

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CIUDAD MADERO



DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



TESIS

"ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES REOLOGICAS Y MECANICAS DE EUFORBIÁCEA (CANDELILLA) CON POLIOLEFINAS"

Para obtener el grado de:

MAESTRIA EN CIENCIAS DE INGENIERIA QUIMICA.

Presenta:

I.Q. MARIELLI ELIZABETH PONCE MEDINA

Director de tesis:

DRA. ANA BEATRIZ MORALES CEPEDA

Co-Director de tesis:

DR. TOMAS LOZANO RAMÍREZ



SECRETARÍA DE

EDUCACIÓN FÚBLICA



D RECCIÓN GENERAL DE EDUCACIÓN SUPERIOR TECNOLÓGICA Instituto Tecnológico de Ciudad Madero

"2014, Año de Octavio Paz"

Cd. Madero, Tamps; a 23 de Mayo de 2014.

OFICIÓ No.: U1.303/14 AREA: DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN ASUNTO: AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN DE TESIS

ING, MARIELLI ELIZABETH PONCE MEDINA NO. DE CONTROL G06070797 P R E S E N T E

Me es grato comunicarle que después de la revisión realizada por el Jurado designado para su examen de grado de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química, lel cual está integrado por los siguientes catedráticos:

 PRESIDENTE :
 DRA, ANA BEATRIZ MORALES CEPEDA

 SECRETARIO
 DR, TOMAS LOZANO RAMÍREZ

 VOCAL :
 DRA, MARISULA ESTEFANÍA ÁNGELES SAN MARTÍN

 SUPLENTE:
 DR, HUGO EDUARDO DE ALVA SALAZAR

DIRECTOR DE TESIS :

DRA. ANA BEATRIZ MORALES CEPEDA

Se acordó autorizar la impresión de su tesis titulada:

"ESTUDIO REOLÓGICO Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE EUFORBIÁCEA (CANDELILLA) CON POLIOLEFINAS"

Os may satisfactorio para la División de Estudios de Posgrado e Investigación compartir con Usted el logro de esta meta

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

ATENTAMENTE

"Por mi patria y por mi bien" @ plande Chais ang Ma. M. P. MARIA YOLANDA CHAVEZ CINCO JEFA DE LA DIVISIÓN

DIVISION DE ESTUD'OR DE POSSIANO E INVESTIGACIÓN

TC M

c.c.p.- Miruta Archivo MYCHC 'TLR 'jan



Ave. 1' de Minyo y Sor Juana I. de la Cruz, Col. Los Mangos, CP. 8944) Cc. Madero, Tam. Tel. (833) 357-48-20, Faz, Ext. 1002, e-mail: htem@item.edu.mx

www.item.edu.mx



Cd. Madero, Tamaulipas, México

Mayo 2014

AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca otorgada para la realización de mis estudios de maestría y por financiar mi estancia en el École Polytechnique de Montréal por 5 meses.

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

Al. Dr. Tómas Lozano Ramírez (DEPI-ITCM) por su co-asesoría y su ayuda brindada para poder realizar mi estancia de investigación en el École Polytechnique de Montréal Canada.

Al Dr. Pierre G. Lafleur (Reserch Polytechnique de Montréal Canada) por su co-asesoría y por brindarme la oportunidad de realizar la estancia en la universidad.

Al maestro Shair Karami por el apoyo, amistad y asesoría durante la realización de mi proyecto en Montréal Canada.

Al Dr. Omar Delgadillo por su apoyo, amistad y asesoría durante la realización de mi proyecto en Montréal.

A la maestra Nury Ardilla por su apoyo, amistad y asesoría en la realización de mi proyecto.

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

A la empresa Indelpro, Altamira S.A de C.V por brindar el polipropileno para el proyecto.

Abstract

This study sought to determine the possibility of using waste of candelilla plant bagasse (Euphorbia antisyphilitica) as reinforcing filler in the thermoplastic polymer matrix; a composites of polypropylene (PP) reinforced with bagasse fiber of candelilla residue (FC) were prepared. The composites were prepared with Hakke Rheocord 90 with a composition of 20, 25 and 30% percent portions of candelilla fiber reinforcement with three different particle sizes of 106µm, 45µm and 75µm. The composites were mixed with Polypropylene grafted with maleic anhydride (PPgMA) and without compatibilizer (PPgMA) to determine the effect of the compatibilizer in the matrix of (PP) with two parts per hundred of (PPgMA) as a compatibilizer. The effects of compatibilizing and particle size of candelilla fiber on the physical, mechanical and thermal properties of the composites were evaluated with infrared spectroscopy (IR), Dynamic Mechanical Analysis (DMA), Rheology and impact test type Gardner; the specimens for the above tests were made by the method of compression in a press. The test specimens for Izod impact test and stress were elaborated by molding - injection. It was found the effect of the compatibilizer (PPgMA) in PP composite in rheology testing and DMA. The data of elastic modulus (G'), viscous modulus (G"), complex viscosity (η) , were collected during the test and plotted against frequency. In the case of storage modulus (E'), loss modulus (E") and the mechanical loss factor (tan delta) were done in function against temperature. An increase in the E' and E", and a decrease in tan delta was observed for the composites with the compatibilizing indicating a good interaction between the fiber and the PP matrix.

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

Resumen

El presente estudio trata de determinar la posibilidad de usar residuos de bagazo de la planta de candelilla (Euphorbia antisyphilitica) como relleno de refuerzo en la matriz polimérica en termoplásticos, compósitos de polipropileno (PP) reforzado con residuo de bagazo de fibra de candelilla (FC) fueron preparados. Los compósitos fueron preparados por el Hakke Rheocord 90 con una composición de 20, 25 y 30 partes por ciento (ppc) de refuerzo de fibra de candelilla a tres diferentes tamaños de partícula 106 µm, 75µm y 45 µm. Los compósitos fueron preparados con Polipropileno injertado con anhídrido maleico (PP-g-MA) y sin (PPgMA) para determinar el efecto del compatibilizante en la matriz de (PP) utilizando dos partes por cien de Polipropileno injertado con anhídrido maleico (PP-g-MA) como compatibilizante. Los efectos del compatibilizante y de tamaño de partícula de la fibra de candelilla sobre las propiedades físicas, mecánicas y térmicas de los compósitos fueron evaluadas con espectroscopia infrarrojo (IR), análisis mecánico dinámico, (DMA), reología y prueba de impacto de tipo Gardner, las probetas para las pruebas anteriores fueron fabricadas por el método de compresión en una prensa. Las probetas para prueba de impacto de tipo izod y de tensión fueron llevadas a cabo por moldeo por compersión. Se encontró el efecto del compatibilizante (PPgMA) en el compósito de PP en las pruebas de reología y DMA. El módulo elástico (G[']), el modulo viscoso (G^{''}), la viscosidad compleja (η) , los datos fueron recolectados durante la prueba y graficados contra la frecuencia. El módulo de almacenamiento (E'), módulo de pérdida (E'') y el factor mecánico de pérdida (tan delta) fueron recolectados durante la prueba y graficados contra la temperatura. Un incremento en los módulos de E' y E'', y una disminución en la tan delta fueron observados para los compósitos con el compatibilizante indicando una buena interacción entre la fibra y la matriz de PP.

Palabras clave: materiales compuestos, polipropileno, fibra natural; compatibilizante; propiedades mecánicas; ensayo de impacto Izod; DMA.

Índice

In	troducció	Śn	1
1.	Ma	rco Teórico	4
	1.1. I	Fibras de Refuerzo	5
	1.2. I	Fuentes de las Fibras	5
	1.3.	Clasificación de Fibras	6
	1.3.1.	Lino	6
	1.3.2.	Cáñamo	8
	1.3.3.	Yute	11
	1.3.4.	Kenaf	13
	1.3.5.	Sisal	14
	1.3.6.	Abacá	17
	1.3.7.	Fibras de hojas de piña	18
	1.3.8.	Ramio	20
	1.3.9.	Fibra de cascara de Coco	22
	1.3.10	. Bambú	23
	1.3.11	. Cascara de Arroz	24
	1.3.12	Palma Aceitera	26
	1.3.13	. Bagazo de la Caña de Azúcar	27
	1.3.14	Candelilla	28
	1.3.	14.1. Composta de candelilla	29
	1.3.	14.2. Propiedades de la candelilla	29
	1.3.	14.3. Propiedades de la cera de candelilla	30
	1.4. I	Estructura y Composición Química	32
	1.4.1.	Propiedades	33
	1.5.	Generalidades de la celulosa	36
	1.5.1.	Generalidades de los materiales lignocelulósicos	36
	1.6. (Generalidades del Polipropileno	38
	1.7. (Generalidades de la cera	40
2.	Me	todología experimental	42
	2.1. 1	Materiales	42
	2.2.	Frituración del bagazo de la fibra de candelilla	43
	2.3. I	Preparación de los compósitos	44
	2.4.	Caracterización de los compósitos	44

2.4.1.	Medición de la densidad de la fibra de candelilla	44
2.4.2.	Espectroscopia infrarroja de la Transformada de Fourier (FTIR)	45
2.4.3.	Propiedades morfológicas	46
2.4.3	3.1 Morfología a través de microscopia electrónica de barrido (SEM)	46
2.4.4.	Difracción de rayos X (XRD)	47
2.4.5.	Análisis Termogavimétrico (TGA)	48
2.4.6.	Análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) de los compósitos	48
2.4.7.	Reología	49
2.4.8.	Análisis Dinámico Mecánico (DMA)	51
2.5. C	aracterización de Tamaño de partícula	52
2.5.1.	Analizador de distribución de tamaño de particular	52
2.5.2.	Molino de Bola	52
2.6. C	aracterización de pruebas de Impacto	53
2.6.1.	Impacto por el método Gardner	54
2.6.2.	Impacto por método Izod	55
2.6.3.	Prueba de tensión-deformación	56
3. Resu	ultados y discusión	58
3.1. N	Iedición de la densidad de la candelilla	58
3.1.1.	Espectroscopia infrarooja de la transformada de Fourier (FTIR)	58
3.2. P	ropiedades morfológicas	60
3.2.1.	Morfología de microscopía electrónica de barrido (SEM)	61
3.3. D	vifracción de rayos X (XRD)	70
3.4. A	nálisis Termogavimétrico	71
3.5. A	nálisis de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) de los compósitos.	73
3.6. R	eología	74
3.7. A	nálisis dinámico mecánico	111
3.8. A	nálisis de la distribución de tamaño de partícula	125
3.9. P	ruebas de impacto	129
3.9.1.	Prueba de impacto Gardner	129
3.9.2.	Pruebas de impacto Izod	130
3.9.3.	Pruebas tensión- elongación	131
4. Con	clusión	137
5. Refe	erencias	139

Índice de Figuras

Marco Teórico	
Figura 1.1 Planta de fibra de lino	8
Figura 1.2. Planta de cáñamo	10
Figura 1.3. Usos de la planta de cáñamo	11
Figura 1.4. Fibra de Yute	12
Figura 1.5. Fibra de Kenaf	14
Figura 1.6. Planta de Kenaf	14
Figura 1.7. Planta y fibra de Sisal	17
Figura 1.8. Planta y fibra de plátano (abacá)	18
Figura 1.9. Hoja de piña	20
Figura 1.10. Planta de Ramio	22
Figura 1.11. Fibra de Ramio	22
Figura 1.12. Fibra de coco	23
Figura 1.13. Planta de Bambú	24
Figura 1.14. Cáscara de arroz	25
Figura 1.15.(a) Planta de palma y (b) la fibra	27
Figura 1.16.Caña de azucar	28
Figura 1.17. Bagazo de la caña de azucar	28
Figura 1.18. Planta de candelilla	28
Figura 1.19.Composta de candelilla	29
Figura 1.20. Productos de la cera de Candelilla	31
Figura 1.21 Estructura de la celulosa (Mohanty, y otro 2005)	36
Figura 1.22 Estructura de la lignina (Rouchi, 2000)	37
Figura 1.23 Componentes comunes de la hemicelulosa (Fengel, y otros, 1984)	38
Figura 1.24. Estructura del polipropileno (PP)	40
Figura 1.25.Estructura de diferentes tipos de cera	40
Metodología Experimental	
Figura 2.1 a) Trituración de candelilla, b) Tamizado de la fibra	43
Figura 2.2. Picnómetro	45
Figura 2.3. Espectrofotómetro IR por Transformada de Fourier (FTIR) Perkin E	45
Figura 2.4 Microscopio Óptico Hund H600	46
Figura 2.5 Microscopio electrónico de barrido (SEM)	47
Figure 2.6 Difracción de rayos XPhilips PW3040/00 X Pert MPD	47
Figura 2.7 Equipo de análisis termogavimétrico (TGA)	48
Figura 2.8 Equipo de análisis de calorimetría diferencial de barrido DSC	49
Figura 2.9 Reómetro Gemini-Hr y probetas	50
Figura 2.10 Prensa de calentamiento Carver para hacer las probetas	51
Figura 2.11 Probetas para el análisis dinámico mecánico	51
Figura 2.12 El analizador de distribución de tamaño de partícula "The partica LA-950	50
Horiba	52
Figura 2.13 Molino de bola	53
Figura 2.14 Proceso de filtrado del producto de molienda	53
Figura 2.15 Prueba de impacto Garner	55

Figura 2.15 Prueba de impacto Garner Figura 2.16 Prueba de impacto Izod.

Figura 2.17 Prueba de Tensión-Elongación	57
Resultados y Discusión	
Figura 3.1 Espectro de la fibra de candelilla en ATR- FTIR	58
Figura 3.2 Imagen de microscopía óptica típica de la fibra de candelilla para la	61
determinación de dimensiones de las fibras	01
Figura 3.3 Distribución de tamaño de partícula de PPGMA	62
Figura 3.4 Distribución de tamaño de partícula de PPGMA	63
Figura 3.5 Distribución de tamaño de partícula de PP20FC75	64
Figura 3.6 Distribución de tamaño de partícula de PP20FC75	65
Figura 3.7 Distribución de tamaño de partícula de PP20FC75M2	66
Figura 3.8 Distribución de tamaño de partícula de PP20FC75M2	66
Figura 3.9 Distribución de tamaño de partícula de PP20FC75M2	67
Figura 3.10 Distribución de tamaño de partícula de PP30FC75.	67
Figura 3.11 Distribución de tamaño de partícula de PP30FC75	68
Figura 3.12 Distribución de tamaño de partícula de PP30FC75M2	69
Figura 3.13 Distribución de tamaño de partícula de PP30FC75M2	69
Figura 3.14 Distribución de tamaño de partícula de PP30FC75M2	70
Figura 3.15 Difractograma de la fibra de candelilla en XDR	71
Figura 3.16 Curvas de TGA de la fibra de candelilla	72
Figura 3.17 Barrido de amplitud para conocer la región viscoelástica lineal.	76
Figura 3.18 Módulo elástico para diferentes cargas de compatibilizante comparándolo con el	77
polipropileno puro.	//
Figura 3.19 Módulo viscoso para diferentes cargas de compatibilizante comparándolo con el	78
polipropileno puro.	70
Figura 3.20 Viscosidad Compleja para diferentes cargas de compatibilizante comparándolo	79
con el polipropileno puro.	
cargas de compatibilizante compatindolo con el polipropileno puro	80
Figura 3 22 Viscosidad Compleja en compósitos de 30% de contenido de fibra con diferentes	
cargas de compatibilizante comparándolo con el polipropileno puro.	82
Figura 3.23 Módulo elástica para compósito con 20% de contenido de fibra	83
Figura 3.24 Módulo viscoso para compósito con 20% de contenido de fibra	85
Figura 3.25 Módulo elástico para compósitos con 20% de contenido de fibra y 2	0.6
(ppc) de compatibilizante	86
Figura 3.26 Módulo viscoso para compósitos con 20% de contenido de fibra y 2	00
(ppc) de compatibilizante	88
Figura 3.27 Módulo elástico del compósito con un 25% de contenido de fibra.	90
Figura 3.28 Módulo viscoso para compósitos con 25% de contenido de fibra	92
Figura 3.29 Módulo elástico para compósitos con un 25% de contenido de fibra y 2	0.4
(ppc) de compatibilizante.	94
Figura 3.30 Módulo viscos para compósitos con un 25% de contenido de fibra y 2	05
(ppc) de compatibilizante.	95
Figura 3.31 Módulo elástico para compósitos con 30% de contenido de fibra.	96
Figura 3.32 Módulo vicoso para compósitos con 30% de contenido de fibra.	98
Figura 3.33 Módulo elástico para compósitos con 30% de contenido de fibra y 2	00
(ppc) de compatibilizante.	フプ
Figura 3.34 Módulo viscoso para compósitos con 30% de contenido de fibra y 2	101

(ppc) de compatibilizante.

Figura 3.35 Viscosidad Compleja para compósitos con 20% de contenido de fibra	102
Figura 3.36 Viscosidad Compleja para compósitos con 20% de contenido de fibra y 2	104
(ppc) de compatibilisante	101
Figura 3.37 Viscosidad Compleja para compósitos con 25% de contenido de fibra.	106
Figura 3.38 Viscosidad Compleja para compósitos con 25% de contenido de fibra y 2	108
(ppc) de compatibilizante	100
Figura 3.39 Viscosidad Compleja para compositos con 30% de contenido de fibra.	109
Figura 3.40 Viscosidad Compleja para compositos con 30% de contenido de fibra y 2	110
(ppc) de compatibilizante.	
Figura 5.41 Modulo de almacenamento de los compositos al 20% de contenido de	112
libra Figure 2.42 Mádulo do párdido do los compásitos con al 2004 do contanido do fibro	112
Figura 3.42 Modulo de perdida de los compositos con el 20% de contenido de fibra.	113
Figura 3.45 Tan o de los compositos con el 20% de contenido de fibra.	114
Figura 3.44 Modulo de afinacentamiento de los compositos con el 30% de contenido de fibra.	115
Figura 5.45 Modulo de perdida de los compositos con el 50% de contenido de fibra.	110
Figura 3.47 Módulo de almacenamiento de los compósitos con el 20% de contenido de fibra	11/
v con 2 (ppc) de compatibilizante.	118
Figura 3.48 Módulo de périda de los compósitos con el 20% de contenido de fibra y con 2	110
(ppc) de compatibilizante.	110
Figura 3.49 Tan δ de los compósitos con el 20% de contenido de fibra y con 2 (ppc) de	120
compatibilizante.	120
Figura 3.50 Modulo de almacenamiento de los compositos con el 30% de contenido de fibra $y con 2 (ppc) de compatibilizante$	121
Figura 3 51 Módulo de pérdida de los compósitos con el 30% de contenido de fibra y con 2	
(ppc) decompatibilizante.	121
Figura 3.52 Tan δ de los compósitos con el 30% de contenido de fibra y con 2%	122
compatibilizante.	123
Figura 3.53 Cambios en los módulos de almacenamiento para todas las muestras.	124
Figura 3.54 Tamaño de partícula de 106µm antes de usar el molino de bolas	125
Figura 3.55 Tamaño de partícula de 106µm después de usar el molino de bolas	126
Figura 3.56 Tamaño de partícula de 75µm antes de usar el molino de bolas	126
Figura 3.57 Tamaño de partícula de 75µm después de usar el molino de bolas	127
Figura 3.58 Tamaño de partícula de 45µm antes de usar el molino de bolas	128
Figura 3.59. Tamaño de partícula de 45µm después de usar el molino de bolas	128
Figura 3.60 Resultados de la prueba Gardner.	130
Figura 3.61 Resultados de la prueba Izod.	131
Figura 3.62 Gráfica de tensión al esfuerzo vs Deformación del PP puro.	132
Figura 3.63. Gráfica de tensión al esfuerzo vs deformación del composito del PP30fc75	132
Figura 3.64. Gráfica de tensión al esfuerzo vs deformación del composito del PP30FC75M2.	132

