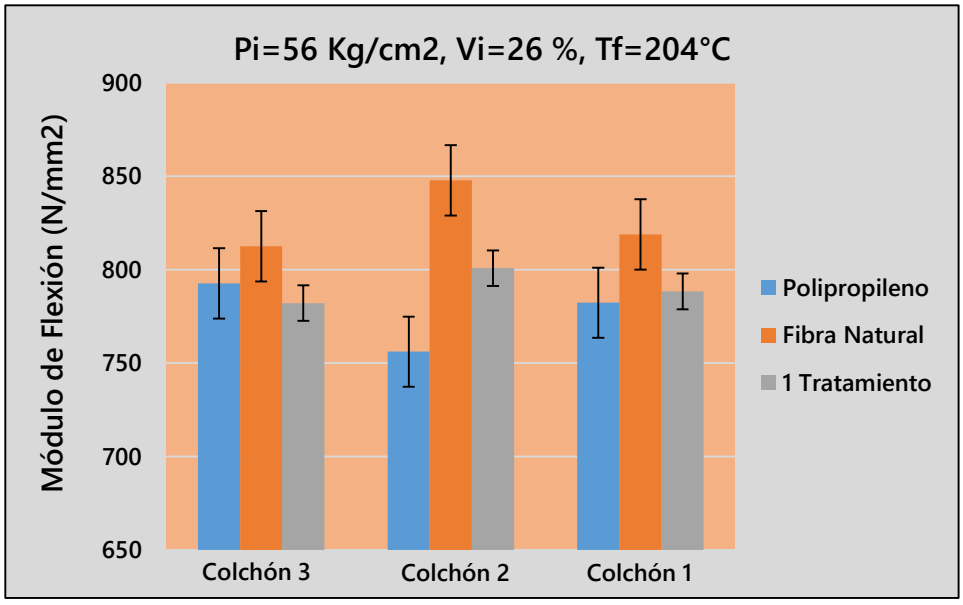

Figura 41: Comparación del módulo de flexión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave en función a las variables de control del proceso de moldeo por inyección.

La Tabla 19 muestra los efectos de las variables de control utilizadas sobre el esfuerzo de cedencia, en donde los cuatro factores no muestran influencia sobre este, debido a que presentan valores cercanos a cero, sin embargo, si se puede establecer una tendencia para cada uno, es decir, en el caso de la presión de inyección el polipropileno puro y el primer tratamiento se ven favorecidos con valores positivos de la presión, el PP con fibra natural se ve mejorado con presiones menores.

En cuanto a la velocidad de inyección es el primer tratamiento el que se ve mejorado con valores menores, la temperatura de fusión mejora el comportamiento a la cedencia de los compuestos cuando se utilizan temperaturas mínimas y finalmente el colchón favorece el incremento del esfuerzo de cedencia con valores menores de este, en todos los casos excepto para el primer tratamiento

La Figura 42 presenta una gráfica de tendencia del esfuerzo a la cedencia de los compuestos de polipropileno en relación a la presión de inyección y la temperatura de fundido.

Destaca una similitud entre el polipropileno sin refuerzo y el compuesto de polipropileno con primer tratamiento, mientras que el compuesto con fibra sin tratamiento disminuye su promedio, esto en el caso de que se utilice el colchón 2 o de 10 mm sobre los compuestos, mostrando que la cantidad de material inyectada en esta etapa del proceso tiene influencia sobre la manera de comportarse del material a estas condiciones dadas.

Corroborando con el diseño experimental, las variables de control no tienen influencia significativa dentro de las propiedades de flexión de los compuestos, específicamente sobre el esfuerzo a la cedencia; aun así destaca el hecho que de los tres compuestos analizados aquel reforzado con fibra de agave sin tratamiento exhibe una tendencia hacia valores negativos, es decir, hacia la reducción de los valores de resistencia a la flexión en mayor medida que los otros compuestos aunque con una diferencia poco significativa.

Tabla 19: *Efecto de las variables de control sobre el esfuerzo a la cedencia de los NFC's.*

ESFUERZO A LA CEDENCIA				
Tipo de Compuesto	**Variable de Control**			
	Presión (Kg/cm^2)	**Velocidad (%)**	**Temperatura (°C)**	**Colchón (mm)**
Polipropileno	0.0855	0.1975	-0.1114	-0-0250
PP + FN	-0.1404	0.079	-0.1308	-0.0332
PP +1T	0.0166	-0.0511	-0.1345	0.0031