Índice de tablas

Marco teórico	
Tabla 1.1 Mayores fuentes de fibras en relación comercial.	6
Tabla 1.2. Composición Típica de la Cera de Candelilla.	30
Tabla 1.3 Propiedades Fisicoquímicas de la Cera de Candelilla	
Tabla 1.4 Composición Típica de la Cera de Candelilla Refinada.	32
Tabla 1.5 Composición química de fibras naturales comunes.	33
Tabla 1.6 Propiedades mecánicas de fibras naturales	35
Tabla 1.7. Contenido de humedad de equilibrio de algunas fibras naturales.	35
Metodología experimental	
Tabla 2.1 Propiedades del polipropileno profax 6523	43
Tabla 2.2. Composición y relación de los materiales utilizados	44
Resultados y Discusión	
Table 3.1. Composición química del contenido de humedad de fibras naturales	60
Tabla 3.2. Temperatura de descomposición de las fibras naturales	72
Tabla 3.3. Información de Tm, ΔH_f , and Xc para el PP, MAPP y compósitos	73
Tabla 3.4. Los datos recolectados de módulo elástico para materiales con diferentes	70
cargas de compatibilizantes comparado con el PP.	78
Tabla 3.5. Los datos recolectados de módulo viscoso para materiales con diferentes	79
cargas de compatibilizante comparándolo con el PP.	
Tabla 3.6 Indice Pseudoplástico	80
Tabla 3.7 Indice Pseudoplástico	
Tabla 3.8 Indice Pseudoplástico	83
Tabla 3.9. Los datos recolectados de módulo elástico para materiales compuestos	84
con un 20% de contenido de fibra.	
Tabla 3.10 Los datos recolectados de módulo viscoso de materiales compuestos	86
con un 20% de contenido de fibra.	
rabia 5.11 Los datos recolectados de modulo elastico para matemales	97
compatibilizante	07
Tabla 3.12 Los datos recolectados de módulo viscoso para compuestos con un	
20% de contenido de fibra con un 2 (ppc) de compatibilizante	89
Tabla 3.13 Los datos recolectados de módulo elástico para materiales	
compuestos con un 25% de contenido de fibra.	91
Tabla 3.14. Los datos recolectados de módulo viscoso de materiales compuestos	
con un 25% de contenido de fibra.	93
Table 3.15 Los datos recolectados de módulo elástico de materiales compuestos	05
con un 25% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.	95
Table 3.16. Los datos recolectados de módulo viscos de materiales compuestos	96
con un 25% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.	70
Table 3.17 Los datos recolectados de módulo elástico de materiales compuestos	97
con un 30% de contenido de fibra.	71
Table 3.18. Los datos recolectados de módulo viscoso de materiales compuestos	99

con un 30% de contenido de fibra.	
Table 3.19 Los datos recolectados de módulo elástico de materiales compuestos	
con un 30% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.	
Table 3.20 Los datos recolectados de módulo viscoso de materiales compuestos	
con un 30% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.	102
Tabla 3.21 Índice Pseudoplástico	104
Tabla 3.22 Índice Pseudoplástico	105
Tabla 3.23 Índice Pseudoplástico	107
Tabla 3.24 Índice Pseudoplastico	109
Tabla 3.25 Índice Pseudoplástico	110
Tabla 3.26 Índice Pseudoplástico	111
Tabla 3.27 Propiedades mecánicas de los compósitos de fibra de candelilla.	

Introducción

Las fibras naturales han sido un excelente refuerzo en los termoplásticos debido a sus ventajas tales como: el bajo costo, baja densidad, alta resistencia, biodegradabilidad, y renovabilidad. Las aplicaciones de los materiales compuestos de fibra de termoplásticos naturales se encuentran en piezas automotrices, aeroespaciales, construcción, etc. Sin embargo, la principal desventaja de la utilización de la fibra natural en los termoplásticos no polares tales como el polipropileno, es la pobre compatibilidad entre ellos. Además, el carácter hidrófilo de las fibras naturales conduce a la absorción de humedad, causando cambios dimensionales en las fibras, la interface de fibra - matriz y la capacidad de transferir la tensión de la fibra a la matriz para determinar la eficiencia de refuerzo con las fibras [1].

Se han realizado muchos estudios para mejorar la adhesión entre la fibra y la matriz mediante la modificación de la fibra y/o matriz de polímero utilizando métodos físicos y químicos. Los métodos físicos tales como: corona, plasma, y tratamiento de calor se usan para modificar ya sea la fibra o matriz de polímero [2-5]. Los métodos químicos se aplican para modificar la fibra y también la matriz. La modificación de la fibra incluye el tratamiento con silano [6-9], el tratamiento con isocianatos [10, 11], tratamiento con permanganato de potasio (KMnO4) [12], el tratamiento con anhídrido maléico [13, 14], el tratamiento alcalino [12, 15-17], etc. Por otra parte la matriz de polímero se modifica químicamente con monómeros tales como: anhídrido maléico [14, 18, 19], acrilonitrilo [20], etc.

Entre las diversas modificaciones, se reportó que polipropileno maleado (MAPP) da una mejoría significativa en las propiedades mecánicas de los compósitos de fibra natural con polipropileno. El MAPP fue utilizado en compósitos de yute-PP y se observó un aumento notable en las propiedades mecánicas [21]. Karnani en 1997 reportó que el MAPP mejora la adherencia y la interacción en los enlaces de la fase en los compósitos de la fibra de kenaf-PP. Los compósitos de kenaf-PP con MAPP tuvieron un incremento en los módulos de temperatura y menor deformación por fluencia de materiales compuestos no acoplados [22]. El uso del copolímero de polipropileno-anhídrido maléico como agente de acoplamiento en compósitos de lino-PP aumentó las propiedades mecánicas y disminuyó la tasa de absorción de agua en los compósitos [14].

Con el fin de aumentar la fuerza y la resistencia al agua de los materiales naturales compuestos de fibra termoplástica, se utilizan fibras sintéticas como la fibra de vidrio, para hibridar los materiales compuestos. Panthapulakkal y Sain en 2007 [23] estudiaron las propiedades mecánicas y térmicas, así como la absorción de agua de los compósitos cáñamo/fibra de vidrio con PP. Se obtuvo una mejora en las propiedades de flexión y en las pruebas de resistencia en impacto por el método Izod en los materiales compuestos. Además, la incorporación de fibra de vidrio en materiales compuestos de cáñamo-PP dio lugar a la mejora en las propiedades térmicas y la resistencia al agua en los materiales compuestos. Rozman y col. en 2001 [24] estudiaron las propiedades tensiles y de flexión en los compósitos híbridos de polipropileno - fibra de coco aceitero - fibra de vidrio. Con la adición de las dos fibras en la PP, se encontró una disminución en la resistencia a la flexión y a la tensión. Por el contrario, los módulos de flexión y tensión se incrementaron al aumentar la carga de la fibra. Por otra parte, polipropileno maleado y 3 - (trimetoxysili) - propimetacrilato como compatibilizador dio resultado en una mejora de las propiedades flexibles y tensibles de los compósitos. Arbelaiz en 2005 [25] reportó que la resistencia tensil y módulo tensil de los materiales compuestos híbridos de fibra de vidrio/lino-PP dependía de la proporción de fibra de vidrio/lino. El copolímero de polipropileno anhídrido maléico (MAAP) también mejoró las propiedades mecánicas de los materiales compuestos. Thwe y Liao en 2009 [26] encontraron que la resistencia tensil y el módulo elástico del polipropileno reforzado con fibra de bambú (BFRP) y del compuesto híbrido de polipropileno con fibra de bambú reforzados con fibra de vidrio (BGRP), apenas disminuveron después del envejecimiento a 25° C durante un mes, mientras que estos se redujeron significativamente después de envejecimiento a 75° C durante 3 meses.

El MAPP mejora la resistencia tensil y la resistencia al agua de ambos compósitos. La incorporación de la fibra de vidrio trozada en compuestos de cáñamo-polipropileno resultó en una significativa mejora en las propiedades mecánicas [27].

En este estudio se examinó el efecto de la incorporación de la fibra de candelilla como refuerzo en la matriz de polipropileno y con PP-g-Ma como compatibilizante para mejorar las propiedades mecánicas, térmicas, reológicas y morfológicas del compósito.

1. Marco Teórico

Hoy en día existe una gran tendencia a utilizar biofibras como carga o refuerzo en compuestos termoplásticos. Debido a su flexibilidad durante el procesamiento, alta rigidez y bajo costo (con base en el volumen), los cuales los hacen atractivos para los fabricantes. En este siglo hemos sido testigo de las exigencias cada vez mayores para la utilización de plásticos como materias primas importantes, más del 80% de los cuales son termoplásticos. Los compuestos plásticos reforzados con biofibra están ganando cada vez más aceptación en aplicaciones estructurales.

En el desarrollo tecnológico con respecto a las exigencias y expectativas de los consumidores sigue aumentando la demanda de recursos globales, lo que lleva a mayores cuestiones sobre la disponibilidad del material y la sustentabilidad ambiental. En los últimos decenios los compósitos con biofibra han experimentado una notable transformación. Estos materiales se han vuelto más y más necesarios, tanto que nuevas composiciones y procesos han sido intensamente investigados, desarrollados y en consecuencia aplicados. La crisis del petróleo hizo que los biocompósitos fueran significativamente importantes y estos se han convertido en materiales de ingeniería con una extensa gama de propiedades. Sin embargo, al igual que todos los materiales, están constantemente bajo presión en la competencia del mercado global, que a su vez, requiere una continua investigación. Aquellas épocas donde simplemente se mezclaban plásticos con rellenos de desechos naturales y la caracterización de sus principales propiedades se han terminado.

El concepto de la utilización de plásticos con base biológica como matrices reforzadas para biocompósitos está ganando más y más aprobación día a día. El desarrollo de los surgientes plásticos bio-basados es espectacular desde el punto de vista tecnológico y refleja su rápido crecimiento en el mercado. La tasa media anual de crecimiento a nivel mundial fue del 38% del 2003 al 2007. En el mismo período, la tasa de crecimiento anual fue de hasta el 48% en Europa. Se espera que la capacidad mundial de plásticos de base biológica aumente de 0.36 millones de toneladas métricas (2007) a 2.33 millones de

toneladas métricas en 2013 y hasta 3.45 millones de toneladas métricas en 2020. El principal producto en términos de volúmenes de producción será de plásticos a base de almidón, acido poliláctico (PLA) y acido polioxialcanoato (PHA) [1].

El creciente número de publicaciones durante los últimos años, incluyendo artículos [2-9] y libros [10-14] refleja la creciente importancia de estos nuevos biocompósitos. En su artículo Bledzki y Gassan han estudiado los refuerzos con fibras naturales disponibles que se utilizan mayormente en los compósitos de polímero hasta 1999 [15]. En ese trabajo se tiene como objetivo revisar los refuerzos actuales de fibras naturales en materiales compuestos poliméricos del 2000 al 2010. En esa investigación no se ocuparon de las fibras naturales de animales (por ejemplo, seda o lana) o de algodón o de fibras celulósicas artificiales. Ese estudio también excluye la fibra de madera o harina. Dado al amplio alcance de esa investigacion, que fue inevitablemente incompleta, se esperó ofrecer una visión sensata de las fibras naturales más populares de materiales compuestos poliméricos en los últimos 11 años.

1.1. Fibras de Refuerzo

Hoy en día existe una mayor conciencia de que los recursos no renovables se están volviendo escasos y ha surgido nuestra dependencia inevitable de esos recursos renovables. Este siglo podría ser llamado el siglo de la celulosa, porque se están descubriendo más y más productos de recursos vegetales renovables. Se ha determinado generalmente que las fibras naturales son renovables y sustentables. Las plantas son seres vivos renovables y sustentable de los cual se obtienen las fibras naturales.

1.2. Fuentes de las Fibras

Las plantas que producen fibras naturales, se clasifican como primarias y secundarias en función de su uso. Las plantas primarias son aquellas que se cultivan por su contenido en fibra, mientras que las plantas secundarias son en las que la fibra se produce como un subproducto. Yute, cáñamo, kenaf y sisal son ejemplos de plantas primarias. Piña,

palma de aceite y de coco son ejemplos de plantas secundarias. En la Tabla 1.1 se muestra las principales fibras utilizadas comercialmente en compósitos, que ahora se producen en todo el mundo [16].

Fuentes de fibras	Producción Mundial (10° Ton)
Bagazo de caña de azúcar	75,000
Bambú	30,000
Yute	2,300
Kenaf	970
Lino	830
Pasto	700
Sisal	378
Cáñamo	214
Coco	100
Ramina	100
Abacá	70

Tabla 1.1. Mayores fuentes de fibras en relación comercial.

1.3. Clasificación de Fibras

Hay seis tipos básicos de fibras naturales. Se clasifican de la siguiente manera: las fibras de corteza (yute, lino, cáñamo, ramio y kenaf), fibras de hoja (abacá, sisal y piña), fibras de semillas (coco, algodón y kapoc), fibras de núcleo (kenaf, cáñamo y yute), fibras de pastos y juncos (trigo, maíz y arroz) y otros tipos (madera y raíces).

1.3.1. Lino

El lino, *Linum usitatissimum*, pertenece a las fibras de corteza. Se cultiva en las regiones templadas y es uno de los cultivos de fibra más antiguos en el mundo, (ver figura 1.1). La fibra de la corteza del lino se utiliza con mayor frecuencia en los mercados textiles de mayor valor agregado. Hoy en día, es ampliamente utilizado en el área de los compósitos. Las propiedades mecánicas y dinámicas de los compósitos de PP reforzados a base de fibras de lino no tejido se estudiaron teniendo en cuenta el efecto de la zeín como agente de acoplamiento o compatibilizante [17]. El zeín es una proteína, extraída del maíz y se utiliza como solución. Se encontró que el zeín como agente de acoplamiento mejora las

propiedades mecánicas de los compósitos. Se encontró también que el módulo de almacenamiento de los compósitos aumenta cuando el zein se utiliza como recubrimiento debido a que incrementa la adhesión interfacial fibra-matriz.

Las propiedades mecánicas tensiles de las fibras de lino se estiman en función de su diámetro y su ubicación en los tallos [18]. La gran dispersión de estas propiedades se atribuye a la variación del tamaño de la fibra a lo largo de su eje longitudinal. Los valores más altos de las propiedades mecánicas de las fibras emitidas desde la mitad de los tallos están asociados con la composición química de sus paredes celulares. Las propiedades mecánicas de la matriz de compósitos fibra de lino/epoxi unidireccional son estudiadas en función de su contenido de fibra. Las propiedades de los compósitos son más bajos que los esperados de las características de la fibra individual.

Se han realizado diversas investigaciones sobre los compósitos de fibra de lino/polipropileno. Estos estudios se centran en muchas diferentes variables, incluyendo: la comparación entre NMT (matriz de fibra natural termoplástico) y GMT (matriz de fibra de vidrio termoplástica) [19], también la influencia en la modificación de la fibra/matriz e hibrido de fibra de vidrio [20], además el efecto del tratamiento de fibra en las propiedades térmicas y de cristalización [21], igualmente la influencia del tratamiento de superficie en la interfaz por triacetato de glicerol, almidón termoplástico, metacril oxipropil trimetoxisilano e hilo de lino hervido [22], del mismo modo la comparación de matrices (PP y PLA) en las propiedades de los compósitos [23], también los efectos de los materiales y de procesamiento de parámetros [24], de igual forma la influencia de los métodos de procesamiento [25]. Buttler en 2009 [26] presenta la posibilidad de utilizar compósitos de fibra de lino en la industria de carrocerías y de autobuses.

También ha sido evaluado el efecto de la modificación de fibra bio-técnica [27], el comportamiento de fractura y la dureza [28], la influencia del tratamiento de la fibra alcalina en materiales compuestos unidireccionales [29], el efecto de los parámetros de procesamiento [30] en las etapas de descortezado consecutivos de fibras de lino (baño, rasurado, y separación) en los compósitos de fibras de lino reforzados con epoxi.

Compósitos de fibra de lino reforzados con resina de poliéster han sido evaluados para conocer la degradación térmica y la resistencia al fuego [31], los tratamientos químicos sobre las propiedades de superficie y de adhesión [32], y el efecto de los tratamientos químicos sobre la absorción de agua y propiedades mecánicas [33].

Se utilizaron también tres resinas de aceite de soya (aceite de soya metacrilato, aceite de soya modificado con anhídrido metacrílico, aceite de soya modificado con anhídrido acético) como matrices de biocompósitos reforzados con fibra de lino [34].



Figura 1.1. Planta de fibra de lino

1.3.2. Cáñamo

Otro cultivo de fibra basta notable es el cáñamo, que pertenece a la familia del *Cannabis*, (ver figura 1.2). Es una planta que crece anualmente en climas templados. El cáñamo es actualmente es objeto de un subsidio de la Unión Europea para la agricultura no alimentaria, y una iniciativa importante está en curso para su futuro desarrollo en Europa, (ver figura 1.3).

Se examinaron compósitos de PP con fibras de cáñamo, que fueron hechos útiles mediante la reacción de fusión injertando metacrilato de glicidilo (GMA) y prepara por lotes, [35]. La modificación de las fibras y la matriz de PP, así como la adición de varios compatibilizadores se llevaron a cabo para mejorar las interacciones fibra-matriz. En comparación con el sistema sin modificar, un compósito modificado mostró una mejora en la dispersión de la fibra en la matriz de PP y mayor adhesión interfacial como consecuencia de la unión química entre la fibra y el polímero (PP/cáñamo).

La estabilidad térmica y el comportamiento de fase de los materiales compuestos fueron en gran medida afectados por la fibra y modificación de la matriz. Los cambios en la morfología esferulítica y comportamiento de cristalización de PP se observaron en los materiales compuestos debido al efecto de nucleación de las fibras de cáñamo. Por otra parte, un marcado incremento en la velocidad de cristalización isotérmica PP (en el rango de 120-138° C) se registró con el incremento del contenido de cáñamo modificado. Todos los compuestos muestran un mayor módulo a la tensión (aproximadamente 2,9 GPa) y menor alargamiento a la rotura en comparación con PP puro; la compatibilización con el PP modificado (10 phr) resultó en un aumento de la rigidez de los compósitos como resultado de la mejora de la fibra-matriz en la adhesión interfacial.

Pickering y colaboradores en 2009 [36-38] investigaron los efectos de los quelatos, hongos de raíces blanca, y los tratamientos enzimáticos sobre la separación de las fibras de cáñamo en paquetes, y la mejora de la unión interfacial de las fibras de cáñamo con la matriz de PP. Los resultados obtenidos mostraron que la resistencia interfacial a la rotura de los compuestos de fibra tratadas fue mayor que para los compuestos de fibra sin tratar. Esto comprueba que la unión interfacial de fibras de cáñamo con PP fue mejorada por el tratamiento con hongos de raíz blanca. Los compósitos formados por fibras de cáñamo tratados con concentrado de quelatos tuvieron la más alta resistencia a la tensión de 42 MPa, lo que equivale a un incremento del 19% en comparación con los compósitos con fibras de cáñamo sin tratar. Los compósitos de PP reforzados con fibra de cáñamo muestran una reciclabilidad interesante [39]. Los resultados obtenidos demuestran que las propiedades mecánicas de los materiales compuestos de fibra de cáñamo/PP se mantienen bien conservados, a pesar de la cantidad de ciclos de reprocesado.

La viscosidad newtoniana disminuye con ciclos, lo cual indica una disminución en el peso molecular y de la cadena molecular inducidos por el reprocesamiento. La disminución de la longitud de la fibra con el reprocesamiento podría ser otra de las razones para la disminución de la viscosidad.

Se estudiaron las resinas epoxicas, que se usaron como matriz para materiales compuestos reforzados con fibra de cáñamo, con respecto al efecto de la estructura de la fibra en las propiedades de las pruebas de impacto por caída de peso [40], las propiedades y comportamiento de los materiales compuestos para codos [41], la conducta de la transferencia de la carga de impacto a la de los compósitos moldeados de resina [42], la micro-mecánica de los materiales compuestos [43], la influencia de mezclas híbridas hechas de aceite de soya y nanoarcilla [44], y la utilidad de cáñamo sin proceso de baño como una fuente de fibra para biocompósitos [45].