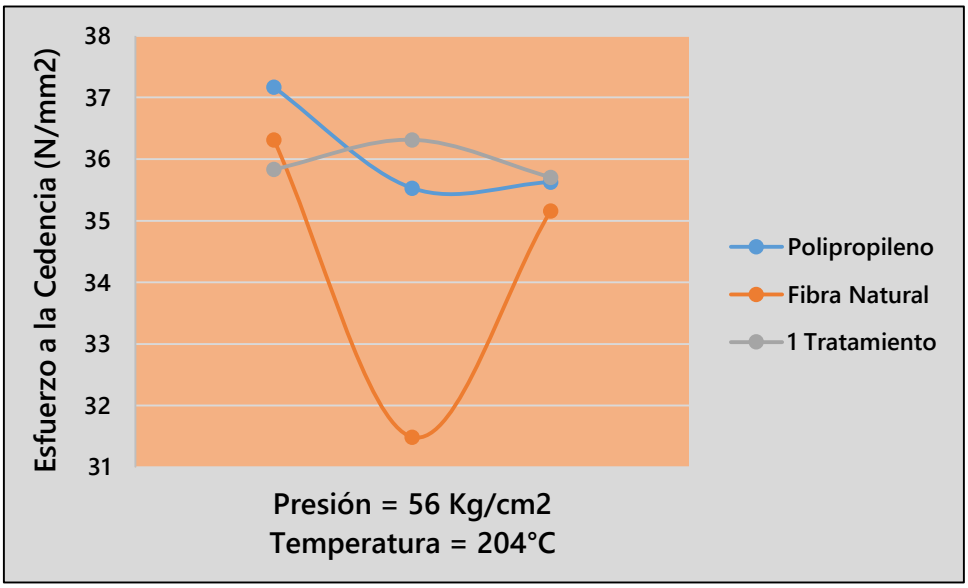

Figura 42: Efecto de la presión de inyección y de la temperatura de fundido sobre el esfuerzo a la cedencia de flexión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibras de agave.

V CONCLUSIONES

El tratamiento alcalino no mejora significativamente la adhesión interfacial entre la matriz polimérica y la fibra natural, esto principalmente por el reducido número sitios activos generados en la superficie de la fibra a consecuencia del tratamiento con hidróxido de sodio; por otro lado, factores atribuidos a la distribución de las fibras tuvieron una influencia importante en las propiedades termo-mecánicas de los materiales, implicando que fuera el compuesto aditivado con fibra natural sin tratamiento el que presentara mejores propiedades en este tipo de análisis. El análisis morfológico así como el termogravimétrico, mostraron la reducción del diámetro de las fibras confirmando así, la eliminación de celulosa, hemicelulosa y lignina.

El comportamiento de fusión de los materiales no se modifica en gran medida ya que aumenta aproximadamente un grado centígrado para el caso de la fibra natural y disminuye en los materiales reforzados con fibras tratadas. La adición de fibras al polipropileno no denota un cambio significativo en los fenómenos y velocidades de cristalización de los compuestos ya que la estructura cristalina de las fibras no se ve influenciada por el tratamiento alcalino.

De los resultados obtenidos a partir de los compuestos con y sin tratamiento alcalino se puede concluir que después de los tratamientos alcalinos los compuestos con fibra de agave presentaron mejoras en las propiedades mecánicas de flexión pues tanto el módulo de flexión como la resistencia a la flexión se incrementan, mientras que las propiedades de tensión se vieron reducidas a consecuencia de la pobre adhesión interfacial y del tamaño de partícula del refuerzo así como las condiciones de aplicación de carga durante la prueba.

En el caso de la resistencia al impacto, mejoró in 23.5% en el caso del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sometida a un tratamiento alcalino.

El análisis estadístico de las variables de control del proceso de moldeo es una herramienta eficaz para la definición de ventanas de procesabilidad, de ella podemos concluir que todas las variables implicadas en el moldeo por inyección son igualmente importantes para el desarrollo de materiales compuestos de polipropileno reforzados con fibras naturales, y que si se desea determinar ventanas de procesabilidad con el fin de aumentar sus propiedades, debe evaluarse en primera instancia al aplicación y las fuerzas internas y externas a las que se someterá el material ya que cada variable de procesamiento tiene un efecto diferente en cada propiedad mecánica medida.

Sin embargo si es posible determinar a grandes rasgos que en el caso de la temperatura de fundido, la tendencia indica que esta deberá ser lo menor posible, siempre y cuando se utilicen temperaturas de molde adecuadas para el procesamiento del material, haciendo particular énfasis en el caso de que existan procesos térmicos y químicos externos involucrados en el procesamiento.

En el caso de la presión de inyección, deberá ser menor o de 56 Kg/cm^2 en el caso de que se utilicen refuerzos a base de fibras naturales sin procesos de limpieza, en forma de polvos o en morfologías que dificulten la orientación de las partículas dentro de las cavidades del molde.

La velocidad de inyección mostro no tener efecto sobre la resistencia a la tensión y flexión, mientras que para el caso del módulo de Young, se recomienda utilizar valores mínimos, es decir, de 14% mientras que para el módulo de flexión lo mejor es utilizar el valor máximo de 36%.

VI REFERENCIAS

(1) Y. K. Kim, Natural fibre composites (NFCs) for construction and automotive industries, ***Processing and Applications***, Volume 2, pp. 254-279, (2012)

(2) Nicolas Marti, Nicolas Mouret, Peter Davies, Christophe Baley, Influence of the degree of retting of flax fibers on the tensile properties of single fibers and short fiber/polypropylene composites, ***Industrial Crops and Products***, Volume 49, pp. 755-767, (2013)

(3) Lukas Sobczak, Reinhold, W. Lang, Andreas Haider, Polypropylene composites with natural fibers and wood: general, mechanical property profiles, ***Composites Science and Technology***, Volume 72, pp. 550-557, (2012)

(4)T. Alsaeed, B.F. Yousif, H. Ku, The potential of using date palm fibres as reinforcement for polymeric composites, ***Materials and Design***, Volume 43, pp. 177–184, (2013)

(5) Parnia Zakikhani, R. Zahari, M.T.H. Sultan, D.L. Majid, Extraction and preparation of bamboo fibre-reinforced composites, ***Materials and Design***, Volume 63, pp. 820-828, (2014)