Kunanopparat y colaboradores en 2008 [46, 47] estudiaron la viabilidad del gluten de trigo como una matriz para materiales compuestos reforzados con fibra de cáñamo con respecto al efecto del tratamiento y la plastificación térmica en las propiedades mecánicas.



Figura 1.2. Planta de cáñamo



Figura 1.3. Usos de la planta de cáñamo

1.3.3. Yute

El yute es producido a partir de plantas del género *Corchorus*, que incluye alrededor de 100 especies. Es una de las fibras naturales más baratas y es actualmente la fibra de corteza con el volumen de producción más alto, (ver figura 1.4). Bangladesh, Birmania India y China, proporcionan las mejores condiciones para el crecimiento de yute.

Ray y colaboradores en 2002 [48-50] investigaron extensivamente fibra de yute con tratamiento alcalino reforzado con resina de éster de vinilo. En sus estudios, consideraron los comportamientos dinámicos, mecánica, térmica, y de impacto en comparación con los compuestos de éster de vinilo con fibra de yute sin tratar. El tratamiento alcalino remueve la hemicelulosa y mejora la cristalinidad, lo que permite una mejor dispersión de la fibra. Las propiedades dinámicas, mecánicas, térmicas y de impacto fueron superiores debido al tratamiento alcalino, que comprende el tiempo de tratamiento, la concentración y las condiciones.

Mohanty y colaboradores en 2000 [51] investigaron los efectos y la influencia mecánica y la biodegrabilidad en la modificación de la superficie de los compósitos de yute/Biopol y yute/PA (Poli Amida).

Se observaron mejoras en la resistencia a la tensión de más de 50%, 30% en la fuerza y 90% en la resistencia al impacto de flexión en los compósitos y son comparativos con los valores alcanzados para las hojas de Biopol puros. Los estudios de degradación mostraron que se produce una pérdida de peso de más del 50% de los compósitos de yute/Biopol, después de 150 días de entierro en composta.

Se estudiaron las propiedades de los compósitos de yute/plástico, incluyendo la estabilidad térmica, la cristalinidad, la modificación, la transesterificación, la erosión, la durabilidad, la orientación de las fibras en el comportamiento de fricción y desgaste, el diseño ecológico de los componentes automotrices, y alquilación [59-66].

La resina de poliéster se utilizó como matriz para los compósitos reforzados con fibra de yute, la relación entre la absorción de agua y el comportamiento dieléctrico [67], las propiedades elásticas, los criterios de resistencia y de rotura [68], la caracterización de daños por impacto [69], el comportamiento térmico y al ambiente [70], y el efecto de tratamiento con silano [71] fueron examinados.



Figura 1.4. Fibra de Yute

1.3.4. Kenaf

El Kenaf pertenece al género *Hibiscus* y hay alrededor de 300 especies. Kenaf es un nuevo cultivo en los Estados Unidos y muestra un gran potencial como materia prima para el uso en productos compósitos, (ver figura 1.5). Los últimos avances en equipo para remover cascaras que separa la fibra del núcleo de las cortezas combinado con la escasez de fibras, han remarcado el interés en el kenaf como una fuente de fibra, (ver figura 1.6).

El Termoformado ha demostrado que es posible la fabricación exitosa de láminas de PP reforzada con fibra de kenaf en forma de lámina [72]. El método de fabricación óptima encontrado para estos materiales se haya en el proceso de moldeo por compresión, que utiliza un tamizado en capas de un polvo PP micro-fina y fibras de kenaf picadas. El contenido de fibra (30 y 40% en peso) proporcionó refuerzo adecuado para aumentar la resistencia de la matriz de PP. La compresión de los compósitos de kenaf - PP moldeado, en este estudio, demostró tener mayor resistencia a la tensión y como a la flexión en comparación con otros compósitos de fibra natural moldeadas por compresión tal como sisal, fibra de coco y otros termoplásticos reforzados. Con la ayuda de los datos del módulo elástico, también fue posible comparar los beneficios económicos del uso de compósitos de kenaf en lugar de otras fibras naturales y F-vidrio. La fabricación del PP maleado reforzado con kenaf tiene un mayor módulo/costo y un módulo específicamente superior al sisal, fibra de coco, e incluso F-vidrio. Por lo tanto, proporcionan una opción para la sustitución de los materiales existentes con una mayor resistencia, menor costo alternativo que respeta el medio ambiente.

Se prepararon compósitos híbridos de harina de madera/fibra de kenaf y PP para investigar el efecto de las propiedades del compósito híbrido [73]. Los resultados indicaron que entre tanto los compuestos no-híbridos de fibra de kenaf y harina de madera mostraron los valores más altos y más bajos de módulo, respectivamente; los módulos de los compósitos híbridos se relacionan estrechamente con la proporción de contenido de partículas de fibra en los refuerzos. También se evaluaron las variaciones de las propiedades mecánicas y térmicas inducidas por la exposición a los compósitos de PP reforzados con fibra de kenaf a radiación de haz de electrones [74], la comparación de los compósitos de kenaf/PP con los de fibra de pluma/PP, fibra pulpa de papel kraft reciclado pasta/PP, y fibra de pulpa de materiales nuevos reciclados/PP [75] y, matriz de fibras de kenaf con su superficie modificadas por resina de poliéster [76], y la influencia del endurecimiento con caucho natural en la matriz de fibras de kenaf con resina de poliéster [77].



Figura 1.5. Fibra de Kenaf



Figura 1.6. Planta de Kenaf

1.3.5. Sisal

El sisal es un agave (*Agave sisalana*) comercialmente producido en Brasil y en el este de África, (ver figura 1.7). Entre 1998-2000 y a partir del 2010, se espera que la demanda global de las fibras y productos del sisal como el cordel, disminuya a un ritmo anual del 2.3%. El mercado tradicional de fibras sigue siendo deteriorada por sustitutos sintéticos y con la adopción de tecnologías de cosechas que utiliza menos o nada del cordeles.

Bullions y colaboradores en 2006 incorporaron hidróxido de magnesio y borato de zinc en compósitos de sisal/PP como retardantes de llama [78].

La adición de retardantes de llama a los compósitos de sisal/PP reduce la velocidad de combustión y aumenta la estabilidad térmica de los materiales compuestos. No se observó efecto sinérgico cuando se incorporaron el hidróxido de magnesio y el borato de zinc en los compósitos de sisal/PP. Además, los compósitos de sisal/PP mostraron

diferencias insignificantes en la velocidades de ruptura lo que indica que los tipos de retardadores de llama utilizados en este estudio no tuvieron ningún impacto en la procesabilidad de los compósitos. Los compósitos de sisal/PP a los cuales se les añadieron retardantes de llama, mostraron propiedades de resistencia a la tensión y de flexión comparables a las de los compósitos de sisal/PP, que no se les había añadido retardantes de llamas.

Se investigaron los compósitos de Sisal/PP con respecto a los efectos ambientales sobre el comportamiento de degradación [79], la influencia de los agentes de compatibilizadores sobre las propiedades de desgaste por abrasión [80], y el efecto del envejecimiento en las propiedades mecánicas [81].

Zhang y colaboradores en 2005 [82] desarrollaron todo tipo de compósitos con fibras de plantas mediante la conversión de su polvo de madera en termoplásticos usando un tratamiento adecuado de bencilación y mezclando fibras de sisal ya fueron discontinuos y continuos para producir compósitos a partir de recursos renovables. Las pruebas de degradación demostraron que los compósitos preparados de sisal/harina de madera plastificados fueron totalmente biodegradables. Para acelerar el proceso de descomposición, tanto la celulosa y la lignina en los compósitos deben considerarse. La hidrofobicidad y la resistencia al fuego de los compósitos son importantes con respecto a las aplicaciones prácticas. La modificación molecular y/o la incorporación de aditivos inorgánicos son medidas apropiadas siempre que la biodegradabilidad de los compósitos se mantiene sin cambios.

Se llevaron a cabo muchos otros estudios sobre compósitos de poliéster reforzados con fibra de sisal con respecto a sus propiedades de absorción de humedad [83], y el tratamiento de la fibra con micro-células surfactantes [84]. Compósitos de resinas fenólicas reforzadas con fibra de sisal fueron investigados con respecto a la modificación química, tales como la ligninas [85], la modificación usando caucho de polibutadieno terminado en hidroxi [86], el efecto de los ciclos de curado [87], el uso de glioxal a partir de recursos naturales [88], y el efecto del tratamiento alcalino [89].

Además, la resina epoxi fue utiliza como matriz para compósitos reforzados con fibra de sisal y la influencia de la orientación de las fibras se examinó en relación a las propiedades eléctricas [90], y al grado de reforzamiento [91]. También se llevaron a cabo investigaciones utilizando cemento como matriz para compósitos reforzados con fibra de sisal, enfocadas al micro-mecanismo de agrietamiento [92], y los efectos de la aceleración de la carbonatación en los techos del cemento [93].

Towo y colaboradores en 2008 prepararon compósitos de fibra de sisal tratados con una resina epoxi y poliéster como matriz. Realizaron evaluaciones de fatiga y pruebas de análisis térmico dinámico [94, 95].

Compósitos conteniendo altas cantidades de fibras tratadas con tratamientos alcalinos demostraron tener mejores propiedades mecánicas con las no tratadas. El tratamiento alcalino tuvo mayor efecto sobre las matrices de resina de poliéster. Se observó una mejora en la resistencia tensil en los compósitos de fibras de sisal con tratamiento alcalino. Los diagramas de la duración constante de los compósitos de matriz epoxi con altas cantidades de fibras no tratadas o tratadas con alcalinos muestran la superioridad de los compósitos de fibra tratada con respecto a la resistencia de bajo ciclo. Los compósitos de matriz epoxi tienen una resistencia tensil más larga que aquellos compósitos de matriz de poliéster. El efecto de tratamiento químico en la resistencia tensil es significativamente positivo en compósitos de matriz de poliéster, pero tiene mucho menos influencia en la resistencia tensil en los compósitos de matriz epoxi.

También se han estudiado compósitos de fibras de sisal con otras matrices, tales como goma [96, 97], fenol-formaldehído [98], acetato de celulosa [99], Bio poliuretano [100], y polietileno [101], con respecto a su mecánica, morfología, química, y características de curación.



Figura 1.7. Planta y fibra de Sisal

1.3.6. Abacá

La fibra de abacá/plátano, que proviene de la planta del banano, es durable y resistente al agua de mar. El abacá, es la más fuerte de las fibras de celulosa disponibles comercialmente, es originaria de las Filipinas y en la actualidad se produce ahí y en Ecuador, (ver figura 1.8). Alguna vez fue la fibra preferida para cuerdas en aplicaciones marinas.

Bledzki y colaboradores en 2008 examinaron las propiedades mecánicas de compósitos de PP reforzados con fibra de abacá considerando diferentes longitudes de fibra (5, 25 y 40 mm) y diferentes procesos de mezclado (procesos de mezclado por moldeo de inyección, por moldeo de compresión y por compresión directa) [102, 103]. Se observó que, con el aumento de longitud de la fibra (5-40 mm), la resistencia tensil y propiedades de flexión mostraron una tendencia creciente pero no fue significativa. La comparación entre los tres diferentes procesos de mezclado, demostró que el proceso de moldeo por inyección tiene un mejor rendimiento mecánico (la resistencia tensil fue de alrededor 90% mayor) que los otros procesos.

Thomas y colaboradores en 2006 realizaron un análisis mecánico dinámico de los parámetros de polaridad de los compósitos de poliéster reforzado con fibra de platano [104, 105] con especial referencia a los efectos de la carga, frecuencia y temperatura de fibra. Se encontró que el módulo de almacenamiento era más alto para los compósitos con 40% de carga, lo que indica que la incorporación de fibra de abacá en la matriz de poliéster induce efectos de refuerzo a temperaturas más altas. Aumentando los valores del módulo dinámico y verificando los bajos valores de humedad mejoro la interacción entre la fibra y la matriz.

Las fibras de abacá se han estudiado con cemento [106], con poliuretano [107], con resina de poliéster alifático [108], con PP [109], con urea-formaldehído [110], con PE [111], con poliéster [112], y con alcohol de polivinilo [113] como matrices, con el fin de evaluar las propiedades de los compósitos.



Figura 1.8. Planta y fibra de plátano (abacá)

1.3.7. Fibras de hojas de piña

La Piña (*Ananas comosus*) es una planta tropical originaria de Brasil. La fibra de la hoja de piña es rica en celulosa, relativamente barata y disponible en abundancia, (ver figura 1.9). Además, tiene un potencial para el uso como refuerzo de polímeros. En la actualidad las fibras de hoja de piña son un producto de desecho del cultivo de piña y por lo tanto son relativamente baratas y se pueden obtener con fines industriales.

Threepopnatkul P. y colaboradores en 2008 reforzaron la fibra de la hoja de piña con policarbonato para producir compósitos funcionales [114]. Los compósitos modificados de fibras de hoja de piña tratados con silano exhibieron la más alta a resistencia tensil y al impacto. El análisis termogavimétrico mostró que la estabilidad térmica de los compósitos es menor que de la resina de policarbonato puro. Además, la estabilidad térmica disminuyó con el aumento de contenido de fibra de la hoja de piña.

Se estudio la conductividad térmica y la difusividad térmica de los compósitos de fenol-formaldehído reforzados con fibra de hoja de piña, a través de la técnica de la Fuente Plana Transitoria (TPS) [115]. Se ha encontrado que la conductividad térmica efectiva y la difusividad térmica efectiva de los compósitos disminuyen, en comparación con el formaldehído de fenol puro conforme la fracción de carga de fibra aumentas.

Se ha intentado la mejora de la calidad de la fibra de hoja de piña usando diferentes modificaciones de la superficie, como el desparafinado, el tratamiento alcalino, la cianoetilación y la agregación de acrilonitrilo sobre las fibras desparafinadas [116]. Las propiedades mecánicas alcanzan un óptimo punto en la carga de fibra de 30% en peso y entre todas las modificaciones, la concentración de 10% en peso de fibra con la agregación de acrilonitrilo en compósitos reforzado con poliéster exhibió la máxima resistencia tensil (48.36 MPa). Sin embargo, los compósitos de fibra ciano-etilada exhiben mejor fortaleza a la flexión y al impacto, es decir, 41% y 27% más que el compósitos lavado con detergente respectivamente.

También fueron investigadas la influencia del tratamiento de la superficie y el contenido de fibra en las fibras de hoja de piña con PP [117] y con caucho natural como matriz [118].



Figura 1.9. Fibra de la hoja de piña

1.3.8. Ramio

El ramio pertenece a la familia *Urticaceae (Boehmeria)*, que incluye alrededor de 100 especies, (ver figura 1.10). La popularidad del ramio como una fibra textil, (ver figura 1.11), se ha limitado en gran medida por las regiones de producción y por la composición química, que ha demandado más extenso tratamiento previo que otras fibras de tipo de corteza comercialmente importantes los requieren.

Se han fabricado compósitos de PP reforzados con fibra de ramio utilizando un método híbrido de los procesos de mezclado - fundido y de moldeo por inyección [119]. Diferentes compósitos de fibra de ramio / PP se fabricaron mediante la variación de la longitud de la fibra, del contenido de fibra y del método de pre - tratamiento de la fibra. Los resultados exhibidos en el aumento de longitud de la fibra y del contenido de fibra también muestran una mayor resistencia tensil, resistencia flexural y resistencia a la compresión. Sin embargo, también dan resultaos negativos sobre la resistencia al impacto y comportamiento de elongación de los compósitos.

Compósitos termoplásticos biodegradables consistentes de fibras de ramio y una matriz de PLA/PCL se fabricaron utilizando el método de polimerización insitu [120].

Se discutieron los efectos de la longitud de la fibra y el contenido sobre la resistencia tensil y de impacto en este compósito reforzado con fibra natural biodegradable, incluyendo la influencia de un agente compatibilizante de silano para mejorar la adhesión interfacial. Los resultados mostraron que la resistencia tensil y al impacto fueron más altos cuando se emplea un agente compatibilizante de silano, cuando la longitud de la fibra de ramio era de 5-6 mm, y el contenido de fibra era 45% en peso. Se hicieron paneles a prueba de balas de los compósitos reforzados con fibra de ramio con epoxi como matriz por medio del proceso de poner capas a mano. Estos prototipos de paneles a prueba de balas se creían que serían más ligeros en peso y más económicos que los paneles a prueba de balas convencionales. Los paneles a prueba de balas convencionales están hechos de placas de cerámica, compósitos de kevlar (aramida), y material a base de acero, que son populares en equipos anti-balístico estándar militar hoy en día. Los resultados de las pruebas de disparos de bala mostraron que los paneles podían resistir la penetración de un proyectil de alto impacto (Nivel II) y obtener sólo las fracturas mínimas. Las pruebas balísticas de nivel IV demostraron que todos los paneles prototipo no pudieron resistir impactos del proyectiles de alta velocidad. Por lo tanto, las pruebas demostraron que las fibras de ramio tienen suficiente resistencia a la rotura y la tenacidad para las pruebas de bala nivel II [121].

Las fibras de ramio también se reforzaron mediante poliéster [122, 123], con epoxibiorresina [124], con proteína de soya [125, 126], con epoxi [127] y PP [128] como matrices.



Figura 1.10. Planta de Ramio



Figura 1.11. Fibra de Ramio

1.3.9. Fibra de cáscara de Coco

Las fibras de cáscara de coco se encuentran entre la cáscara interior y la cáscara exterior del coco. La producción de fibra de coco está determina en gran medida por la demanda como un subproducto de otros usos del coco. Las cantidades abundantes de cáscara de coco implican que, dada la disponibilidad de mano de obra y otros insumos, los productores de fibra de coco se puedan ajustar de forma relativamente rápida a las condiciones y precios del mercado. Se estima que aproximadamente el 10% de todas las cáscaras se utilizan para la extracción de la fibra, satisfaciendo una demanda creciente de productos de fibra de coco, (ver figura 1.12).

Se ha investigado la caracterización y utilización de la fibra de coco en compósitos de esta con caucho natural [129], el comportamiento mecánico dinámico de los compósitos de fibra de coco/caucho natural [130], la durabilidad de los compósitos de fibra de coco/cemento [131], el efecto de acetilación en los compósitos de fibra de coco/epoxi [132], la influencia de la fibra de coco tratado en las propiedades físico-mecánicas de los compósitos de fibra de coco/PP [133, 134], y el efecto en las propiedades físicas, químicas y de superficie de la fibra con respecto a las propiedades térmicas y mecánicas de compósitos coco/PP [135].



Figura 1.12. Fibra de coco

1.3.10. Bambú

El bambú (*Bambusa Shreb*) es una planta perenne, que crece hasta 40 m de altura en climas monzónicos, (ver figura 1.13). Generalmente, se utiliza en la construcción, carpintería, tejido y trenzado etc. Las cortinas hechas de fibra de bambú puede absorber la radiación ultravioleta en varias longitudes de onda, lo que es menos perjudicial para el cuerpo humano.

Se ha evaluado el desarrollo de compósitos con fines ecológicos (eco-compósitos) utilizando fibras de bambú y sus propiedades mecánicas básicas [136]. La técnica de explosión de vapor se aplicó para extraer las fibras de bambú de los árboles en bruto. Los resultados experimentales mostraron que las fibras de bambú (manojo) tenían una resistencia específica suficiente, equivalente a la de las fibras de vidrio convencionales.

La resistencia y el módulo tensil de los compósitos a base de PP se incrementaron aproximadamente 15 y 30% cuando se utilizaron fibras por explosión de vapor. Este aumento fue debido a la buena impregnación y la reducción del número de huecos, en comparación con compósitos que utilizan fibras extraídas mecánicamente. Fueron evaluadas las propiedades mecánicas y térmicas de los compósitos de epoxi reforzados con fibra de bambú [137], también los efectos en función a la carga de la fibra, a los agentes compatibilizantes y a los de acoplamiento en las propiedades mecánicas respectivamente de los compósitos de fibra de bambú/caucho naturales [138, 139], además la cinética de cristalización isotérmica de los compósitos de bambú con celulosa modificada/PCL [140], igualmente la influencia del envejecimiento ambiental a las propiedades mecánicas de los compósitos híbridos de PP reforzados con fibra de bambú/fibra de vidrio [141], como también el efecto en las propiedades mecánicas de los compósitos de fibra de bambú / epoxi / cerámica [142].