(6) Nabihah Sallih, Peter Lescher, Debes Bhattacharyya, Factorial study of material and process parameters on the mechanical properties of extruded kenaf fibre/polypropylene composite sheets, ***Composites: Part A***, Volume 61, pp. 91–107, (2014)

(7) Sulawan Kaewkuk, Wimonlak Sutapun, Kasama Jarukumjorn, Effects of interfacial modification and fiber content on physical properties of sisal fiber/polypropylene composites, ***Composites: Part B***, Volume 45, pp. 544–549 (2013)

(8) Lukas Sobczak, Reinhold W. Lang, Andreas Haider, Polypropylene composites with natural fibers and Wood: general mechanical property profiles, ***Composites Science and Technology,*** Volume 72, pp. 550–557, (2012)

(9) Kristiina Oksman, Aji P. Mathew, Runar Långström, Birgitha Nyström, Kuruvilla Joseph, The influence of fibre microstructure on fibre breakage and mechanical properties of natural fibre reinforced polypropylene***, Composites Science and Technology***, Volume 69, pp. 1847–1853, (2009)

(10) Kestur G. Satyanarayana, Gregorio G.C. Arizaga, Fernando Wypych, Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers: an overview, ***Progress in Polymer Science***, Volume 34, pp. 982–1021, (2009)

(11) Nicolas Martina, Nicolas Mouret c, Peter Davies, Christophe Baley, Influence of the degree of retting of flax fibers on the tensile properties of single fibers and short fiber/polypropylene composites, ***Industrial Crops and Products***, Volume 49 pp. 755–767, (2013)

(12) Christoph Burgstaller, comparison of processing and performance for lignocellulosic reinforced polypropylene for injection moulding applications, ***Composites: Part B*** Volume 67, pp.192–198, (2014)

(13) Donald V Rosato, Reinforced Plastics Handbook, Third Edition, ***Elsevier Advanced Technology***, pp. 1-9, (2004)

(14) Arne Schirp, Manuel Mannheim, Burkhard Plinke, Influence of refiner fibre quality and fibre modification treatments on properties of injection-moulded beech wood–plastic composites, ***Composites: Part A***, Volume 61, pp. 245–257, (2014)

(15) Armin Thumm, Alan R. Dickson, The influence of fibre length and damage on the mechanical performance of polypropylene/wood pulp composites, ***Composites: Part A***, Volume 46, pp. 45–52, (2013)

(16) Sam-Jung Kim, Jin-Bok Moon, Gue-Hyun Kim, Chang-Sik Ha, Mechanical properties of polypropylene/natural fiber composites: comparison of wood fiber and cotton fiber, ***Polymer Testing***, Volume 27, pp. 801–806, (2008)

(17) Anne Le Duc, Bruno Vergnes, Tatiana Budtova, Polypropylene/natural fibres composites: Analysis of fibre dimensions after compounding and observations of fibre rupture by rheo-optics, ***Composites: Part A***, Volume 42, pp.1727–1737, (2011)

(18) Omar Faruka, Andrzej K. Bledzkia, Hans-Peter Fink, Mohini Sain, Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010, ***Progress in Polymer Science***, Volume 37, pp. 1552– 1596, (2012)

(19). Cristina Isabel Castro Herazo, Ana Lucía Palencia Penagos, Evaluación de diferentes condiciones de tratamientos superficiales sobre el comportamientos de las fibras de fique, Universidad Pontificia Bolivariana, Escuela de Ingenierías, ***Facultad de Ingeniería Química***, Medellín, (2006)

(20) Marie-Ange Arsène, Ketty Bilba, Holmer Savastano Junior, Khosrow Ghavami, Treatments of non-wood plant fibres used as reinforcement in composite materials, ***Materials Research***, Volume16 (4), pp. 903-923, (2013)

(21) K. Mylsamy, I. Rajendran, The mechanical properties, deformation, and termomechanical properties of alkali treated and untreated agave continuous fibre reinforced epoxy composites, ***Materials and Design***, Volume 32, pp. 3076-3084, (2011)

(22) Satyanarayana Kestur G., Thais H.S. Flores-Sahagun, Lucas Pereira Dos Santos, Juliana Dos Santos, Irineu Mazzaro, Alexandre Mikowski, Characterization of blue agave bagasse fibers of Mexico, ***Composites Part A***, Volume 45, pp. 153-161 (2013)

(23) Cultivo de agave tequilero en Jalisco, ***Instituto Nacional de Estadística y Geografía***, (2007)

(24) Carolina Gumeta Chávez, José Jorge Chanona Pérez, Gustavo Fidel Gutiérrez López, Estudio del secado convectivo y de la extracción de celulosa a través del proceso organosolv a partir de Agave Atrovirens Karw, Tesis, ***Instituto Politécnico Nacional***, Escuela de Ciencias Biológicas, (2009)

(25) Eero Sjöström, ***Wood Chemistry Fundamentals and Applications***, Second Edition, pp. 13-14, (1993).

(26) M.M. Kabir, H. Wang, K.T. Lau, F. Cardona, Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview, ***Composites: Part B***, Volume 43, pp. 2883–2892, (2012)

(27) Isabel María Rodríguez García, Caracterización química de las fibras de plantas herbáceas utilizadas para la fabricación de pastas de papel de alta calidad, Tesis, ***Universidad de Sevilla***, (2006).

(28) Marie-Ange Arsène, Ketty Bilba, Holmer Savastano Junior, Khosrow Ghavami, Treatments of non-wood plant fibres used as reinforcement in composite materials, ***Materials Research***, Volume 16 (4), pp. 903-923, (2013).

(29) Cesar Nieto-Delgado, José Rene Rangel-Méndez, In situ transformation of agave bagasse into actived carbón by use of an enviromental scanning electron microscope, ***Microporous and Mesoporous*** Volume 167, pp. 249-253, (2013)10)

(30) Maya Jacob John, Rajesh D. Anandjiwala, Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites, ***Polymer Composites***, (2008)

(31) Jayamol George, M. S. Sreekala, Sabu Thomas, A review on interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites***, Polymer Engineering and Science***, Volume 41 (9), pp. 1473-1485, (2001)

(32) K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J.P. Jernot, M. Gomina, J. Bre´ard, Characteristics of Hermes flax as function of theri location in the stem and properties of derived unidirectional composites, ***Composites Part A***, Volume 38, pp. 1912-1921, (2007)

(33) Lu J. Z., Wu Q, McNabb H. S., Chemical coupling in wood fiber and polymer composites: a review of coupling agents and treatments, ***Wood Fiber Science***, Volume 32 (1), pp. 88–104, (2000)

(34) G.W. Beckermann, K.L. Pickering, Engineering and evaluation of hemp fibre reinforced polypropylene composites: Fibre treatment and matrix modification, ***Composites Part A***, Volume 39, pp. 979-988, (2008)

(35) Asasutjarit Chanakan, Charoenvai Sarocha, Hirunlabh Jongit, Khedari Joseph. Materials and mechanical properties of pretreated coir-based green composites. ***Composites: Part B***; pp. 40-633 (2009)

(36) M.M. Kabir, H. Wang, K.T. Lau, F. Cardona M.M., Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview, ***Composites: Part B***, Volume 43, pp. 2883–2892, (2012).Y

(37) John MJ, Anandjiwala RD, Recent developments in chemical modification and characterization of natural fibre-reinforced composites, ***Polymer Composites***, Volume 29(2), pp. 187-207, (2008)

(38) Li X, Tabil LG, Panigrahi S., Chemical treatment of natural fibre for use in natural fibre-reinforced composites: a review., ***Polymer Environment***, Volume 15(1), pp. 25-33, (2007)

(39). Joseph PV, Joseph K, Thomas S, Pillai CKS, Prasad VS, Groeninckx G, et al., The thermal and crystallisation studies of short sisal fibre reinforced polypropylene composites, ***Composites Part A*** - Applied Science and Manufacturing, Volume 34(3), pp. 253-66, (2003)

(40) Mallick PK. ***Fiber-reinforced composites materials, manufacturing and design.*** Second Edition, Marcel Dekker Inc., (1993)

(41) Mohammad S. Islam, Jeffrey S. Church, Menghe Miao, Efect of removing polypropylene fibre Surface finishes on mechanical performance of kenaf/polypropylene composites, ***Composites: Part A***, Volume 42, pp. 1687-1693, (2011)

(42) Li Y, Mai YW and Ye L. Sisal fibre and its composites: a review of recent developments. ***Composites Science and Technology***. Volume 60, pp. 2037-2055, (2000)

(43) M.M. Kabir, H. Wang, K.T. Lau, F. Cardona, Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: an overview, ***Composites: Part B***, Volume 43, pp. 2883-2892, (2012)

(44) Reza Mahjoub, Jamaludin Mohamad Yatim, Abdul Rahman Mohd Sam, Sayed Hamid Hashemi, Tensile properties of kenaf fiber due to various conditions of chemical fiber surface modifications, ***Construction and Building Materials***, Volume 55, pp. 103–113, (2014)

(45) B. Xiao, X.F. Suna, RunCang Sunb, Chemical, structural and termal characterizations of alkali-soluble lignins and hemicelluloses, and cellulose from maiza stems, rye straw and rice straw, **Polymer Degradation and Stability**, Volume 74, pp. 307-319, (2001)

(46) Reza Mahjoub, Jamaludin Mohamad Yatim, Abdul Rahman Mohd Sam, Sayed Hamid Hashemi, Tensile properties of kenaf fiber due to various conditions of chemical fiber surface modifications, ***Construction and Building Materials,*** Volume 55, pp. 103-113, (2014)

(47) Sreekala, M.S. et al., Stress-relaxation behaviour in composites based on short oil-palm fibres and phenol formaldehyde resin, ***Composites Science and Technology***, Volume. 61 (9), pp. 1178, (2001)

(48) Alireza Ashoria, Mariana Ornelas, Shabnam Sheshmani, Nereida Cordeiro, Influence of mild alakaline treatment on the cellulosic surfaces active sites, ***Carbohydrate Polymers***, Volume 88, pp. 1293-1298, (2012)

(49) Rout, J., Mishra, M. and Nayak, S, K, Effect of surface modification of coir fiber on physicomechanical behaviour of coir-polyester composites, ***Society for Polymer Science,*** pp. 489-492, (1999).