Figura 1.13. Planta de Bambú

1.3.11. Cáscara de Arroz

El arroz es el único del gran grupo de los granos de cereal que se puede utilizar para producir fibras de su cáscara, (ver figura 1.14). Hoy en día el trigo, el maíz, el centeno, la avena y otros cultivos de cereales se utilizan para producir fibras y para la investigación en el área de compósitos reforzados con ellos. Ismail y colaboradores [143-147] estudiaron las propiedades mecánicas de los compósitos poliméricos reforzados con la cáscara de arroz y su relación con la carga de fibra, agente de compatibilizante, procesabilidad, envejecimiento higrotérmico, y el efecto de la hibridación.

Otros estudios se han centrado en: las propiedades ignífugas de los compósitos de cáscara de arroz/PE [148], el uso como relleno en compósitos de cáscara de arroz/PP [149], en los análisis termogravimétrico de compósitos de cáscara de arroz con relleno de HDPE y de PP [150], en la mejora de la procesabilidad de los compósitos de cáscara de arroz/HDPE
[151], en el efecto del porcentaje del contenido de la cáscara de arroz, grupos hidroxilo y tamaño en las propiedades flexurales, resistencia tensil, y de impacto de los compósitos de cáscara de arroz/poliuretano [152], en la caracterización viscoelástica no lineal de los compósitos de cáscara de arroz-HDPE [153], en el efecto del tamaño de la cáscara de arroz y composición, en la procesabilidad de moldeo por inyección de materiales compuestos de cáscara de arroz/PE [154], en el rendimiento fotocatalítico de compósitos carbón/TiO₂ con cáscara de arroz [155], en el efecto de diferentes concentraciones y tamaños de partículas de las cenizas de cáscara de arroz, en las propiedades mecánicas de los compósitos de la cáscara de arroz/PP [156], en el efecto del uso de diferentes agentes compatibilizantes en compósitos de polímeros de PP/cáscara de arroz [157], en las propiedades dimensionales de compuestos de la cáscara de arroz/poliéster insaturado [158], y en los compósitos de carbono/sílice fabricados a partir de cáscara de arroz por medio del prensado - mezclado baja temperatura [159].



Figura 1.14. Cáscara de arroz

1.3.12. Palma Aceitera

La palma aceitera (*Elaeis*) comprende dos especies de la familia de las palmeras o *Arecaceae*, (ver figuras 1.15). Hoy en día, las fibras de la fruta vacía de palma aceitera poseen un potencial como fibra de refuerzo para plásticos.

Thomas y colaboradores en 2001 [160, 161] investigaron el comportamiento del esfuerzo de relajación de las resinas de fenol-formaldehído reforzadas con fibras de fruta vacía de la palma aceitera y compósitos híbridos hechos con fibras de palma aceitera y fibras de vidrio. Se examinaron los efectos de la carga de fibra, el tratamiento de las fibras, el envejecimiento físico y el nivel de deformación en el comportamiento de tensión de relajación y se calculó la velocidad de relajación en diferentes intervalos de tiempo con el fin de explicar los cambios graduales en los mecanismos de relajación.

Abu Baker y colaboradores en 2005 [162, 163] investigaron el efecto de fibra de la fruta vacía de la palma aceitera y acrílico sobre las propiedades mecánicas y la influencia de la extracción del aceite en los frutos vacios de la palma aceitera en la capacidad en el procesamiento de compósitos de PVC.

Se examinaron los efectos de la extracción de aceite, las técnicas de mezclado y la carga de fibra [164], también el efecto de la modificación de la matriz [165] en las propiedades mecánicas de los compósitos de PP reforzado con fibra de frutas vacías de palma aceitera. Además, se realizó un estudio comparativo de compósitos de PP/fibra de frutos vacios de la palma aceitera y de compósitos de PP/celulosa de la palma aceitera [166]. También se han investigado la influencia de la modificación química de lo compósitos de palma aceitera/fenol-formaldehído [167], la comparación de matrices de epoxi y de poliéster reforzadas con fibras de palma aceitera [168], las propiedades de relajación dieléctrica de los compósitos de palma aceitera/resina de poliéster [169], el efecto de la orientación de las fibras en propiedades eléctricas dinámicas de compósito de poliéster reforzados con de fibra de palma aceitera [170].



Figuras 1.15. (a) Planta de palma y (b) la fibra

b)

1.3.13. Bagazo de la Caña de Azúcar

El bagazo es el residuo fibroso que queda después de que los tallos de caña de azúcar, (ver figura 1.16), han sido triturados para extraer su jugo, (ver figura 1.17). Actualmente se utiliza como fibra natural renovable para la fabricación de compósitos.

Se han estudiado los procesos de moldeo por compresión y por inyección con el fin de evaluar cual es el mejor método para mezcla las fibras (bagazo de la caña de azúcar, celulosa de bagazo y bagazo bencilado) y matrices PP [171]. Se ha demostrado que el proceso de moldeo por inyección realizado en vacío funciona mejor, ya que obtuvieron compósitos con una distribución homogénea de fibras y sin burbujas; sin embargo, los compuestos no tienen una buena adhesión entre la fibra y la matriz debido a sus propiedades mecánicas.

También fueron estudiados el efecto de los componentes botánicos del bagazo en la composicion de los compósitos de bagazo/cemento [172], el diseño y optimización de compósitos PHB/fibra de bagazo [173], las propiedades tribológicas de los compósitos de bagazo/poliéster [174], las propiedades de traslado de los compósitos de PVC y HDPE reforzados con fibra de bagazo [175], el blindaje contra la radiación de los compósitos de bagazo/HDPE [176], la movilidad molecular de fibra de bagazo y su distribución en los materiales compuestos de bagazo/EVA [177], la fibra de bagazo tratada con silano como refuerzo para compósitos cementosos [178] usando poliuretano a partir de aceite de ricino

[179], la durabilidad de los materiales compuestos de bagazo/PP expuestos al hongo arco iris [180], y la evaluación del eco-diseño y del ciclo de vida como estrategia para componentes automotrices a partir de compósitos bagazo/PP [181].



Figura 1.16. Caña de Azucar



Figura 1.17. Bagazo de caña de azucar

1.3.14. Candelilla

La candelilla es un arbusto bajo e intrincadamente ramificado, perteneciente a la familia Euphorbiaceae. Es perennal cespitoso, con rizoma carnoso, los tallos aéreos en su mayoría simples de hasta un metro o más de altura se hallan cubiertos de cera, sin hojas. La familia Euphorbiaceas constituye árboles, arbustos, matas y hierbas; típicamente con látex, monoicas o dioicas de hojas simples, generalmente alternadas a menudo estipuladas, con flores pequeñas y con tendencia a la reducción en número de estas. Es nativa del suroeste de Texas y del norte de México, y se muestra la planta en la figura 1.18



Figura 1.18. Planta de candelilla

La cera de candelilla se obtiene a partir de esta planta, la cual está formada por esteres de ácidos grasos y ácidos grasos de cadena larga que crean una superficie protectora en la planta. Es insoluble en agua, pero es altamente soluble en acetona, cloroformo, benceno y otros solventes orgánicos.

1.3.14.1. Composta de candelilla.

Como se menciono anteriormente la candelilla es una planta rica en ceras y que después de extraer esta, por medio de un proceso rudimentario con ácido sulfúrico. Por lo tanto la composta se desecha o se usa como combustible para avivar el fuego del horno donde se lleva a cabo el proceso de extracción de la cera.

La composta de candelilla en una compuesto lignocelulósico que contiene celulosa, hemicelulosa, lignina, humedad y cenizas por lo tanto es una fibra muy importante para el estudio, en la figura 1.19 se muestra la composta de candelilla.



Figura 1.19 Composta de candelilla

1.3.14.2. Propiedades de la candelilla

La candelilla representa uno de los productos naturales más apreciados en diferentes industrias, desde la cosmética hasta la electrónica, por sus características únicas de alta calidad, como el color amarillo transparente, la mayor dureza frente otras ceras naturales, así como el brillo y la fácil digestión, además de no ser tóxica. Su alto punto de fundición (77.4° C) y su bajo índice de contracción le permiten funcionar con eficiencia en el proceso de moldeo de precisión o cera perdida.

1.3.14.3. Propiedades de la cera de candelilla

La cera de Candelilla es una sustancia compleja de origen vegetal. Es dura, quebradiza y fácil de pulverizar. Sin refinar es de apariencia opaca. Su color puede variar desde el café claro hasta el amarillo, dependiendo del grado de refinación y blanqueo. Su superficie puede alcanzar altos niveles de brillo al ser refinada, siendo ésta una de las propiedades más apreciadas en la cera de Candelilla para diversas aplicaciones de especialidad. Se disuelve bien los colorantes básicos en ella.

La mayoría de los constituyentes de la cera de Candelilla son componentes naturales que se encuentran en los vegetales y en las frutas. Su composición química se caracteriza por un alto contenido de hidrocarburos (alrededor del 50%) y una cantidad relativamente baja de esteres volátiles. Su contenido de resina puede llegar hasta 40% en peso, lo cual contribuye a su consistencia pegajosa, (ver la tabla 1.2).

(% Peso)	Cruda	Refinada
Hidrocarburos	46	57
Alcoholes libres	13	14
Ácidos libres	7	7
Ésteres simples	2	21
Ésteres hidroxilados	8	8
Ésteres ácidos	10	0
Diésteres	9	0

Tabla 1.2. Composición Típica de la Cera de Candelilla.

La cera de Candelilla presenta una contracción muy baja, por lo cual es utilizada en fundición de precisión. Es muy adhesiva y encuentra aplicaciones en la formulación de cosméticos, pulidores y abrillantadores para muebles, piel, automóviles y pisos. Mezclada con otras ceras se utiliza en acabados para piel, textiles y cordones, para lubricantes, grasas y adhesivos donde la resina elimina el acabado resbaladizo y para recubrimientos de papel

y cartón. Puede endurecer otras ceras sin aumentar significativamente el punto de fusión de la mezcla, (ver la tabla 1.3).

	Cruda	Refinada
Valor de acidez	12-24	12-22
Valor de yodo	19-45	14-27
Número de saponificación	43-65	35-87
Punto de fusión	66-71° C	67-79° C
Índice de refracción	1.456 @ 71° C	1.4545-1.462 @ 85° C
Material no saponificable	65-67	67-77
Gravedad específica	0.982	0.885
Punto de flama	241° C	

Tabla 1.3. Propiedades Fisicoquímicas de la Cera de Candelilla

Existen diferentes tipos de productos de cera de Candelilla, los cuales se diferencian básicamente en su presentación y grado de refinación, (ver figura 1.20). Tradicionalmente se han manejado en el mercado las siguientes presentaciones:



Figura 1.20. Productos de la cera de candelilla

Sin embargo, para la mayoría de las aplicaciones que utilizan cera de Candelilla es recomendable manejar el producto en forma de pastillas, dado que ofrece importantes ventajas con respecto a las demás presentaciones.

En términos generales, la cera de Candelilla en pastillas requiere menores costos de fabricación, presenta mayores niveles de pureza en productos semi-refinados y refinados, permite un control mas preciso en la dosificación, así como mayores niveles de eficiencia térmica en el proceso de fusión de la cera, (ver tabla 1.4).

Los productos de cera de Candelilla en polvo, espreado o molido, se consideran productos de especialidad y se utilizan principalmente en aplicaciones seleccionadas en las industrias cosmética y de alimentos.

	% Peso
Hidrocarburos	50-57
Nonacosano	2.5
Hentriacontano	46-46.5
Tritriacontano	2.5
Esteres	28-29
Esteres simples y lactonas	20-21
Esteres hidroxilados	6-8%
Alcoholes, Esteroles y Resinas	12-14
Alcohol miricílico	ND
Sitosterol y otros esteroles	7-8
Acetato de Beta-amirina	5-6
Ácidos libres	7-9
Cadena lineal	6-7
Cíclicos	ND
Humedad	0.5-1
Residuos inorgánicos	0.7

Tabla 1.4.Composición Típica de la Cera de Candelilla Refinada.

1.4. Estructura y Composición Química de la Candelilla.

Las condiciones climáticas, la edad y el proceso de degradación tienen influencia no sólo en la estructura de las fibras, sino también en la composición química. El componente químico principal de un árbol vivo es el agua. Sin embargo, en estado seco, todas las paredes de las células vegetales consisten principalmente de polímeros a base de azúcar (celulosa, hemicelulosa) que se combinan con la lignina con menor cantidad de extractivos, proteína, almidón y compuestos inorgánicos. Los componentes químicos se distribuyen a lo largo de las paredes celulares, que se compone de capas primarias y secundarias.

La composición química varía de una planta a otra, y dentro de las diferentes partes de la misma planta. En la tabla 1.5 [182-184] se muestra la gama de los constituyentes químicos promedio para una amplia variedad de tipos de plantas.

Fibra	Celulosa (wt%)	Hemicelulosa (wt%)	Lignina (%)	Cera (wt%)
Bagazo	55.2	16.8	25.3	-
Bambú	26-43	30	21-31	-
Lino	71	18.6-20.6	2.2	1.5
Kenaf	72	20.3	9	-
Yute	61-71	14-20	12-13	0.5
Cáñamo	68	15	10	0.8
Ramie	68.6-76.2	13-16	0.6-0.9	0.3
Abaca	56-63	20-25	7-9	3
Sisal	65	12	9.9	2
Coco	32-43	0.15-0.25	40-45	-
Palma aceitera	65	-	29	-
Piña	81	-	12.7	-
Caraua	73.6	9.9	7.5	-
Tallos de Trigo	38-45	15-31	12-20	-
Cáscara de arroz	35-45	19-25	20	14-17
Tallos de arroz	41-57	33	8-19	8-38
Candelilla	45.32	16.45	37.73	0.49

Tabla 1.5. Composición química de fibras naturales comunes.

1.4.1. Propiedades

Las propiedades de las fibras naturales difieren entre los trabajos citados, porque se utilizaron diferentes fibras, diferentes condiciones de humedad, y se emplearon diferentes métodos de ensayo. El rendimiento de la fibra natural como refuerzo en compósitos poliméricos depende de varios factores, incluidas la composición química de las fibras, las dimensiones de las celdas, el ángulo micro-fibrilar, defectos, estructura, propiedades físicas y propiedades mecánicas, como también la interacción de una fibra con el polímero. Con el fin de ampliar el uso de fibras naturales para materiales compuestos y mejorar su rendimiento, es imprescindible conocer las características de la fibra.

El rango de los valores característicos, como uno de los inconvenientes de todos los productos naturales, es notablemente más alto que los de las fibras de vidrio, que pueden explicarse por las diferencias en la estructura de la fibra debido a las condiciones globales del medio ambiente durante el crecimiento. Las fibras naturales se pueden procesar de diferentes maneras para producir elementos de refuerzo con diferentes propiedades mecánicas. Las propiedades mecánicas de las fibras naturales pueden estar influenciadas por muchos factores.

En la tabla 1.6 se muestran las propiedades mecánicas físicas importantes de fibras naturales comúnmente utilizadas.

La naturaleza hidrófililica de las fibras es un problema importante para todas las mezclas con fibra - celulosa si estas se utilizan como refuerzo en los plásticos. El contenido de humedad de las fibras es dependiente del contenido en las partes no cristalinas y el contenido de los espacios vacíos de las fibras.

En general, la naturaleza hidrófilica de las fibras naturales influye en las propiedades mecánicas. En la tabla 1.7 se muestra en el contenido de humedad de equilibrio de algunas fibras naturales.

El contenido de agua a una humedad relativa dada puede tener un gran efecto sobre el rendimiento biológico de un compósito hecho a partir de fibras naturales. Por ejemplo, un compuesto hecho de fibras de abacá tendría mucho mayor contenido de agua que un compuesto hecho de fibras de lino.

Las propiedades físicas de cada fibra natural son críticos, e incluyen las dimensiones de las fibras, los defectos, la fuerza y estructura. Hay varias propiedades físicas que son

importantes para saber acerca de cada fibra natural antes de que la fibra se pueda utilizar para alcanzar su máximo potencial, las dimensiones de la fibra, defectos, la fuerza, la variabilidad, cristalinidad, y la estructura. Deben tomarse en consideración.

Tabla 1.6. Propiedades mecánicas de fibras naturales				
Fibra	Resistencia tensil (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Elongación al rompimiento (%)	Densidad (g/cm ³)
Abacá	400	12	3-10	1.5
Bagazo	290	17	-	1.25
Bambú	140-230	11-17	-	0.6-1.1
Lino	345-1035	27.6	2.7-3.2	1.5
Cáñamo	690	70	1.6	1.48
Yute	393-773	26.5	1.5-1.8	1.3
Kenaf	930	53	1.6	-
Sisal	511-635	9.4-22	2-2.5	1.5
Ramio	560	24.5	2.5	1.5
Palma aceitera	248	3.2	2.5	0.7-1.55
Piña	400-627	1.44	14.5	0.8-1.6
Coco	175	4-6	30	1.2
Curaua	500-1150	11.8	3.7-4.3	1.4
Candelilla	24.78	37	43.52	1.5

Tabla 7. Contenido de humedad de equilibrio de algunas fibras naturales.

Fibra natural	Contenido de humedad (%)
Sisal	11
Cáñamo	9
Jute	12
Lino	7
Abacá	15
Ramio	9
Piña	13
Coco	10
Bagazo	8.8
Bambú	8.9
Candelilla	8-12

1.5. Generalidades de la celulosa

Todas las fibras naturales de tipo de madera o no madera son de naturaleza celulósica. Los principales constituyentes de las fibras naturales son celulosa, hemicelulosa y lignina. La cantidad de celulosa en los sistemas lignocelulósicos varía dependiendo de la especie y la edad de la planta. La celulosa es un polímero glucano hidrofílico que consiste de una cadena lineal de unidades de 1,4-ß anhidro glucosa, los cuales contienen grupos hidroxilos [185] (ver figura 1.21). Estos grupos hidroxilos forman enlaces intermoleculares e intramoleculares con las macromoléculas por ellas mismas y también con macromoléculas de celulosa o moléculas polares. Por lo tanto todas las fibras naturales son de naturaleza hidrofílicas. La estructura química de la celulosa de diferentes fibras naturales es la misma, sin embargo el grado de polimerización (DP) varía. La celulosa es una larga cadena polimérica de peso molecular variable, con fórmula empírica (C6H10O5)n, a pesar de tener muchos hidroxilos libres, la celulosa es poco soluble en agua y prácticamente insoluble en la mayoría de los disolventes polares debido a que estos grupos no se hidratan por estar actuando entre sí.



Figura 1.21. Estructura de la celulosa

1.5.1. Generalidades de los materiales lignocelulósicos

Durante la síntesis biológica de las paredes de la célula de la planta, se producen polisacáridos tales como la celulosa y la hemicelulosa, simultáneamente la lignina llena los espacios entre los polisacáridos. Este proceso de lignificación causa rigidez en las paredes de la célula, y los carbohidratos se protegen de daños químicos y físicos. La lignina es un polímero bioquímico que funciona como un material de soporte estructural en las plantas. La lignina es un compuesto fenólico de alto peso molecular, generalmente resistente a la degradación microbiana. La naturaleza química de la lignina aún se desconoce. La dificultad principal en la química de la lignina es que no se ha establecido ningún método por el cual sea posible aislar a la lignina de la fibra en su estado nativo. La naturaleza química de la lignina en materiales lignocelulósicos ha sido un importante tema de estudio. Una probable estructura de la lignina propuesta [186] es representada en la figura 1.22. Sin embargo la fórmula estructural exacta de la lignina no ha sido establecida. El alto contenido de carbones y el bajo contenido de hidrógeno en la lignina de naturaleza sugiere que es altamente insaturada o aromático. La lignina se caracterizada por sus grupos hidroxilos y metoxi. La topología de la lignina de diferentes fuentes puede ser diferente pero esta tiene la misma composición básica; sin embargo, el modo exacto de los enlaces de la lignina con la celulosa en las fibras naturales lignocelulósicas no es muy bien conocido. Se cree que la lignina está vinculada con la mitad de los carbohidratos a través de dos tipos de enlaces: un álcali sensible y otro de álcali resistente.