(50) I. I. Rubin, Robinson Plastic Corp., "Injection Molding", ***Encyclopedia of Polimer Science and Technology,*** Second Edition, Volume 8, pp. 102-138,

(51) D. V. Rosato and D. V. Rosato, ***Injection Molding Handbook***, Third Edition, Kluwer Academic Publishers, Boston, Mass, (2000)

(52) Hamdy Hassan, An experimental work on the effect of injection molding parameters on the cavity pressure and product weight, ***Int J Advanced Manufacture Technology***, (2012)

(53) Kamal M., Isayev A., Liu S., Injection Molding Technology and Fundamentals, ***Progress in Polymer Processing***, Hanser, pp. 5-6, (2009)

(54) Nicholas P. Cheremisinoff, ***Adavanced Polymer Processin Operations***, Noyes Publications, pp. 17-20, (1998)

(55) Jerry M Fischer, ***Handbook of Molded Part Shrinkage and Warpage***, Second Edition, pp. 79-80, (2003)

(56) F. Johannaber, ***Injection Molding Machines, A User's Guide***, Third Edition, Hanser-Gardner Publications, pp. 328- , Cincinnati, Ohio, (1994)

(57) D. V. Rosato and D. V. Rosato, ***Concise Encyclopedia of Plastics***: Fabrication&Industry, Kluwer Academic Publishers, Boston, Mass., (2000)

(58) Carol M. F. Barry, Stephen A. Orroth, ***Processing Thermoplastics,*** University of Massachusetts, Lowell, Massachusetts, Capítulo 5,

(59) Zehev Tadmor, Costas G Gogos, ***Principles of Polymer Processing,*** Second Edition, Editorial Wiley Interscience, pp. 322-551, (2006)

(60). Tony Whelan, John Goff, ***Injection of Thermoplastics Materials***, Volume 2, (1990)

(61) Ahmed N. Oumer, Othman Mamat, A study of fiber orientation in short fiber-reinforced composites with simultaneous mold filling and phase change effects, ***Composites: Part B***, Volume 43, pp. 1087–1094, (2012)

(62) Mei-po Ho a, Hao Wanga, Joong-Hee Lee b, Chun-kit Ho c, Kin-tak Lau a,d,⇑, Jinsong Leng e, David Hui, Critical factors on manufacturing processes of natural fibre composites, ***Composites: Part B***, Volume 43, pp. 3549–3562, (2012)

(63) Guilong Wang, Guoqun Zhao ⇑, Xiaoxin Wang, Effects of cavity surface temperature on mechanical properties of specimens with and without a weld line in rapid heat cycle molding, ***Materials and Design***, Volume 46, pp. 457–472, (2013)

(64) Douglas M. Bryce, Plastic Injection Molding: Manufacturing Startup and Management, ***Society of Manufacturing Engineers***, pp. 1-30, (1999)

(65) Gerd Pötsch, Walter Michaeli, ***Injection Molding: An Introduction***, Carl Hanser Productions, pp. 1-246, (2008)

(66) H. Daiyan, E. Andreassen, F. Grytten, O.V. Lyngstad, T. Luksepp, H. Osnes, Low-velocity impact response of injection-moulded polypropylene plates part 2: effects of moulding conditions, striker geometry, clamping, surface texture, weld line and paint, ***Polymer Testing***, Volume 29, pp. 894–901, (2010)

(67) Bernie A. Olmsted, Martin Davis, ***Practical injection molding***, Marcel Dekker Inc., pp. 1-155, (2001)

(68) M.D. Azaman, S.M. Sapuan, S. Sulaima, E.S. Zainudin, A. Khalina, Shrinkages and warpage in the processability of wood-filled polypropylene composite thin-walled parts formed by injection molding, ***Materials and Design*** Volume, 52, pp. 1018-1026, (2013)

(69) M. Zampaloni, F. Pourboghrat, S.A. Yankovich, B.N. Rodgers, J. Moore, L.T. Drzal, A.K. Mohanty, M. Misra, Kenaf natural fiber reinforced polypropylene composites: a discussion on manufacturing problems and solutions, ***Composites: Part A***, Volume 38, pp. 1569-1580, (2007)

(70) Emanuel M. Fernandes, Vitor M. Correlo, João F. Mano, Rui L. Reis, Polypropylene-based cork–polymer composites: processing parameters and properties, ***Composites: Part B***, Volume 66 pp. 210-223, (2014)

(71) Indelpro S. A. de C. V., ***Profax,*** PL835N

(72) Pepijn Prinsen, Composición química de diversos materiales lignocelulosicos de interés industrial y análisis estructural de sus ligninas, ***Instituto de Recursos Naturales y Agrobiología de Sevilla***, (2010)

(73) Abderrezak Bezazi, Ahmed Belaadi, Mostefa Bourchak, Fabrizio Scarpa, Katarzyna Boba, Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of agave americana L. natural fibres, ***Composites: Part B***, Volume 66, pp. 194–203, (2014)

(74) Sunkyu Park, John O Baker, Michael E Himmel, Philip A Parilla and David K Johnson, Cellulose crystallinity index: measurement techniques and their impact on interpreting cellulase performance, Park et al. ***Biotechnology for Biofuels,*** (2010).

(75) V.G. Geethamma, G. Kalaprasad, Gabrie¨l Groeninckx, Sabu Thomasd, Dynamic mechanical behavior of short coir fiber reinforced natural rubber composites, ***Composites: Part A***, Volume 36, pp. 1499–1506, (2005)

(76) Bernhard Wunderlich, ***Thermal Analysis of Polymeric Materials***, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, pp. 428-450, (2005)

(77) ASTM D-638

(78) ASTM D-790

(79) Samia Sultana Mir, Nazia Nafsin, Mahbub Hasan, Najib Hasan, Azman Hassan, Improvement of physico-mechanical propertis of coir-polypropylene biocomposites by fiber chemical treatment, ***Materials and Design***, Volume 52, pp. 251-257, (2013)

(80) ASTM D-256-10

(81) A.K. Mohanty, M. Misra, L.T. Drzal, Natural fibers, biopolymers, and biocomposites. ***Taylor & Francis***, pp. 845, Boca Raton, (2005)

(82) Asma El Oudiani Ben Sghaier, Yassin Chaabouni, Slah Msahli, Faouzi Sakli, Morphological and crystalline characterization of NaOH and NaOCl treated agave americana L. fiber***, Industrial Crops and Products***, Volume 36, pp. 257–266, (2012)

(83) S. Ouajai, R.A. Shanks, Composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments, ***Polymer Degradation and Stability***, Volume 89, pp. 327-335, (2005)

(84) C. Richard Brundle, Charles A. Evans, Jr., Shaun Wilson, ***Encyclopedia of Materials Characterization***, Butterworth-Heinemann, pp. 198-264, (1992)

(85) B. D. Cullity, Elements of X-ray Diffraction, ***Addison-Wesley Publishing Company, Inc***., (1956)

(86) Qiang Zhenga, Yonggang Shangguan, Shouke Yan, Yihu Song, Mao Peng, Qibin Zhang, Structure, morphology and non-isothermal crystallization behavior of polypropylene catalloys, ***Polymer***, Volume 46, pp. 3163–3174, (2005)

(87) Usa Somnuk, Gerhard Eder, Pranee Phinyocheep, Nitinat Suppakarn, Wimonlak Sutapun and Yupaporn Ruksakulpiwat, Quiescent crystallization of natural fibers–polypropylene composites, ***Applied Polymer Science***, Volume 106 (5), pp. 2997-3006, (2007)

(88) Hui Quan, Zhong-Ming Li, Ming-Bo Yang, Rui Huang, On transcrystallinity in semi-crystalline polymer composites, Composites Science and Technology, Volume 65, pp 999-1021, (2005)

(89) D. Shanmugam, M. Thiruchitrambalam, Static and dynamic mechanical properties of alkali treated unidirectional continuos Palmyra Palm Leaf Stalk Fiber/jute reinforced hybrid polyester composites, ***Materials and Design,*** Volume 50, pp. 533-542, (2013)

(90) A.L. Martínez-Hernández, C. Velasco-Santos, M de-Icaza, Victor M. Castaño, Dynamical-mechanical and thermal analysis of polymeric composites reinforced with keratin biofibers from chicken feathers, ***Composites Part B,*** Volume 38, pp. 405-410, (2007)

(91) D. Mohan, C.U. Pittman, P.H. Steele, Pyrolysis of wood/biomass for bio-oil: a critical review***., Energy Fuels***, Volume 20, pp. 848–889, (2006)

(92) Herrera Franco P, Valadez Gonzalez A, Cervantes Uc M. Development and characterization of a HDPE- sand-natural fiber composite. ***Composites: Part B***, Volume 28B, pp. 331–43, (1997)

(93) Gomes Alexandre, Mastsuo Takanori, Goda Koichi, Ohgi Junji, Development and effect of alkali treatment on tensile properties of curaua fiber green composites. ***Composites: Part A***, Volume 38, pp. 1811–20, (2007)

(94) Young Hun Jang, Seon OK Han, I Na Sim, Hyung-Il Kim, Pretreatment effects of seaweed on the thermal and mechanical properties of seaweed/polypropylene biocomposites, ***Composites: Part A***, Volume 47, pp. 83-90, (2013)

(95) Joan Ferré, El diseño factorial completo 2^2, Grupo de Quimiometría y Cualimetría, Departamento de Química Analítica y Química Orgánica, ***Universidad Rovira*** i Virgili (Tarragona), (2002)

VII ANEXOS

Trabajo a futuro

Se pretende que la continuación de esta investigación se centre en la influencia de la orientación de las fibras de agave sobre las propiedades mecánicas de los compuestos de polipropileno reforzados, así como el efecto de las variables de control del moldeo por inyección sobre la orientación y distribución de las fibras.

Finalmente se desea llevar a cabo un análisis de los flujos de llenado dentro de la cavidad del molde a través de la utilización de técnicas de simulación del proceso de moldeo por inyección. Para relacionar la variación de las condiciones de procesos convencionales y divergentes sobre la geometría de los productos seleccionados, se utilizará una modificación de geometrías insertadas sobre las cavidades del molde. En la comparación de las cualidades de llenado y refrigeración predictivas será utilizado Moldex 3D, mediante un análisis de predicciones de flujo por capas, de manera que se conozcan los puntos de transferencia para cada variable de control de velocidad, presión y temperaturas y serán comparados con los resultados experimentales, de la información obtenida se definirán las variables divergentes críticas de los compuestos.

Se evaluará el cambio en características físicas de las piezas obtenidas y su relación con las propiedades mecánicas a nivel macroscópico en equipos de ensayos físico-mecánicos, resistencia a la tensión, resistencia a la flexión, elongación, resistencia al impacto evaluando el efecto de los módulos a distintas velocidades de deformación y los cambios en el comportamiento reológico a altas velocidades de corte en un reómetro capilar a diferentes temperaturas para conocer el efecto en las cualidades viscoelásticas de los compuestos creados.