Figura 1.22. Estructura de la lignina

Se llama hemicelulosa a un conjunto de polisacáridos químicamente heterogéneos, constituidos por diferentes unidades de monosacáridos incluyendo pentosas (xilosa y arabinosa), hexosas (glucosa, manosa y galactosa) y ácidos urónicos, enlazados entre sí por enlaces glicosídicos, formando estructuras ramificadas y en general amorfas [187] (ver figura 1.23).



Figura 1.23. Componentes comunes de la hemicelulosa

1.6. Generalidades del Polipropileno

El polipropileno (PP) (ver figura 1.24) es un polímero termoplástico, parcialmente cristalino, que se obtiene de la polimerización del propileno. Pertenece al grupo de las poliolefinas y es utilizado en una amplia variedad de aplicaciones que incluyen empaques para alimentos, tejidos, equipo de laboratorio, componentes automotrices y películas transparentes. Tiene gran resistencia contra diversos solventes químicos, así como contra álcalis y ácidos.

Las moléculas de PP se componen de una cadena principal de átomos de carbono enlazados entre sí, de la cual se encuentran unidos los grupos metilo a uno u otro lado de la cadena. Cuando todos los grupos metilo están del mismo lado se habla de "polipropileno isotáctico", Cuando los grupos metilo están alternados a uno u otro lado se llama "polipropileno sindiotáctico", es muy poco cristalino, lo cual le hace ser más elástico que el PP isotáctico pero también menos resistente. Cuando los sustituyentes no tienen un orden, aparente el polímero se conoce como "polipropileno atáctico", el cual es completamente amorfo y tiene pocas aplicaciones [188]. La mayoría del polipropileno disponible comercialmente es isotáctico. El polipropileno isotáctico fue sintetizado a principios de 1954 por Giulio Natta, basándose en los trabajos sobre los catalizadores del polietileno desarrollados por Karl Ziegler. Los catalizadores desarrollados por Ziegler y Natta fueron capaces de producir polipropilenos isotácticos de elevado peso molecular y alto control de la tacticidad, lo que permitió que se desarrollara un alto nivel de cristalinidad. Es precisamente esta alta cristalinidad la que suscita que sea el polipropileno isotáctico sea el de mayor interés industrial con respecto a las configuraciones sindiotáctica y atáctica, ya que hace que presente mejores propiedades mecánicas [189].

El polipropileno presenta una combinación única de propiedades físicas y químicas tales como gran durabilidad, alto punto de fusión (por lo tanto altas temperaturas de servicio), buena resistencia al impacto, rigidez, claridad, alta resistencia química, neutralidad organoléptica, buena resistencia a la fatiga y buen aislamiento eléctrico. Estas propiedades además de su bajo costo y amplia disponibilidad, hacen que el polipropileno y sus derivados encuentren aplicación en otros sectores industriales como son el envase y embalaje (tapones, botellas, películas, tubos, etc.), en donde casi el 90% de su consumo es utilizado para aplicaciones en alimentos. Otras aplicaciones incluyen electrodomésticos, canalizaciones, mobiliario, juguetes, construcción, textil, agricultura, etc. [190].

El polipropileno puede existir en diferentes formas morfológicas, dependiendo de la tacticidad de la resina y las condiciones de cristalización, tales como la presión, la temperatura y la velocidad de enfriamiento. Diferentes formas coexisten y una forma puede cambiar a otra a medida que las condiciones cambian. Las distintas fases cristalinas presentan diferencias en la geometría de la celdilla unitaria y cada fase posee una serie de propiedades características, derivadas de la estabilidad termodinámica y de la densidad del empaquetamiento [189].

La forma más común y estable del PP cristalino, es la monoclínica. Esta se forma en condiciones normales de cristalización desde fundido o disolución y presenta esferulitas de

fase α -PP que mostrarán una birrefringencia negativa en lugar de positiva [191]. Otra forma de cristalización del polipropileno común es la fase beta o estructura hexagonal la que le confiere mejores propiedades ha dicho material [192].



Figura 1.24. Estructura del polipropileno (PP)

1.7. Generalidades de la cera

Se mencionan las principales características de la cera:

- Las ceras son esteres de los ácidos grasos con alcoholes de peso molecular elevado.
- Son sustancias altamente insolubles en medios acuosos y a temperatura ambiente se presentan sólidas y duras.
- Debido a su carácter altamente hidrófobo, repelen el agua.
- Repelen los parásitos y ayudan a conservar el agua del vegetal.

En la Figura 1.25 se muestran las estructuras químicas de tres diferentes ceras.

0 II C ₂₅ H ₅₁ C-OC ₂₈ H ₅₇	O II C ₂₇ H ₅₅ C–OC ₃₂ H ₅₅
cera de oveja.	cera de carnauba.
	O II C15H31C−OC16H33 cera de plantas.

Figura 1.25 Estructura de diferentes tipos de cera

Se observa que la cera que tiene una cadena larga de carbón o hidrogeno además de contar con grupos heteroátomos como el Oxígeno que forman el grupo carbonilo. Solo se puede extraer alrededor de 1.2% de la cera de candelilla de la planta, ya que su proceso es muy rudimentario. También sirve como compatibilizante entre el polímero y la celulosa de la fibra debido a su naturaleza química.

2. Metodología experimental

En la metodología experimental se llevó a cabo un proceso de tamizado utilizando tres tamaños de partículas de 106µm, 75 µm y 45µm de la fibra de candelilla, para formular los compósitos, mediante dos diferentes técnicas de procesado que fueron por cámara de mezclado y extrusión con el fin de observar en cuál estas técnicas de procesado el polímero se homogenizaba mejor. Se caracterizaron los compósitos mediante las técnicas de reología, distribución de tamaño de partícula, pruebas de tensión e impacto, análisis dinámico mecánico (DMA) y microscopía electrónica de barrido (SEM).

2.1. Materiales

El polipropileno fue proporcionado por la empresa Indelpro, S.A de C.V ubicada en el puerto industrial en Altamira, Tamaulipas, México. El polipropileno utilizado es el Profax (pellet en forma de gránulo translúcido, obtenido por extrusión) conocido en el mercado como 6523 es un homopolímero (ver tabla 2.1).

El polipropileno injertado con anhídrido maléico (PP-g-MA), es un agente acoplante para sistemas de polipropileno el cual provee buena adhesión. Contiene una concentración 8-10% en peso de anhídrido maléico, fue comprado a la empresa Sigma –Aldrich (95% de pureza), es utilizado como aditivo de acoplamiento de relleno y aleaciones de polímeros, dispersante de pigmento y ayuda a la transformación de plásticos, tales como ABS.

La fibra de Candelilla (Euphorbia antisyphilitica fibra de bagazo) fue proporcionada por la empresa Multiceras SA de CV, García Nuevo León.

Propiedades típicas	Valor típico	ASTM
Índice de fluidez (MFR) d/1000 min	4	D 1238
Resistencia a la tensión en el punto de cedencia, MPa	33.8	D 638
Resistencia al impacto Izod con muesca a 23°C	43	D 256
Dureza de Rockwell	86	D 785
Densidad g/cm ³	0.9	D 792

Tabla 2.1 Propiedades del polipropileno profax 6523

2.2. Trituración del bagazo de la fibra de candelilla

Los tallos del bagazo de la candelilla se cortaron en pequeños pedazos de 2 a 4 cm de largo de manera manual para poder colocarlos en una licuadora casera en la cual se molieron. Después se hizo un tamizado con el producto molido de la candelilla para separar el bagazo de fibra de candelilla en tres tamaños de partícula de 106 μ m, 75 μ my 45 μ m (Ver Figura 2.1)

Nota: si la fibra está húmeda, se debe dejarse expuesta al sol, para eliminar la humedad que tiene, y posteriormente limpiar el tallo de la planta y seguir con el procedimiento de licuado y tamizado.



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

2.3. Preparación de los compósitos

Los compósitos se prepararon usando un mezclador interno Hakke Rheocord 90. La velocidad del rotor fue de 50 rpm y la temperatura de la mezcla fue de 180° C. El tiempo total de mezcla fue de 13 min. El contenido de fibra utilizado fue 20%, 25% y 30% (% en peso) y la cantidad de compatibilizador se fijó en 2 partes por ciento. La composición de los materiales compuestos y su designación se muestran en la Tabla 2.2.

Designación	DD(10000)	Fibra de	PP-g-MA
		candelilla (wt%)	(ppc)
PP	100	-	-
PP/PP-g-MA	98	-	2
PP20F106	80	20	-
PP20FC75	80	20	-
PP20FC45	80	20	-
PP20FC106M2	80	20	2
PP20FC75M2	80	20	2
PP20FC45M2	80	20	2
PP25FC106	75	25	-
<i>PP25F75</i>	75	25	-
PP25FC45	75	25	-
PP25FC106M2	75	25	2
PP25FC75M2	75	25	2
PP25FC45M2	75	25	2
PP30FC106	70	30	-
PP30FC75	70	30	-
PP30FC45	70	30	-
PP30FC106M2	70	30	2
PP30FC75M2	70	30	2
PP30FC45M2	70	30	2

Tabla 2.2. Composición y relación de los materiales utilizados

2.4. Caracterización de los compósitos

2.4.1. Medición de la densidad de la fibra de candelilla

La medición de la densidad se llevó a cabo usando el picnómetro Micromeritics AccuPyc II 1340 para esta prueba fue utilizado 3.0496 gr de fibra; la temperatura utilizada fue de 23.2° C, bajo una atmósfera de helio, (ver figura 2.2).



2.4.2. Espectroscopia infrarra Figura 2.2. Picnómetro Durier (FTIR)

El análisis espectroscópico de transmitancia por FTIR se llevó a cabo para detectar grupos funcionales químicos característicos en las fibras. Para esto se utilizó un espectrofotómetro de espectro 1000 Perkin Elmer. Los espectros se obtuvieron utilizando 32 lecturas por muestra, con una resolución de 2 cm⁻¹, en un rango 4000-400 cm⁻¹, que opera en el modo ATR (reflectancia total atenuada). En la figura 2.3 se muestra el equipo y en la figura 3. 1 el espectro de la fibra de candelilla.



Figura 2.3 Espectrofotómetro IR por Transformada de Fourier (FTIR) marca Perkin Elmer

2.4.3. Propiedades morfológicas

El diámetro de fibra se evaluó a través de observaciones ópticas en un microscopio óptico Hund H600, se tomaron un promedio de tres mediciones de diámetro en diferentes lugares a lo largo de la fibra: fue una consideración suficiente, ya que algunas fibras con reducción de la variabilidad de diámetro fueron cuidadosamente seleccionados para esta prueba. La figura. 2.4 muestra una imagen típica utilizada para la medición de dimensiones de la fibra.



Figura 2.4 Microscopio Óptico Hund H600

2.4.3.1 Morfología a través de microscopia electrónica de barrido (SEM)

La caracterización morfológica de la fibra de candelilla fue llevada a cabo por microscopía electrónica de barrido (SEM). El objetivo fue analizar la morfología externa y la estructura de las fibras, estudiando los efectos de utilizar el agente de acoplamiento y la adición la carga de fibra en la matriz la cual dará información útil para la predicción de su comportamiento en la matriz en el compósito. La fibra se cortó utilizado el microtomer en un tamaño aproximado de 1-2 cm en forma de punta de lápiz .Las muestras de fibra se fijaron a una cinta con carbón conductor de doble cara en los talones de aluminio. Las muestras fueron metalizadas con oro para presentar propiedades de conductores eléctricos. El equipo usado en el análisis fue el modelo JEOL JSM 7600TFE con un voltaje de aceleración de 2,5 KV, (ver figura 2.5).



Figura 2.5 Microscopio electrónico de barrido (SEM).

2.4.4. Difracción de rayos X (XRD)

La Medición de difracción de rayos X se realizó en un sistema de Philips PW3040/00 X'Pert MPD. La intensidad difractada de radiación Cu K α (λ = 0,1542 nm; 50 kV y 40 mA) se midió en un intervalo de 2 Θ entre 10° y 50°.

La cristalinidad se determina a partir de la relación de dispersión cristalina en comparación con la dispersión total, por lo que la contribución de la parte amorfa se estimó por aproximación polinomial [24]. La orientación preferida en las películas se caracterizó usando un sistema Nanostar Bruker AXS conectado a un generador de ánodo giratorio con blanco de Cu. El sistema está equipado con cruzado Göbel espejos, un sistema de ojo de aguja para una colimación primaria con un diámetro de haz de 100 mm y un detector de dos dimensiones (2D) de alambre Hi-Star, (ver figura 2.6).



Figure 2.6 Difracción de rayos X Philips PW3040/00 X Pert MPD

2.4.5. Análisis Termogavimétrico (TGA)

Esta técnica se utilizó para analizar la estabilidad térmica de la fibra de candelilla. La medición se realizó a través de un analizador termogalvimétrico (TGA), TA Instrument: Modelo SDT Q500. La muestra se calentó desde la temperatura ambiente hasta 800° C a una velocidad de 20° C/min. La temperatura de descomposición térmica de la muestra se examinó bajo una atmósfera de nitrógeno, (ver figura 2.7.)



Figura 2.7 Equipo de análisis termogavimétrico (TGA)

2.4.6. Análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) de los compósitos.

El análisis por DSC se llevó a cabo utilizando un analizador térmico (TA Instrumento Q2000 DSC) con 5-12 mg de cada compuesto. Cada muestra se escaneó en un intervalo entre 30 y 180° C a una velocidad de calentamiento de 3° C/min y se enfrió a la misma velocidad bajo una atmósfera de nitrógeno, (ver figura 2.8).

El porcentaje relativo de los especímenes de cristalinidad (Xc) se calculó de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$Xc = \frac{\Delta H_f \mathbf{100}}{\Delta H_f^0 w}$$

Dónde ΔH_{f} es el calor de fusión del PP, MAPP y los compósitos, $\Delta H_{f} \wedge 0$ es el calor de fusión de PP 100% cristalino ($\Delta H100 = 138 \text{ J} / \text{g}$) [14] y w es la fracción de masa para el PP en los materiales compuestos.



Figura 2.8 Equipo de análisis de calorimetría diferencial de barrido DSC

2.4.7. Reología

Para este análisis se utilizó el reómetro Gemini-Hr para medir las características reológicas de los compósitos de fibra de candelilla con y sin compatibilizante usando como matriz el PP utilizando la geometría de plato paralelo. Todas las mediciones reológicas se llevaron a cabo a una temperatura fija de 190° C bajo un flujo de gas de nitrógeno como atmósfera. Las pruebas de barrido de deformación se llevaron a cabo para cada muestra para asegurarse de que la muestra utilizada estaba dentro del intervalo viscoelástico lineal. Las pruebas de barrido de frecuencia se realizaron en un rango de 0.1 a 250 rad/s⁻¹ en

muestras de 20, 25 y 30% de contenido de fibra y 2% de contenido de compatibilizante y en todas las muestras.

Las muestras para las prueba reológicas se moldearon en una prensa hidráulica (Carver, CH 4386) a 190° C durante 5 min. Las muestras moldeadas estaban en forma de disco con un diámetro de 25 mm y 1 mm de espesor del disco.

Se realizaron tres diferentes barridos los cuales son: barrido de amplitud, frecuencia, y tiempo usando la misma temperatura para cada uno de ellos.

El barrido de amplitud se realizó con el objetivo de determinar el porcentaje de deformación con el cual se debe trabajar las muestras con y sin compatibilizante. Este se realizó con la muestra de mayor porcentaje de fibra y con el mayor tamaño de partícula es llamado (PP30FC106). El resultado indicó que el porcentaje de deformación que resiste la muestra es hasta el 8% de deformación después de ese valor ya no se encuentra en la región viscoelástica. Por ello se decidió trabajar con 5% de deformación para todas las muestras este barrido tiene una duración de 13 minutos.

El barrido de tiempo se realizó con el propósito de observar el comportamiento térmico de la muestra cuando se somete a una deformación. Este barrido tiene una duración de 57 minutos a una temperatura de 190° C y a 5% de deformación, se observó que la muestra es muy estable durante todo ese periodo de tiempo.

Para el barrido de frecuencia se realizó de baja a alta frecuencia con una duración de 27 minutos para cada muestra a la misma temperatura y tensión.

En la figura 2.9 se puede observar el equipo del reómetro y las probetas.



Figura 2.9 Reómetro Gemini-Hr y probetas

2.4.8. Análisis Dinámico Mecánico (DMA)

El análisis dinámico mecánico es una técnica que involucra la aplicación de un pequeño ciclo de deformación en una muestra y se mide el esfuerzo resultante, o de manera equivalente, se aplica un ciclo de esfuerzo en una muestra y se mide la deformación resultante. En la mayoría de los instrumentos comerciales de DMA, la deformación es la variable controlada, mientras que se mide el esfuerzo resultante [193].

El análisis dinámico mecánico (DMA) fue llevado a cabo en una mordaza dual cantiléver con una frecuencia de 1 Hz a una amplitud de 30 μ m y una rampa de 5°C/min desde temperatura de -70° C hasta 120° C para compósitos de fibra de candelilla con polipropileno. El equipo empleado fue de la marca "TA instruments", a partir de esta técnica se estudió el comportamiento del módulo de almacenamiento, módulo de pérdida y el factor mecánico de módulo de pérdida (tan δ). Las probetas de compósitos de fibra de candelilla con polipropileno para el análisis fueron elaboradas en una prensa carver (Figura 2.10) a una temperatura de 180° C a una presión de 5 US. Ton como máxima alrededor de un tiempo de 13 minutos. Después se trasladaban a una prensa fría a la presión de 5 US.

Ton por 5 minutos para evitar la formación de burbujas. Las probetas fueron hechas de acuerdo a la norma de ASTM D7028 cuyas dimensiones fueron 59.95 mm de largo, 12.05 mm de ancho y 1.95 mm de espesor (ver Figura 2.11).



Figura 2.10 Prensa de calentamiento Carver para hacer las probetas



Figura 2.11 Probetas para el análisis dinámico mecánico

2.5. Caracterización de Tamaño de partícula

2.5.1. Analizador de distribución de tamaño de partícula

El analizador de distribución de tamaño de partícula "The partica LA-950 de Horiba" se utilizó para medir el tamaño de partícula de la fibra de candelilla. Los análisis de distribución de partículas se realizó para un tamaño de partícula los diferentes tamaño de la fibra de candelilla los cuales son: 106, 75 y 45µm; con el propósito de conocer la uniformidad de tamaño de partícula, (ver figura 2.12).



Figura 2.12 El analizador de distribución de tamaño de partícula "The partica LA-950

2.5.2. Molino de Bola

El molino de bola de la marca XQM de NETZSCH-Feinmahltechnik GmbH el cual cuenta con un contenedor de 1000 ml se cargó con 900g bolas Ziralumina (10 mm de diámetro) como medios de molienda. El polvo (g) para la molienda se mantuvo con una concentración de 5gr/120 ml para todos los experimentos de fresado. Esta relación se basa en algunos ensayos iniciales realizados con diferentes proporciones. Para esta medición se trabajó en la molienda húmeda, se utilizaron 8g por cada 120ml. Lo difícil fue establecer la velocidad de molienda de 200 rpm a 28000 rpm, durante un periodo de 10 horas, (ver figura 2.13).

Después de que la molienda finalizó el producto se filtró y luego una pequeña muestra se colocó en el analizador de partículas para conocer el tamaño de partícula en cada carga de la molienda, (ver figura 2.14).



Figura 2.13 Molino de bola



Figura 2.14 Proceso de filtrado del producto de molienda

2.6. Caracterización de pruebas de Impacto

Las pruebas de impacto se utilizan para conocer cuánta energía puede absorber un material al ser impactado, conociendo esta energía determina la tenacidad del material.