Lista de figuras

Figura 1: Clasificación de las fibras naturales de acuerdo a su uso comercial. 8
Figura 2: (a) Planta de agave azul mexicano (Agave Tequilana Weber), (b) Bagazo de fibra de agave. 10
Figura 3: Estructura simplificada de la pared celular mostrando la capa media (ML), la pared primaria (P), la exterior (S1), la media (S2) y la interior (S3) de la capa secundaria, y la capa rugosa (W). (Tomada de Wood Chemistry Fundamentals and Applicat. 10
Figura 4: Unidad repetitiva de la celulósa. 11
Figura 5: Representación esquemática de distribución de los componentes elementales de una fibra lignocelulósica. 13
Figura 6: Representación esquemática de la estructura de las fibras naturales: (i) sin tratamiento alcalino, (ii) con tratamiento alcalino. 15
Figura 7: Componentes básicos de una máquina hidráulica de moldeo por inyección. (Ilustración de John W. Bozzelli & Rick J. Bujanowski). 19
Figura 8: Configuración de mezclado distributivo usada en la preparación de los compuestos reforzados con fibras naturales (NFCs). 27
Figura 9: Efecto del tratamiento superficial alcalino sobre el diámetro de la fibra de agave (promedio de 10 fibras analizadas por cada muestra). 38
Figura 10: Micrografías electrónicas de barrido de fibra de agave después del tratamiento alcalino: (a) fibra sin tratamiento, (b) fibra con un tratamiento alcalino, (c) fibra con dos tratamientos alcalinos, (d) fibra con tres tratamientos alcalinos. 40
Figura 11: Micrografías electrónicas de barrido de cortes transversales de fibra de agave sin tratamiento alcalino. 41
Figura 12: Micrografías electrónicas de barrido de cortes transversales fibra de agave con un primer tratamiento alcalino. 41
Figura 13: Micrografías electrónicas de barrido de cortes transversales de fibra de agave con dos tratamientos alcalinos. 42
Figura 14: Micrografías electrónicas de barrido de cortes transversales de fibra de agave, con tres tratamientos alcalinos. 42
Figura 15: Comparación de patrones de difracción de rayos X (WAXD) de las fibras de agave sometidas a tratamiento superficial alcalino: (a) Fibra sin tratamiento alcalino, (b) Primer tratamiento, (c) Segundo tratamiento, (d) Tercer tratamiento. 44
Figura 16: Comparación de patrones de difracción de rayos X (WAXD) de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave:(a) Fibra sin tratamiento alcalino, (b) Primer tratamiento, (c) Segundo tratamiento, (d) Tercer tratamiento. 46

Figura 17: Comparación de los endotermas de fusión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave: (a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer tratamiento..... 47
Figura 18: Comparación de exotermas de cristalización de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave: (a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer Tratamiento..... 49
Figura 19: Secuencia de microscopias ópticas que muestran el crecimiento esferulitico del polipropileno, tomadas a 120, 118, 116, 115, 114, 112, 111 y 100°C (de izquierda a derecha). 50
Figura 20: Secuencia de microscopias ópticas que muestra el crecimiento esferulitico alrededor de una fibra del compuesto de polipropileno más fibra de agave sin tratamiento alcalino, tomadas a 120, 118, 116, 114, 113, 112, 110 y 100°C (de izquierda a derecha). 52
Figura 21: Secuencia de microscopías ópticas que muestran el crecimiento esferulitico del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sometida a un tratamiento alcalino, tomadas a 118, 113, 111, 110, 107, 104 y 100°C (de izquierda a derecha). 53
Figura 22: Secuencia de microscopias ópticas que muestran el crecimiento esferulitico del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave con dos tratamientos alcalinos, tomadas a 120, 118, 116, 113, 111, 110, 107 y 100°C (de izquierda a derecha). 54
Figura 23: Secuencia de microscopías ópticas del compuesto de polipropileno reforzado con fibra de agave sometida a tres tratamientos alcalinos tomadas a 121, 118, 116, 114, 112, 110, 109 y 100°C (de izquierda a derecha). 55
Figura 24: Curvas de módulo de almacenamiento de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave: (a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer tratamiento..... 56
Figura 25: Curvas de módulo de pérdida de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave: (a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer tratamiento..... 57
Figura 26: Curvas de tan δ de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave: (a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Polipropileno más fibra de agave con tres tratamientos..... 58
Figura 27: Influencia del tratamiento alcalino sobre las propiedades de fluencia de los compuestos de polipropileno a 50°C:(a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer tratamiento. 60
Figura 28: Influencia del tratamiento alcalino sobre las propiedades de fluencia de los compuestos de polipropileno a 30°C:(a) Polipropileno puro, (b) Sin tratamiento alcalino, (c) Primer tratamiento, (d) Segundo tratamiento, (e) Tercer tratamiento. 61