Esta prueba consiste en impactar una probeta estándar mediante un péndulo que se deja caer desde cierta altura. La probeta de impacto se realizó por moldeo por compresión. El resultado de esta prueba se mide en Joules o Libra-pie.

Se realizaron dos pruebas de impacto las cuales fueron por el método Izod y por el método Gardner.

2.6.1. Impacto por el método Gardner

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

Para el impactómetro Gardner ha ganado una amplia aceptación como un medio para probar la resistencia al impacto de muchos tipos de recubrimientos de pinturas, barnices, plásticos o laminado como también para evaluar el impacto a placas rígidas de diferentes plásticos. Este consiste en una base metálica con un soporte y tubo guía. El tubo guía tiene una ranura por la que se desliza un peso cilíndrico de (2kg) con ayuda de un collar que lo fija al tubo. El tubo tiene una escala que facilita la lectura de la altura de la caída. La placa base tiene un soporte donde se coloca la muestra. Para limitar la profundidad de la penetración del peso caída, se emplean aros de diferentes grosores. También se pueden usar diferentes pesos de caída (ver Figura 2.15).

Para la realización de la prueba, cinco de las probetas son para fijar una determinada altura donde se empezará la prueba, mientras que las otras 20 son las veces que se repite la prueba.

Al terminar cada repetición, se observa si la muestra se rompe o no, si resiste el peso a determinada altura, se aumenta la altura gradualmente. Si la muestra se rompe, entonces se disminuye la altura. Siempre se usa el mismo intervalo para subri o bajar de altura.

Los compósitos y el PP puro se llevaron a compresión por medio de una prensa de calentamiento marca Carver modelo 3351-0. Se hicieron las probetas de los compósitos con dimensiones de 25 mm de diámetro y un espesor de 2 mm, de acuerdo a la norma ASTM D 5420 con un peso de la pesa de 2 lb.

Esta prueba se realizó para conocer la resistencia de los materiales comparándolos con el PP puro. Es necesario observar hasta que concentración de fibra de candelilla con y sin el compatibilizante pueden ser capaces de tener buenas propiedades mecánicas.



Figura 2.15 Prueba de impacto Garner

2.6.2. Impacto por método Izod

El ensayo de Izod es un tipo de ensayo destructivo dinámico de resistencia al choque que utiliza el Péndulo de Charpy como herramienta. Este procedimiento se lleva a cabo para averiguar la tenacidad de un material, ya que al realizarlo se determina su resistencia.

El ensayo consiste en romper una probeta de sección cuadrangular de 10x10 mm a través de un péndulo tipo martillo montado en una máquina estandarizada rompe muestras con el balanceo del péndulo. Las probetas para estos métodos requieren una muesca fresada, misma que la muesca produce una concentración de tensión que incrementa la probabilidad de un rompimiento.

El impactómetro Izod fue de marca CEAST modelo 6545/000.Los compósitos de FC/PP fueron analizados con una escala de 2 J de peso del martillo. Las probetas fueron hechas mediante moldeo por compresión de acuerdo a la norma ASTM D256 con las dimensiones de longitud de 61 mm, ancho de 10 mm y un espesor alrededor de 3.12 mm (ver Figura 2.16). La muesca fue hecha con una máquina cortadora especial para probetas de impacto. Se realizaron 10 probetas por cada composición y se calibró el impactómetro antes de realizar la prueba. El valor de fricción del aire fue de 0.40 J el cual se restó al valor obtenido en cada prueba.



Figura 2.16 Prueba de impacto Izod.

2.6.3. Prueba de tensión-deformación

Con los pellets del compósito y utilizando la prensa Carver se realizaron las probetas conforme a la norma AST-DM D638 para la caracterización de las pruebas mecánicas de tensión elongación.

Si a un cuerpo o material definido se le aplica una fuerza, el resultado de esto es una deformación. Así la magnitud de la fuerza y el estiramiento pueden variar considerablemente en la muestra con respecto a la geometría del cuerpo y el tipo de cargamento. El principio de este tipo de pruebas se basa en que un cuerpo que es sujeto a la acción de una fuerza, sufre una deformación que es proporcional a la fuerza aplicada, si la fuerza es aumentada, llega el momento en que el material falla, es decir se rompe. Para observar las variaciones de los materiales elaborados se empleó una máquina universal INSTRON Testing Machine 3365.

En la siguiente figura 2.17 se observa cómo se realizó la prueba de tensión para los compósitos.



3. Resultados y discusión

3.1. Medición de la densidad de la candelilla.

Se utilizó un picnómetro para obtener el valor de la densidad de la fibra de Candelilla, el cual es 1.5023 g/cm^3 . Para esta medición se utilizaron solamente 3.0496 gr. de fibra de Candelilla la cual se coloca en un recipiente en forma de cacerola durante 30 minutos dentro del picnómetro en una atmosfera de Helio, la temperatura de la medición fue a 23.2° C.

3.1.1. Espectroscopia infrarroja de la transformada de Fourier (FTIR)

La estructura química de los componentes de la fibra de Candelilla se analizó mediante FTIR-ATR. Los principales picos de absorbancia de interés en este estudio se han identificado y descrito en la figura 3.1.



Candelilla

Figura 3.1 Espectro de la fibra de candelilla en ATR-FTIR

El espectro FTIR de fibra de Candelilla muestra bandas de absorción características de los compuestos de las fibras lignocelulósicas, grupos químicos como: celulosa, hemicelulosa y lignina [194]. Tales componentes se componen principalmente de grupos aromáticos de alcano y diversos grupos funcionales que contienen oxígeno (éster, cetona y alcohol).

Una banda de absorción ancha en la región de 3600-3100 cm⁻¹ corresponde a la característica OH vibración de estiramiento y enlace de hidrógeno de los grupos hidroxilo [195]. El pico ancho está centrado en 3367.81 cm⁻¹. Los picos a 2929.77 y 2851.7 cm⁻¹ son la banda característica para la vibración CH y el estiramiento del CH y CH₂ los componentes de la celulosa y la hemicelulosa [195]; mientras que la absorbancia a 1742.78 cm⁻¹ pertenece a la vibración de estiramiento del grupo carbonilo C = O asociado al ácido carboxílico en la lignina o al grupo éster en la hemicelulosa [196, 197]. Los grupos carboxílicos también pueden estar presentes en la fibra como trazas de ácidos grasos en aceite [198]. Un pequeño pico a 1610.81 cm⁻¹ se atribuye al estiramiento C = C del anillo aromático de la lignina [199]. La absorbancia a 1424.26 cm⁻¹ se asocia a la flexión simétrica del CH₂ presente en la celulosa [198]. Los picos de absorbancia a 1373.83 cm⁻¹ y 1244.63 cm⁻¹ corresponden a la vibración de estiramiento del CO del grupo acetilo en la lignina y la hemicelulosa componente, respectivamente [199].

Los dos picos observados en 1373 y 1323 en el espectro indican la vibración de flexión de los grupos CH y CO del anillo aromático en los polisacáridos [200]. El pico de absorbancia a 1034.69 cm⁻¹ es debido a la deformación anti-simétrica de la banda de COC [200]. El pico de absorción fuerte a 1034cm⁻¹ se atribuye a la vibración de estiramiento CO y OH, que pertenece al polisacárido en la celulosa [201]. El pico observado a 890 cm⁻¹ se atribuye a la presencia de enlaces β -glucosídico entre los monosacáridos. Además, la absorbancia a 598 cm⁻¹ corresponde a la C-OH flexión.

60
3.2. Propiedades morfológicas

La composición química, así como la microestructura morfológica de fibras vegetales es extremadamente compleja debido a la organización jerárquica y los diferentes compuestos presentes en varias concentraciones. Las fibras vegetales se componen principalmente de materiales celulósicos y no celulósicos, tales como: hemicelulosa, lignina, pectina, ceras, y algunos compuestos solubles en agua. La lignina y la pectina como agentes de unión [202]. En particular, las fibras de candelilla (Euphorbia antisyphilitica) se extraen del tallo de la planta y contienen 60-70% de celulosa, 15-20% de hemicelulosa, 5-10% de lignina, 3.4% de pectina, 3.9% de grasas y ceras y 2.7% de compuestos solubles en agua [203, 204]. En la Tabla 3.1 se reportan, las diferentes composiciones químicas de algunas fibras naturales ampliamente utilizados como refuerzo en materiales compuestos naturales, en comparación con la fibra de candelilla.

Tipo de fibra	Celulosa (Wt%)	Hemicelulosa (Wt%)	Lignina (Wt%)	Pectina (Wt%)	Humedad contenida (Wt%)	Cera (Wt%)	Ref.
Lino ^(b)	64.1-71.9	16.7-20.6	2-2.2	1.8-2.3	8-12	1.7	11
Cáñamo ^(b)	70.2-74.4	17.9-22.4	3.7-5.7	0.9	6.2-12	0.8	11
Yute ^(b)	6171.5	12-20.4	11.8-13	0.2	12.5-13.7	0.5	11
Kenaf ^(b)	31-57	21.5	8-19	3-5			11
Okra ^(b)	60-70	15-20	5-10	3.7		3.9	12,13
Ramio ^(b)	68.6-76.2	13.1-16.7	0.6-0.7	1.9	7.5-17	0.3	11
Candelilla	45.32	16.45	37.73	1.8	8-12	0.499	

Table 3.1. Composición química del contenido de humedad de fibras naturales

(a) A partir de la presente investigación

(b) A partir de la Ref. [20-23]

Las exploraciones microscópicas de las superficies de la sección transversal y longitudinal de las fibras de candelilla se muestran en la figura 3.2. Típicamente, la estructura de una fibra de Candelilla se compone de varias fibras elementales (también denominadas fibras base o células) que se sobreponen entre ellas a lo largo y están unidas firmemente entre sí, por pectina y otros compuestos no celulósicos que les dan resistencia a todo el conjunto como tal [205]. Sin embargo, la resistencia de la estructura del conjunto es

significativamente menor que la de célula elemental. La región en la interface de dos células se denomina lámina intermedia. En la terminología común el conjunto de fibras elementales se denominan fibras técnicas o simplemente fibras [202].



Figura 3.2 Imagen de microscopía óptica típica de la fibra de candelilla para la determinación de dimensiones de las fibras

El diámetro medio y la desviación estándar de todas las fibras ensayadas fue de $88.34 \pm 27.33 \mu m$. Además, cada celda final es más o menos de forma poligonal, con un agujero central, o lumen, como otras fibras vegetales naturales tal como se muestra en la figura. 3.2. El espesor de la pared celular y diámetro de la luz varían típicamente entre 1 a 10 μm y de 0.1 a 20 μm , respectivamente. Como consecuencia de ello, la gran diferencia de los valores de diámetro de la fibra y el lumen único, y su forma en bruto afecta fuertemente las propiedades mecánicas y dimensionales de fibras de candelilla.

3.2.1. Morfología de microscopia electrónica de barrido (SEM)

La utilización de esta técnica fue para analizar los compositios por medio de imágenes (ver figuras 3.3 – 3.14) para observar si los compósitos de la fibra de candelilla con el compatibilizante se aglomera o dispersan en la matriz polimérica (PP). En las figuras 3.3 y 3.4 muestran las imágenes del compatibilizante (PPGMA) donde se observan las

texturas y aglomeraciones. Estas imágenes fueron tomadas a la misma magnificación (x10,000) se estima que esta aglomeración es debido al porcentaje del anhídrido maléico.

Los resultados del SEM de la investigación [221] Se muestran en la microscopia de los compósitos de PP, en la cual se observa una gran cantidad de PP adherida a las fibras y no hay espacios entre ellos. Esto indiaca que el PPGMA mejora la adhesión entre el PP y la fibra, este resultado concuerda con los obtenidos en las pruebas mecánicas.



Figura 3.3. Distribución de tamaño de partícula de PPGMA



Figura 3.4. Distribución de tamaño de partícula de PPGMA

En la figura 3.5 muestra la superficie del compósito con una carga del 20% de contenido de la fibra con un tamaño de partícula de 75 μ m, se observa la buena distribución de la fibra en la matriz del PP, la cual se demuestra en con los resultados obtenidos en la prueba de reología para este compósito.



Figura 3.5. Distribución de tamaño de partícula de PP20FC75

En la figura 3.6 se observa claramente la adhesión de la fibra a la matriz de PP, también una buena dispersión de la fibra, como también no se observa aglomeraciones, todo esto debido al uso del molino de bolas el cual homogeniza la distribución de las partículas.



Figura 3.6. Distribución de tamaño de partícula de PP20FC75

Se puede observar en la figura 3.7 la distribución del composito usando el 20% de contenido de la fibra y el 2% de peso del compatibilizante, en la cual se muestra una buena distribución sin espacios vacios indicando una buena adhesión interfacial en la matriz del PP y la fibra usando el compatibilizante. En las figuras 3.8 y 3.9 se pueden observar una buena adhesión de la Candelilla/PP/PPGMA.

Los resultados del SEM de la investigación [221] Se muestran en la microscopia de los compósitos de PP, en la cual se observa una gran cantidad de PP adherida a las fibras y no hay espacios entre ellos. Esto indiaca que el PPGMA mejora la adhesión entre el PP y la fibra, este resultado concuerda con los obtenidos en las pruebas mecánicas.



Figura 3.7. Distribución de tamaño de partícula de PP20FC75M2



Figura 3.8. Distribución de tamaño de partícula de PP20FC75M2



Figura 3.9. Distribución de tamaño de partícula de PP20FC75M2

Al incrementar a un 30% del contenido de fibra en la matriz, se sigue observando la buena distribución del tamaño de fibra sin mostrar espacios entre ellas como se ve en la figura 3.10



Figura 3.10. Distribución de tamaño de partícula de PP30FC75.



En la figura 3.11 se puede observar claramente la adhesión de la fibra a la matriz de

Figura 3.11. Distribución de tamaño de partícula de PP30FC75

Usando el compatibilizante en la matriz de PP con el 30% del peso de la fibra mejora la adhesión y evitando con ello se formen espacios vacios lo cual se pueden ver en las figuras 2.12 a la 3.14 en diferentes escalas, comprobándose con esto que el compatibilizante que se utiliza es apropiado para la unión.



Figura 3.12. Distribución de tamaño de partícula de PP30FC75M2



Figura 3.13. Distribución de tamaño de partícula de PP30FC75M2



Figura 3.14. Distribución de tamaño de partícula de PP30FC75M2

3.3. Difracción de rayos X (XRD)

La difracción de rayos X es una poderosa herramienta o técnica para la caracterización de la estructura de la celulosa vegetal [206]. La difracción de los picos se muestra en la figura 3.3. Los picos de difracción del ángulo 20 muestran los planos cristalinos 22.08°, 18.5°, y el 34.45° y fueron asignados a los planos de reflexión típicos de la celulosa I, 002, 101, y 040, respectivamente éstos planos indican la presencia de la celulosa I en forma polimórfica, datos conocidos como celulosa nativa, debido al hecho de que es la forma celulosa que se encuentra en fuentes naturales [207].

Se informó que el proceso de molienda causó una disminución e intensidad del plano 002 y una intensidad cada vez mayor. La fibra vegetal estudiada presentó valores entre 46 y 64% del índice de cristalinidad de celulosa, entre lo esperado basado en otros trabajos, en los planos 101 y 021, que representa la introducción de celulosa II. La intensidad de 002 y 101 planos son muy bajo, probablemente debido al efecto de tamaño de la fibra de candelilla como se puede ver en la figura 3.15.

El grado de cristalinidad de la fibra de candelilla, fue calculado por la diferencia en las áreas parciales correspondientes a la amorfa y porciones cristalinas de la traza obtenida de WAXD es 46.08%. El tamaño de los cristales y el grado eran más bajos que los del reportado fibras naturales [209].



Figura 3.15 Difractograma de la fibra de candelilla en XDR

3.4. Análisis Termogavimétrico

Es bien sabido que uno de los factores limitantes en el uso de fibras naturales como refuerzo en biocompositos es su baja estabilidad térmica. Por esta razón, la estabilidad térmica de fibras de candelilla se investigó por análisis termogavimétrico. En particular, se estudió el comportamiento de degradación de temperatura alta de fibras de candelilla utilizando las curvas de TG, como se representa en la figura 3.16. De acuerdo con otros estudios sobre fibras lignocelulósicas [209, 210, 211], la curva de TG de fibras de candelilla muestra tres pasos de pérdida de peso, mientras que su descomposición se produce en dos etapas principales. La pérdida de peso inicial (8%) observó entre 30 y 110° C se atribuye a la vaporización del agua de las fibras, mientras se produce la degradación de inicio para la fibra de candelilla a temperatura más alta, precisamente después de 178° C. Por encima de esta temperatura se puede observar que la estabilidad térmica está disminuyendo gradualmente y la degradación de las fibras de candelilla se produce. En

particular, la primera etapa de TI (220-310° C) se asocia a la despolimerización térmica de hemicelulosa, pectina y la escisión de enlaces glucosídicos de la celulosa (16.1% de pérdida de peso), mientras que, el segundo se produce en el rango de TII (310 -390° C) y corresponde a la degradación de un presente-celulosa en la fibra (la pérdida de peso 60.6%) [211]. En general, la descomposición de la lignina, debido a su estructura compleja, se produce lentamente dentro de todo el rango de temperatura. De hecho, la lignina se compone de anillos aromáticos con varias ramas [212]. Estos resultados también se confirmaron por la curva DTG en la figura 3.16, en el que las tasas máximas de descomposición para las pérdidas de peso se muestran.

Además, se ha observado un porcentaje en peso residual de 7.6%. En una atmósfera inerte, los productos finales de la degradación de la celulosa consisten en residuos carbonosos y las posibles cargas no degradados [213].

En conclusión, vale la pena señalar que las curvas de análisis térmico revelan que las fibras de candelilla son estables hasta alrededor de 220° C. Esto está de acuerdo con los valores de muchas fibras vegetales reportados en la literatura [214-217], como se muestra en la Tabla 3.2.



Fig. 3.16 Curvas de TGA de la fibra de candelilla

Fibra Natural	<i>T0</i> (° <i>C</i>) <i>c</i>	$Tp(^{\circ}C)d$
Candelilla (a)	178	355
Okra (b)	220	359
Cáñamo (b)	250	390
Caraua(b)	230	335
Kenaf (b)	219	284
Yute (b)	205	283

Tabla 3.2. Temperatura de descomposición de las fibras naturales

(a) A partir de la presente investigación

(b) A partir de la Ref. [215-217]

(c) Temperatura de descomposición inicial

(d) Temperatura máxima de descomposición

3.5. Análisis de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) de los compósitos

Se utilizó un DSC para comparar la temperatura de fusión del PP y los compuestos tratados con MAPP. La cristalinidad de los materiales compuestos tratados con MAPP fue ligeramente mayor que la de PP, lo que sugiere que el comportamiento de cristalización de la MAPP es ligeramente mayor que la de PP debido a la ramificación de cadena de MA y la mejor dispersión de la MAPP en el polímero de la matriz [218]. Estos resultados están presentes en la Tabla 3.3.

Muestra	Tm•C	$\Delta H_f (J/g)$	Cristalinidad
PP	157.14	92.71	67.18
РрдМА	159.07	104.7	75.86
PP20FC106	116.54	77.64	70.32
PP20FC75	114.83	72.87	66
PP20FC45	116.52	74.18	67.19
PP20FC106M2	119.58	67.27	60.93
PP20FC75M2	114.68	69.45	62.91
PP20FC45M2	117.56	68.66	62.19
PP25FC106	116.38	59.74	57.72
PP25FC75	115.72	58.52	56.54
PP25FC45	115.95	57.77	55.82
PP25FC106M2	114.7	59.95	57.92
PP25FC75M2	116.31	56.19	54.29
PP25FC45M2	114.8	57.56	55.61
PP30FC106	116.02	75.99	78.66
PP30FC75	114.92	80.74	83.58
PP30FC45	116.63	74.49	77.11
PP30FC106M2	113.33	73.88	76.48
PP30FC75M2	113.97	73.74	76.34
PP30FC45M2	113.47	89.08	92.21

Tabla 3.3. Información de Tm, ΔH_f , and Xc para el PP, MAPP y compósitos

La cristalinidad de los materiales compuestos PP30FCPM2 era mucho mayor que la de los materiales compuestos de PP. Madera y materiales lignocelulósicos son materiales complejos que consisten principalmente en celulosa, hemicelulosa y lignina. Celulosa representa la estructura cristalina de la madera mientras que las estructuras de las hemicelulosas y la lignina son amorfos [219]. En general, el contenido de proteínas, ácidos orgánicos, pectinas, grasa, y ceras de materiales lignocelulósicos es mayor que la de la madera. Por lo tanto, el mayor grado de cristalinidad de los materiales lignocelulósicos aumenta la eliminación de la grasa, cera, y materiales amorfos por tratamiento alcalino [220].