Figura 29: Curvas de pérdida en peso de las fibras de agave sometidas a tratamiento superficial: (a) Sin tratamiento alcalino, (b) Primer tratamiento, (c) Segundo tratamiento, (d) Tercer tratamiento. 64
Figura 30: Efecto de la temperatura del molde sobre el módulo de Young en compuestos de polipropileno. 66
Figura 31: Efecto de la temperatura del molde sobre el esfuerzo a la cedencia de compuestos de polipropileno. 66
Figura 32: Efecto de la temperatura del molde sobre el módulo de flexión de compuestos de polipropileno. 67
Figura 33: Efecto de la temperatura del molde sobre el esfuerzo a la cedencia de compuestos de polipropileno. 68
Figura 34: Efecto del tratamiento superficial alcalino sobre el módulo de Young de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave. 70
Figura 35: Efecto del tratamiento superficial alcalino sobre el esfuerzo a la cedencia de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave. 71
Figura 36: Efecto del tratamiento superficial alcalino sobre el módulo de flexión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave. 72
Figura 37: Efecto del tratamiento superficial alcalino sobre el esfuerzo a la cedencia de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave. 73
Figura 38: Efecto del tratamiento alcalino sobre la resistencia al impacto de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave. 74
Figura 39: Comparación del módulo de Young de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave en función a las variables de control del proceso de moldeo por inyección. 78
Figura 40: Efecto de la presión de inyección y de la temperatura de fundido sobre el esfuerzo a la cedencia de tensión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibras de agave. 80
Figura 41: Comparación del módulo de flexión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave en función a las variables de control del proceso de moldeo por inyección. 82
Figura 42: Efecto de la presión de inyección y de la temperatura de fundido sobre el esfuerzo a la cedencia de flexión de los compuestos de polipropileno reforzados con fibras de agave. 84

Lista de símbolos

Símbolo	Página
m: metros……..	9
cm: centímetros……	9
M: lamela media……	10
P: pared primaria……..	10
S_1: pared secundaria……	10
S_2: capa media de pared secundaria……	10
S_3: capa interior de pared secundaria……..	10
W: pared rugosa……	10
NaOH: hidróxido de sodio……..	13
NFC's: compuestos con fibra natural……	17
PP: polipropileno……...	20
S.A de C.V: sociedad anónima de capital variable……..	20
ASTM: american society for testing and materials……..	21
MFR: molten flow rate……..……	21
N: newton……...	21
mm^2: milímetros cuadrados……	21
J: joules……..	21
ft: pies……	21
lb: libras……..	21
in: pulgadas……	21
%: porcentaje……	21
psi: libras por pulgada cuadrada……	21
°C: grados centígrados…….……	21
°F: grados fahrenheit…….……	21

HCl: ácido clorhídrico……..... 22

L/D: relación longitud/diámetro…….. 23

bar: bares……... 24

rpm: revoluciones por minuto…… 24

Kg: kilogramo……. 26

mm: milímetros…….. 26

cm²: centímetros cuadrados……..... 26

SEM: microscopia electrónica de barrido……..…… 27

KV: kilo-volts…….. 27

Au-Pd: oro-paladio…… 27

WAXD: difracción de rayos x de ángulo amplio……... 27

2θ: dos theta…….. 28

°: grados…… 28

Cu: cobre……..... 28

λ: longitud de onda…….…….... 28

DSC: calorimetría diferencial de barrido……..…… 28

Tm: temperatura de fusión…….. 28

Tc: temperatura de cristalización…… 28

min: minutos…….. 28

ml: mililitros…… 28

mg: miligramos…….. 28

DMA: análisis dinámico mecánico……. 29

CREEP: análisis de fluencia……... 29

mN: mili-newton……... 29

Hz: Hertz…… 29

TGA: análisis termogravimétrico…… 29

g: gramos……..... 32

α: alfa…….. 39

β: beta…… 39

γ: gamma…… 39

ΔHm: entalpía de fusión…….. 41

ΔHc: entalpía de fusión…… 41

χ: región cristalina…… 41

ΔHm°: entalpía de fusión de compuesto cristalino…….. 42

E': módulo de almacenamiento…….. 48

MPa: megapascales…… 48

E'': módulo viscosa……... 48

Tg: temperatura de transición vítrea…….. 49

δ: delta…… 49

Lista de tablas

Tabla 1: Composición total de la muestra de fibra de agave 12
Tabla 2: Composición química de la muestra de fibra de agave 12
Tabla 3: Caracterización del tipo de celulosa presente en la fibra de agave..... 12
Tabla 4: Propiedades físicas típicas del homopolímero de polipropileno isotáctico. 24
Tabla 5: Perfil de temperatura utilizado durante la elaboración de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave. 27
Tabla 6: Condiciones de procesamiento utilizadas durante la elaboración de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave. 28
Tabla 7: Condiciones utilizadas durante la determinación de condiciones en el ciclo de moldeo por inyección. 30
Tabla 8: Condiciones de procesado utilizadas durante el moldeo por inyección de los NFC's 30
Tabla 9: Variables de control utilizadas durante el moldeo por inyección de los NFC's... 30
Tabla 10: Porcentaje en peso del contenido orgánico extraído de la fibra de agave durante el tratamiento superficial alcalino. 37
Tabla 11: índice de cristalinidad de las fibras de agave tratadas con álcali. 44
Tabla 12: Características de cristalinidad de los compuestos de polipropileno con fibra natural. 46
Tabla 13: Temperaturas de fusión, cristalización, entalpías de fusión y cristalización de los NFC's. 49
Tabla 14: Valor de temperaturas de transición vítreas de los compuestos de polipropileno reforzados con fibra de agave obtenidos a partir del análisis dinámico mecánico. 59
Tabla 15: Porcentajes de pérdida en peso de las fibras de agave utilizadas. 64
Tabla 16: Efecto de las variables de control sobre el módulo de Young de los NFC's..... 77
Tabla 17: Efecto de las variables de control sobre el esfuerzo de cedencia de los NFC's. 79
Tabla 18: Efecto de las variables de control sobre el módulo de flexión de los NFC's..... 82
Tabla 19: Efecto de las variables de control sobre el esfuerzo a la cedencia de los NFC's. 84