3.6. Reología

El reómetro Gemini HR Rotonetic Z se utilizó para medir las características reológicas de los materiales compuestos basados en PP utilizando la geometría de la placa paralela. Todas las mediciones reológicas se llevaron a cabo a una temperatura fija de 190° C bajo un flujo de gas de nitrógeno con un tiempo de permanencia de 3 minutos y un hueco de 1 mm. Pruebas de barrido de deformación se llevaron a cabo para cada muestra para asegurarse de que la cepa utilizada está dentro del intervalo viscoelástico lineal. Pruebas de barrido de frecuencia se realizaron en un rango de 0,1 a 200 rad/s en cepas de 5%, que está dentro de la región lineal para cada muestra. Las muestras para la prueba reológica se moldearon en una prensa en caliente (Carver, CH 4386) a 190° C durante 5 min. Las muestras moldeadas estaban en forma con un diámetro de 25 mm y 1 mm de espesor como la norma ASTM D4440 disco.

Las propiedades reológicas de masa fundida de los materiales compuestos proporcionan ideas fundamentales acerca de la capacidad de procesamiento y la morfología de estos materiales. Mediciones viscoelásticas son muy sensibles a la estructura de la escala de los materiales compuestos y parecen ser un poderoso método para sondear el estado de dispersión en tales materiales [15, 20, 34-36]. Las adiciones de la fibra a la matriz del polímero aumentan el módulo de almacenamiento en varios órdenes de magnitud y alterar el comportamiento de la dilución por cizallamiento a bajas frecuencias para indicar una

transición de líquido a un comportamiento reológico de tipo sólido. En general se cree que el grado de estos cambios refleja el estado de la dispersión de la fibra.

En base a estos puntos de vista, los barridos de frecuencia para materiales compuestos de PP se realizaron con diferentes cantidades de fibra y PP-g-MA a una temperatura de 190° C, se muestra las propiedades reológicas de los materiales compuestos de PP con diferentes cantidades de la fibra en un 2% fijo de PP-g-MA. En comparación con PP puro, los módulos aumentan progresivamente y sus valores se vuelven más negativo a bajas frecuencias a medida que aumenta el contenido de fibra. La viscosidad compleja también muestra un aumento en el comportamiento reductor de la cizalla. La figura 3.19 se muestra las propiedades reológicas del PP puro y con el compatibilizante (PPgMA) a dos diferentes concentraciones en partes por cien. En comparación con el PP puro, los módulos también aumentan progresivamente y las caídas se vuelven progresivamente más negativa a bajas frecuencias al aumenta el contenido de PP-g-MA.

El barrido de amplitud se realizó con el fin de determinar qué porcentaje de la tensión debe trabajar para las muestras con y sin compatibilizante. Esto se realizó usando la mayor concentración en porcentaje de fibra y con la muestra de mayor tamaño de partícula la cual se llama PP30FC106, el resultado indica que el porcentaje de la tensión que resiste en la muestra es de hasta el 8% de deformación después de ese valor se encuentra fuera de la región viscoelástica. Por lo tanto se decidió trabajar con 5% de deformación para todas las muestra, (ver figura 3.18)

El tiempo de barrido se realizó en la misma muestra (PP30FC106) con una duración de 55 minutos a una temperatura de 190° C y 5% de deformación y se observó que la muestra es muy estable durante todo ese período.

Para el barrido de frecuencia se realizó de baja a alta frecuencia (0.1 a 250 rad/s) durante 27 minutos para cada una de las muestras de materiales compuestos con la misma temperatura y presión.





Figura 3.17 Barrido de amplitud para conocer la región viscoelástica lineal.

En la Figura 3.17 muestra las curvas de barrido de deformación a una frecuencia fija de 1 Hz para la muestra preparadas con 30% en contenido de fibra de candelilla sin compatibilizante. Cuando la concentración de relleno aumenta, el valor del módulo de almacenamiento en la región viscoelástica lineal (baja deformación) aumenta dramáticamente. A medida que aumenta la deformación la estructura de la matriz se rompe y porciones/partículas se separan. La diferencia en el módulo de almacenamiento entre las muestras a grandes deformaciones es mucho más pequeño en esta región, donde los efectos hidrodinámicos deben ser la mayor contribución al incremento G' con respecto a la de la masa fundida sin el compatibilizante.

Por lo tanto en el comportamiento LVE de la mezclas de fibra de candelilla - PP en su estado fundido. Las ecuaciones simples, tales como la del modelo de Carreau, permiten describir correctamente el comportamiento eficientemente de la viscosidad dinámica para diferentes concentraciones de la fibra de candelilla. A baja frecuencia la viscosidad aumentó con el 20 % de la fibra con el tamaño de 75µm. En el análisis de las curvas de almacenamiento y módulos de pérdida en las pruebas de barrido de frecuencia (rango LVE) indica que al agregar el compatibilizante este actúa reduciendo la probabilidad de las interacciones de partículas en la masa fundida, al menos en las concentraciones altas de la fibra de candelilla. La razón principal sería que el recubrimiento de las partículas por el compatibilizante, dificulta el enlace mecánico de las partículas o las interacciones de la unión con el grupo OH [222].

• Análisis del módulo elástico y del módulo viscoso usando diferentes concentraciones en partes por ciento de compatibilizante.



Figura 3.18 Módulo elástico para diferentes cargas de compatibilizante comparándolo con el polipropileno puro.

Se puede observar que para la concentración de 5 partes por cien (ppc) del compatibilizante (PP5M) a alta y baja frecuencia su valor para este módulo es menor comparado con el polipropileno puro y con la concentración de 2 (ppc) del compatibilizante (ver tabla 3.4). Por lo que con esta concentración lo hace menos rígido

Muestra	Baja Frecuencia (0.1 rad/s)		Alta Frecuencia (250 rad/s)		Baja Frecuencia	Alta Frecuencia
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de incremento G'	% de incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	79.84	51.40
PP5M	87.21	519.04	56965	36768	90.24	59.59

de compatibilizantes comparado con el PP.

Tabla 3.4. Los datos recolectados del módulo elástico para materiales con diferentes cargas



Figura 3.19 Módulo viscoso para diferentes cargas de compatibilizante comparándolo con el polipropileno puro.

Para esta prueba, se puede observar que al igual que en módulo elástico, al aumentar la carga de compatibilizante aumenta su valor para alta y baja frecuencias. Con la carga de 2% a alta frecuencia se puede observar el gráfica que hay un cruce a 143.10 rad/s y a una G" de 38392 pa.

Tabla 3.5. Los datos recolectados de módulo viscoso para materiales con diferentes cargas de compatibilizante comparándolo con el PP.

Muestra	Baja Frecuencia (0.1 rad/s)		Alta Frecuencia (250 rad/s)		Baja Frecuencia	Alta Frecuencia
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de incremento G"	% de incremento G"
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	72.32	37.29
PP5M	87.21	519.04	56965	36768	81.85	45.92



Figura 3.20 Viscosidad Compleja para diferentes cargas de compatibilizante comparándolo con el polipropileno puro.

En este gráfico se puede observar que para la carga de 2 (ppc) tanto para alta y baja frecuencia es más viscos que el PP puro, mientras que para carga de 5 (ppc) la viscosidad disminuye a bajas frecuencias aparte que el compatibilizante trabaja como lubricante, por esta razón se decidió trabajar con una carga de 2 (ppc) de compatibilizante ya que facilita la mezcla de polipropileno con la fibra de candelilla.

Tabla 3.6 Índice Pseudoplástico

Muestra	Pseudoplasticidad
	n
PP puro	0.53
PP2M	0.77
PP5M	0.78

Con la siguiente ecuación de la ley de potencia de viscosidad el valor de n fue calculado.

Ecuación No. 1

 $\eta = \mathbf{K} \, \dot{g}^{n-1}$

 η = es llamada la "viscosidad aparente" del fluido, de la velocidad de corte **n** es llamada el índice de la ley de potencia.

K es el coeficiente de consistencia

Nota que n = 1 corresponde al comportamiento Newtoniano.



Figura 3.21 Viscosidad Compleja en compósitos de 20% de contenido de fibra con diferentes cargas de compatibilizante comparándolo con el polipropileno puro.

En la figura 3.21 se muestran los datos para los compósitos con carga de 20% en peso de fibra con y sin compatibilizante (dos concentraciones diferentes) donde se puede observar que el compósito si compatibilizante incrementa la viscosidad tanto para altas y bajas frecuencias. En cambio para el compósito con carga de 2 (ppc) de compatibilizante sigue teniendo un incremento en su viscosidad en comparación con el de 5(ppc) en la cual se observa que disminuye su viscosidad incluso en comparación con el PP puro. Los factores importantes que determina en el incremento de la viscosidad son: la distribución del tamaño de las partículas de la fibra, la concentración del compatibilizante, la cantidad de anhídrido maléico injertado en el polipropileno lo cual hace que el compatibilizante actué como lubricante

La viscosidad en función del PP puro al aumentar el contenido de fibra demuestra que no afecta la procesabilidad de los compósitos.

La viscosidad aumenta con el incremento del tamaño de la fibra, y esto concluye que podría ser atribuida a la alta área que presenta la fibra en la matriz, de tal manera que esto incrementa el esfuerzo cortante en el compósito y la posibilidad de cambiar la orientación de la fibra y la interacción fibra matriz entonces puede disminuir su viscosidad.

La siguiente tabla muestra el valor de n para materiales compuestos y matriz de polipropileno que indica si el líquido tiene una newtoniana o un comportamiento no newtoniano (seudo). Se puede observar que tienen un comportamiento pseudoplástico.

Tabla 3.7 Índice Pseudoplástico					
Muestra	Pseudoplasticidad				
	n				
PP puro	0.53				
PP20FC75	0.11				
PP20FC75M2	0.77				
PP20FC75M5	0.76				

Con la ecuación No 1 el valor de n fue calculado.



Figura 3.22 Viscosidad compleja en compósitos de 30% de contenido de fibra con diferentes cargas de compatibilizante comparándolo con el polipropileno puro.

En la figura 3.22 se muestra los datos para los compósitos con carga de 30% de peso en fibra con y sin compatibilizante (dos concentraciones diferentes) donde se puede observar que el compósito sin compatibilizante incrementa la viscosidad tanto para altas y bajas frecuencias. Para el compósito con carga de 2 (ppc) de compatibilizante se observa una mejor interacción interfacial entre la fibra y la matriz el cual da por resultado un mayor incremento en la viscosidad que el del compósito si compatibilizante y del PP puro. El compósito de 5% de compatibilizante se observa que disminuye su viscosidad incluso en comparación con el PP puro. Un factor importante que determina el incremento de la viscosidad es la distribución y tamaños de las partículas de la fibra.

La viscosidad aumenta con el incremento del tamaño de la fibra, y esto concluye que podría ser atribuida a la baja área específica superficial que presenta la fibra en la matriz, de tal manera que esto incrementa el esfuerzo cortante en el compósito y la posibilidad de cambiar la orientación de la fibra y la interacciones polímero- fibra entonces puede aumentar su viscosidad.

La siguiente tabla muestra el valor de n para materiales compuestos y matriz de polipropileno que indica si el líquido tiene una newtoniana o un comportamiento no newtoniano (seudo). Se puede observar que tienen un comportamiento pseudoplástico.

Tabla 3.8 Índice Pseudoplástico

Muestra	Pseudoplasticidad
	n
PP puro	0.53
PP30FC75	0.76
PP30FC75M2	0.76
<i>PP30FC75M5</i>	0.18

• Análisis módulo elástico y módulo viscoso con 20% de contenido de fibra.



Figura 3.23 Módulo elástico para compómpositos con 20% de contenido de fibra

La figura 3.23 muestra el módulo elástico de los materiales compuestos. Se puede observar que para el tamaño de partícula de 75 μ m, con baja frecuencia (0.1 rad/s) hay un

aumento de 156.35% en el módulo de elasticidad, mientras que para alta frecuencia (250 rad/s) tiene un aumento de 61.77% en comparación a los otros tamaños de partículas.

También para tamaños de partícula de 106 y 45 μ m y con compatibilizador se puede observar que a baja frecuencia (0.1 rad/s) muestran una disminución en comparación con el tamaño de 75 μ m compuesto y polipropileno.

A altas frecuencias se puede observar que el polipropileno conduce con el valor más grande de este módulo, seguido de 75 μ m de material compuesto, a continuación, por el material compuesto de 45 μ m, después de que el compuesto 106 μ m y, finalmente, el uno con compatibilizante.

La Tabla 3.9 muestra el valor del módulo elástico, módulo viscoso para las frecuencias bajas y altas así como el porcentaje de aumento en sus respectivos módulos para ambas frecuencias mostradas.

El material compuesto de 75 µm tiene un fenómeno muy particular ya que esta muestra tiene una reticulación de polipropileno a la frecuencia de 0.6743 rad/s con un valor de G 'de 6000 Pa este fenómeno sólo se produce en elastómeros. Por lo tanto este ejemplo se muestra para tener el mismo comportamiento. Esto puede ser debido a la buena dispersión de las partículas en la matriz de polipropileno.

Muestra	Baja Fre (0.1 1	ecuencia rad/s)	Alta Frecuencia (250 rad/s)		Baja Frecuencia	Alta Frecuencia
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de	% de
	- (-)	- (/	- ()		incremento G'	incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP20FC106	373.38	1487	65138	41029	58.23	53.8
PP20FC75	2291.8	4489.1	53901	46045	156.35	61.77
PP20FC45	384.54	1300.4	58925	36084	56.98	58.21
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	79.84	51.40

Tabla 3.9. Los datos recogidos de módulo elástico para materiales compuestos con un 20% de contenido de fibra.



Figura 3.24 Módulo viscoso para compósitos con 20% de contenido de fibra

En el caso del módulo viscoso, podemos observar en la figura 3.24 que, como el módulo elástico tiene una reticulación a una baja frecuencia (0.1 rad/s) entre el polipropileno y el material compuesto con tamaño de partícula de 75 µm esta unión se produce con una frecuencia de 0.6935 rad/s y G "de 8374 Pa. Esto confirma que para este compuesto en particular tiene un comportamiento elastomérico. Para esta muestra a baja frecuencia (0.1 rad/s) el módulo viscoso aumento del 56% en comparación con el polipropileno lo que significa que hay una buena interacción entre la fibra y la matriz de polipropileno.

En el material compuesto de 106 a 45 μ m y el uno con compatibilizador a baja frecuencia (0.1 rad/s) se puede ver que hay una disminución en el módulo de viscosidad en comparación con el material compuesto de 75 μ m, que es el único con un aumento en a baja frecuencia (0.1 rad/s) del módulo.

La siguiente tabla muestra el valor de incremento del módulo para las frecuencias bajas y altas para cada una de las muestras.

Muostra	Baja Frecuencia (0.1 rad/s)		Alta Frecuencia (250 rad/s)		Baja	Alta
muestru					Frecuencia	Frecuencia
	$\mathbf{G}'(\mathbf{P}_{\mathbf{a}})$	G" (Pa)	$\mathbf{G}'(\mathbf{P}_{2})$	G" (Pa)	% de	% de
	U (I a)	U (I a)	U (I a)	U (1 a)	incremento G'	incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP20FC106	373.38	1487	65138	41029	48	39.66
PP20FC75	2291.8	4489.1	53901	46045	56.96	32.29
PP20FC45	384.54	1300.4	58925	36084	54.53	46.94
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	72.32	37.29

Tabla 3.10 Los datos recolectados de módulo viscoso de materiales compuestos con un 20% de contenido de fibra.

 Análisis del módulo elástico y módulo viscoso con 20% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.



Figura 3.25 Módulo elástico para compósitos de 20% de contenido fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.

En esta figura se muestra que el módulo elástico de los materiales compuestos con el compatibilizador.

Se puede observar que mediante la adición de 2 (ppc) de compatibilizador en bajas frecuencias se observa una disminución de este módulo en comparación con el polipropileno. También se observa que la adición de la compatibilizador no importa el tamaño de partícula en el aumento o disminución de este módulo.

A altas frecuencias se puede observar que el polipropileno tiene el valor más grande en el módulo, seguido de partícula compuesta 75 μ m, a continuación, por el material compuesto de 45 μ m, después de que el compuesto de 106 μ m y, finalmente, el compatibilizador.

La siguiente tabla (3.11) muestra el valor del módulo elástico, módulo viscoso para las frecuencias bajas y altas así como el porcentaje de aumento en sus respectivos módulos para ambas frecuencias mostradas.

Tabla 3.11. Los datos recolectados de módulo elástico para materiales compuestos con un 20% de contenido de fibra con un 2 (ppc) de compatibilizante.

Muestra	Baja Frecuencia (0.1 rad/s)		Alta Frecuencia (250 rad/s)		Baja	Alta
muestra					Frecuencia	Frecuencia
	$\mathbf{G}'(\mathbf{P}_{\mathbf{a}})$	G" (Pa)	$\mathbf{G}'(\mathbf{P}_{\mathbf{a}})$	$\mathbf{C}^{\prime\prime}(\mathbf{P}_{0})$	% de	% de
	U (I a)	U (1 a)	U (I a)	U (I a)	incremento G'	incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP20FC106M2	354.53	1280	60158	37379	60.34	57.33
PP20FC75M2	298.38	1183.1	74012	45728	66.62	47.51
PP20FC45M2	342.06	1153	57792	35063	61.74	59.013
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	79.85	51.40



Figura 3.26 Módulo viscoso para compósitos con 20% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.

En el caso del módulo viscoso, podemos observar en la figura 3.26 que, así como el módulo de elasticidad a bajas frecuencias con un 2 (ppc) de compatibilizante se observó una disminución.

La adición del compatibilizante en cualquier tamaño de partícula no ejerce efecto en el aumento o disminución el módulo viscoso.

Para el tamaño de partícula compuesta de 106 m con 2 (ppc) de compatibilizante se puede observar un aumento de 55.24% en el módulo de viscosidad en comparación con el polipropileno a bajas frecuencias, mientras que para la de alta frecuencia (250 rad/s) tiene una reducción de 10.21% en este módulo.

En cuanto al tamaño de 75 μ m con la misma carga de compatibilizador tiene un valor de 58.63% de incremento en comparación con el polipropileno a baja frecuencia (0.1 rad/s), mientras que a altas frecuencias (250 rad/s) se reduce de 25.87% en este módulo.

Así que para el material compuesto de 45 μ m, con la misma carga de compatibilizante tiene un aumento de 59.68% en baja frecuencia (0.1 rad/s), mientras que a alta frecuencia (250 rad/s) muestra una disminución de 11.25% para este módulo.

La siguiente tabla muestra el módulo de frecuencias bajas y altas viscosos, así como el porcentaje de aumento de este módulo

Muestra	Baja Frecuencia (0.1 rad/s)		Alta Frecuencia (250 rad/s)		Baja Frecuencia	Alta Frecuencia
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de incremento G'	% de incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP20FC106M2	354.53	1280	60158	37379	55.24	45.03
PP20FC75M2	298.38	1183.1	74012	45728	58.63	32.75
PP20FC45M2	342.06	1153	57792	35063	59.68	48.43
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	72.32	37.28

Tabla 3.12 Los datos recolectados de módulo viscoso para compuestos con un 20% de contenido de fibra con un 2 (ppc) de compatibilizante.

• • Análisis del módulo elástico y módulo viscoso con un 25% de contenido de fibra.



Figura 3.27 Módulo elástico de compósito con un 25% de contenido de fibra.

En la figura 3.27 mostró que al aumentar el porcentaje de fibra en la matriz de polipropileno para frecuencias bajas el valor del módulo elástico disminuye para cada uno de los compuestos en comparación con el polipropileno. Mientras que para alta frecuencia (250 rad/s) se puede ver que para cada uno de los compuesto muestra un incremento en este módulo.

Se observa que para el material compuesto de 106 μ m, con baja frecuencia (0.1 rad/s) un incremento del 76.25% en el módulo mientras para alta frecuencia (250 rad/s) tiene un incremento del 65% en este módulo.

Para el material compuesto de 75 μ m, con una frecuencia baja (0.1 rad/s) muestran un incremento del 77.62% mientras que en alta frecuencia (250 rad/s) se observó un aumento de 54.56% en el módulo. En el material compuesto de 45 μ m, con baja frecuencia (0.1 rad/s) aumentó a 58.24%, mientras que a alta frecuencia (250 rad/s) un incremento del 41.79% se observó en el módulo.

Finalmente para la muestra con el compatibilizante a baja frecuencia (0.1 rad/s) se observó un incremento de 79.84%, mientras que para alta frecuencia (250 rad/s) es un 51.40% en el módulo.

La siguiente tabla muestra el valor del módulo elástico de baja y alta frecuencia (250 rad/s), así como el porcentaje de aumento en el módulo para cada frecuencia.

Tabla 3.13 Los datos	recolectados	de módulo	elástico	para	materiales	compuestos	con	un
25% de contenido de fibra.								

Muestra	Baja Frecuencia (0.1 rad/s)		Alta Frecuencia (250 rad/s)		Baja Frecuencia	Alta Frecuencia
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de incremento G'	% de incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP25FC106	212.33	839.04	49354	30562	76.25	65
PP25FC75	200.09	817.68	64070	40770	77.62	54.56
PP25FC45	373.29	1484.5	82068	52359	58.24	41.79
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	79.85	51.40



Figura 3.28 Módulo viscoso para compósitos con 25% de carga de fibra

En este gráfico se puede observar que al aumentar el porcentaje de fibra en la matriz de polipropileno para frecuencias bajas el valor del módulo viscoso disminuye para cada uno de los compuestos en comparación con el polipropileno. Mientras que para alta frecuencia (250 rad/s) se puede ver que para cada uno de la muestra de material compuesto un aumento de este módulo.

Se observa que para el material compuesto de 106 μ m, con baja frecuencia (0.1 rad/s) un aumento de 70.66% en el módulo, mientras que para la de alta frecuencia (250 rad/s) un aumento de 55% se muestra en este módulo.

Para el material compuesto de 75 μ m, con una frecuencia baja (0.1 rad/s) aumentó a 71.41% mientras que la alta frecuencia (250 rad/s) se observa un 40% en el módulo.

En el material compuesto de 45 μ m, con baja frecuencia (0.1 rad/s) se nota un incremento de 48.09%, mientras que para la de alta frecuencia (250 rad/s) fue de 23% en el módulo.

Finalmente, para con el compatibilizante a baja frecuencia (0,1 rad/s) se observó incremento de 72.31%, mientras que para alta frecuencia (250 rad/s) era de 37.28% en el módulo.

En la siguiente tabla se muestra el valor del módulo de viscosidad para baja y alta frecuencia, así como el porcentaje de incremento en el módulo para cada frecuencia.

Muestra	Baja Frecuencia (0.1 rad/s)		Alta Frecuencia (250 rad/s)		Baja Frecuencia	Alta Frecuencia		
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de incremento G'	% de incremento G'		
PP puro	894	2860	141000	68000				
PP25FC106	212.33	839.04	49354	30562	70.66	55.05		
PP25FC75	200.09	817.68	64070	40770	71.41	40.04		
PP25FC45	373.29	1484.5	82068	52359	48.09	23		
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	72.32	37.28		

Tabla 3.14. Los datos recolectados de módulo viscoso de materiales compuestos con un 25% de contenido de fibra.

• Análisis del Módulo Elástico y Viscoso con 2 (ppc) de compatibilizante y 25% de contenido de fibra



Figura 3.29 Módulo elástico para compósitos con un 25% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante

Se puede observar que las muestras que muestra los datos más alta es la 45 μ m que muestra a baja frecuencia una disminución de 50.33% y de alta frecuencia que muestra un comportan más alta es 75 m con una disminución de 41.43% en comparación con el PP puro. En contrario la muestra con el aumento más bajo en alta frecuencia es de 106 μ m que se puede observar una disminución de la baja frecuencia de 90.50% y en alta frecuencia tiene un valor de reducción de 60.50%.

En la siguiente tabla se muestra el valor del módulo elástico para baja y alta frecuencia, así como el porcentaje de incremento en el módulo para cada frecuencia.

Muastra	Baja Frecuencia		Alta Frecuencia		Baja	Alta
muestra	(0.1 rad/s)		(250 rad/s)		Frecuencia	Frecuencia
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de incremento G'	% de incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP25FC106M2	86.666	615.49	55696	39763	90.31	60.50
PP25FC75M2	416.35	1586.1	82584	52157	53.43	41.43
PP25FC45M2	444.03	1593.1	73319	46309	50.33	48.00
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	79.85	51.40

Tabla 3.15. Los datos recolectados de módulo elástico de materiales compuestos con un 25% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.



Figura 3.30 Módulo viscoso para compósitos con un 25% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante

Las muestras que muestra la acción más alta se encuentran a 45 μ m y 75 μ m que muestra una baja frecuencia de un decremento del 44% con una diferencia de 24 decimales entre ambos y en la alta frecuencia de la muestra con una mejor acción es de 75 μ m de muestra que tiene un decremento del 23.30% en comparación a los tiempos de los PP.
Entonces podemos apreciar que la muestra con el decremento más bajo de alta frecuencia es la de $106 \mu m$ que en baja frecuencia tenía 78.48% y en el de alta frecuencia de 41.53%.

En la siguiente tabla se muestra el valor del módulo viscoso para baja y alta frecuencia, así como el porcentaje de incremento en el módulo para cada frecuencia.

Tabla 3.16. Los datos recolectados de módulo viscos de materiales compuestos con un 25% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.

Muestra	Baja Frecuencia		Alta Frecuencia		Baja	Alta
muestru	(0.1 rad/s)		(250 rad/s)		Frecuencia	Frecuencia
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de incremento G'	% de incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP25FC106M2	86.666	615.49	55696	39763	78.48	41.53
PP25FC75M2	416.35	1586.1	82584	52157	44.54	23.30
PP25FC45M2	444.03	1593.1	73319	46309	44.30	31.90
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	72.32	37.28

• Análisis del módulo elástico y módulo viscoso con un 30% de contenido de fibra.



Figura 3.31 Módulo elástico para compósitos con 30% de contenido de fibra.

Ahora bien, en el caso de 30% de carga de fibra en la tabla y en el gráfico es posible ver que la muestra de 75 μ m presenta una disminución en el módulo elástico en baja frecuencia de un 79.85% y en alta frecuencia la muestra de 45 μ m presenta un decremento del 69.08% en comparación con el PP puro. Por otro lado el compatibilizante presenta una disminución en el módulo elástico a baja frecuencia, mientras que en alta frecuencia el compósito de 45 μ m, presenta un incremento de 48.85% comparado con el polipropileno.

En la siguiente tabla se muestra el valor del módulo elástico para baja y alta frecuencia, así como el porcentaje de incremento en el módulo para cada frecuencia.

Muestra	Baja Frecuencia (0.1 rad/s)		Alta Frecuencia (250 rad/s)		Baja Frecuencia	Alta Frecuencia
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de incremento G'	% de incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP30FC106	338.1	1308.4	60561	38238	62.18	57.05
PP30FC75	264.1	896.22	43593	26922	70.46	69.08
PP30FC45	434.37	1730	72127	47287	51.41	48.85
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	79.85	51.40

Tabla 3.17. Los datos recolectados de módulo elástico de materiales compuestos con un 30% de contenido de fibra.



Figura 3.32 Módulo viscoso para compósitos con 30% de contenido de fibra.

La muestra que presenta el mayor decremento en el módulo viscoso es la de 45 μ m, la cual muestra que a baja frecuencia la disminución es del 39.51% y para alta frecuencia es de 30.46% en comparación con el PP puro. Por otro lado el compósito de 75 μ m muestra un incremento del módulo elástico para bajas frecuencias con un valor de 68.66% y en alta tiene un valor de 60.41% en comparación con el PP puro.

En la siguiente tabla se muestra el valor del módulo viscoso para baja y alta frecuencia, así como el porcentaje de incremento en el módulo para cada frecuencia.

Muastra	Baja Frecuencia		Alta Fre	ecuencia	Baja	Alta
muestra	(0.1)	(0.1 rad/s)		rad/s)	Frecuencia	Frecuencia
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de incremento G'	% de incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP30FC106	338.1	1308.4	60561	38238	54.25	43.77
PP30FC75	264.1	896.22	43593	26922	68.66	60.41
PP30FC45	434.37	1730	72127	47287	39.51	30.46
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	79.85	37.28

Tabla 3.18. Los datos recolectados de módulo viscoso de materiales compuestos con un 30% de contenido de fibra.

• Análisis del Módulo Elástico y Viscoso con 2 (ppc) de compatibilizante y 30% de contenido de fibra.



Figura 3.33 Módulo elástico para compósitos con 30% de contenido fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.

Las muestras de 75 μ m con el compatibilizante presentan una disminución en el módulo elástico a baja frecuencia con un valor de 59.68% mientras que para alta frecuencia que tiene el valor más alto en este módulo es el compósito de 45 μ m con

compatibilizante con un valor de 51.40%. Por otro lado la muestra con la disminución más baja en alta frecuencia es de 106 μ m que se puede observar una disminución de 63.92% y de baja frecuencia es la de la compatibilizante con una disminución de 79.85% todo en comparación con el PP puro.

En la siguiente tabla se muestra el valor del módulo elástico para baja y alta frecuencia, así como el porcentaje de incremento en el módulo para cada frecuencia.

Tabla 3.19 Los datos recolectados de módulo elástico de materiales compuestos con un 30% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.

Muestra	Baja Frecuencia (0.1 rad/s)		Alta Frecuencia (250 rad/s)		Baja Frecuencia	Alta Frecuencia
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de incremento G'	% de incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP30FC106M2	329.18	1092.9	50877	31901	63.18	63.92
PP30FC75M2	360.43	1179.6	55362	33033	59.68	60.74
PP30FC45M2	342.42	1186.5	53912	33621	61.70	61.76
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	79.85	51.40



Figura 3.34 Módulo viscoso para compósitos con 30% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.

El ejemplo que muestra el mayor incremento es la de 45 μ m, ya que muestra a baja frecuencia un aumento de 1.7 n veces que el PP puro (65.22%) y la alta frecuencia de 0.8 (17.26%) en comparación con los tiempos de los PP. Por otro lado la muestra con el menor incremento en alta frecuencia es la de 75 μ m que se puede ver un aumento en la baja tasa de disminución de 0.5 (50.85%) y baja frecuencia es la del compatibilizante con un descenso del 0.8 (24.79%).

En la siguiente tabla se muestra el valor del módulo viscoso para baja y alta frecuencia, así como el porcentaje de incremento en el módulo para cada frecuencia.

Musstra	Baja Frecuencia (0.1 rad/s)		Alta Frecuencia (250 rad/s)		Baja	Alta
muestra					Frecuencia	Frecuencia
	G' (Pa)	G" (Pa)	G' (Pa)	G" (Pa)	% de incremento G'	% de incremento G'
PP puro	894	2860	141000	68000		
PP30FC106M2	329.18	1092.9	50877	31901	61.79	53.09
PP30FC75M2	360.43	1179.6	55362	33033	58.76	51.42
PP30FC45M2	342.42	1186.5	53912	33621	58.51	50.56
PP2M	180.17	791.67	68522	42647	79.85	37.28

Tabla 3.20 Los datos recolectados de módulo viscoso de materiales compuestos con un 30% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.

• Análisis de la Viscosidad Compleja para compósitos con 20% de contenido de fibra.



Figura 3.35 Viscosidad Compleja para compósitos con 20% de contenido defibra

En el gráfico de la viscosidad compleja (figura 3.35) se puede ver que a bajas frecuencias y a un contenido de fibra de 20% para tres tamaños de partícula diferentes hay un aumento en la viscosidad.

También en este gráfico se puede observar que la distribución del tamaño de partícula es un factor importante, ya que afecta en el aumento de la viscosidad en función del tamaño de partícula en la matriz de polipropileno.

Con respecto al compósito con un tamaño de partícula de 106µm a baja frecuencia (0.1 rad/s) aumenta 1,4 n-veces en comparación con la viscosidad del PP puro. Mientras que a altas frecuencias se puede observar una disminución en la viscosidad con un valor de 307.93 (Pa.s), pero incluso a mayor frecuencia el valor de la viscosidad es 0.7 veces mayor que el PP puro. A pesar de ser el tamaño de partícula más grande su valor de viscosidad es cercano con el compósito de 45µm.

Para el compósito con un tamaño de partícula de 75µm muestra un incremento en la viscosidad en comparación con los otros tamaños de partícula. Esto se aprecia tanto en altas y bajas frecuencias .Mientras que para a altas frecuencias se ha observado una incremento de la viscosidad el cual tiene un valor de 283.56 (Pa.s), mientras que para bajas frecuencias el incremento de la viscosidad tiene un valor de 50403 (Pa.s).

El incremento de la viscosidad con la carga del 20% de contenido de fibra y para el tamaño de 75µm se atribuye a la buena adhesión interfacial de fibra con la matriz del polipropileno esto se puede observar bien en las imágenes de microscopia electrónica de barrido (ver figura 3.5)

En el compósito con un tamaño de partícula de 45 µm se puede observar que, a pesar de tener el tamaño de partícula más pequeño el efecto de la viscosidad tanto para bajas y a altas frecuencias muestra incremento en la viscosidad en comparación con el PP puro.

Finalmente la viscosidad de la compatibilizante (PPgMA) muestra una disminución en comparación con los compósitos con sus respectivos tamaños de partícula, pero a su vez muestra un incremento de la viscosidad en comparación con el PP puro. La siguiente tabla muestra el valor de n (el índice de pseudoplastisidad) para los compuestos y la matriz de polipropileno esto indica que el fluido tiene un comportamiento no newtoniano (pseudoplástico).

Tabla 3.21 Índice Pseudoplástico

Muestra	Pseudoplasticidad
	n
PP puro	0.53
<i>PP20FC106</i>	0.72
<i>PP20FC75</i>	0.36
PP20FC45	0.75
PP2M	0.77

• Análisis de la Viscosidad compleja con 20% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.



Figura 3.36 Viscosidad Compleja para compósitos con 20% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilisante.

La figura 3.36 muestra que es indistinto el tamaño de partícula debido porque al añadir el compatibilizante para los tres tamaños de partícula estos tienden a tener un incremento en la viscosidad en comparación con el PP puro tanto para bajas y altas frecuencias.

También se observó que mediante la adición de la carga de 2(ppc) del compatibilizante en la matriz de fibra de polipropileno muestra un cambio significativo en la reducción de la viscosidad en comparación con la matriz sin compatibilizante. Lo cual puede indicar que el compatibilizante que se está utilizando no sea el adecuado para la fibra ya que el compatibilizante está actuando como un lubricante. Otro factor importante es el tamaño de partícula el cual tiene un efecto significativo en el incremento de la viscosidad.

La siguiente tabla muestra el valor de n para materiales compuestos y matriz de polipropileno que indica si el líquido tiene un comportamiento no newtoniano (pseudoelástico).

Tabla 3.22 Índice Pseudoplástico					
Muestra	Pseudoplasticidad				
	n				
PP puro	0.53				
<i>PP20FC106M2</i>	0.76				
<i>PP20FC75M2</i>	0.77				
PP20FC45M2	0.76				
PP2M	0.78				

• Análisis de la Viscosidad compleja con 25% de contenido de fibra.



Figura 3.37 Viscosidad Compleja para compósitos con 25% de contenido de fibra.

En lal figura 3.37 se puede observar que al aumentar la cantidad del contenido de fibra en la matriz de polipropileno y el tamaño de partícula tiene un efecto en el aumento de la viscosidad de los compósitos en comparación con polipropileno puro.

Para el compósito con un tamaño de partícula de 106 μ m y con un contenido de 25% de fibra se puede observar que para baja frecuencia (0.1 rad/s) tiene un aumento del 19.83% en la viscosidad con respecto al polipropileno, mientras que para a alta frecuencia (250 rad/s) muestra un aumento del 44.31% con respecto al PP.

Para el compósito con un tamaño de partícula de tamaño de partícula de 75 μ m y con un contenido de 25% de fibra se puede observar que a baja frecuencia (0.1 rad/s) muestra un incremento del 22.03%, mientras que en alta frecuencia (250 rad/s) tiene un aumento de 27.14% con respecto al PP puro.

Para el compósito con un tamaño de partícula de tamaño de partícula de 45 μ m y con un contenido de 25% de fibra se puede observar que al ser el tamaño de partícula más pequeño tiene el efecto de incrementar el valor de viscosidad aun incremento el contenido de fibra en la matriz de PP para baja frecuencia (0.1 rad/s) presenta un incremento de 41.79%, mientras que para alta frecuencia (250 rad/s) es 6,61% con respecto al PP.

A diferencia de la figura 3.35 donde se observa que para el 20% de contenido de fibra y con un tamaño de 75 μ m donde se observa un incremento de la viscosidad, mientras con el tamaño de 45 μ m no se observa el incremento que debería de observarse como con el incremento del 25% de contenido de fibra en la cual tiene el valor más alto de viscosidad.

Finalmente la viscosidad del compatibilizante (PPgMA) tiene un aumento en la viscosidad del 24.79% con respecto a la viscosidad del polipropileno.

La siguiente tabla muestra el valor de n con el incremento de 25% de fibra en una matriz de polipropileno.

Tabla 3.23 Índice Pseudoplástico					
Muestra	Pseudoplasticidad				
	n				
PP puro	0.53				
<i>PP25FC106</i>	0.98				
<i>PP25FC75</i>	0.99				
PP25FC45	0.74				
PP2M	0.77				



Figura 3.38 Viscosidad Compleja para compósitos con 25% de contenido de fibra y 2 (ppc) e compatibilizante

En la figura 3.38 se puede observar que la adición de una fibra con un contenido de fibra del 25% con una carga de 2 (ppc) de compatibilizante para los compósitos con un tamaño de 75 y 45 μ m, el efecto de estos a bajas frecuencias se puede observar que la adhesión interfacial de la fibra con la matriz y el compatibilizante es buena ya que esto se puede ver en el incremento de la viscosidad.

Mientras que en el material compuesto 106 µm se puede observar una disminución en la viscosidad en comparación con los otros compuestos en bajas frecuencias y ligeramente superior a la de polipropileno puro.

En el caso de compatibilizante puro muestra que a bajas frecuencias tiene un aumento de la viscosidad de 24.79% en comparación con el polipropileno puro.

La siguiente tabla muestra el valor de n con el incremento de 25% de contenido de y 2 (ppc) de compatibilizante en una matriz de polipropileno.

abla 5.24 malee i seddoplastic

Muestra	Pseudoplasticidad
	n
PP puro	0.53
<i>PP25FC106M2</i>	0.80
<i>PP25FC75M2</i>	0.74
PP25FC45M2	0.72
PP2M	0.78

• Análisis de la Viscosidad Compleja con 30% de contenido de fibra.



Figura 3.39 Viscosidad Compleja para compósitos con 30% de contenido de fibra.

Este gráfico muestra que el tamaño de partícula y la cantidad de fibra añadida a la matriz de polipropileno son factores importantes en el aumento de la viscosidad en comparación con el polipropileno.

La muestra de 45 μ m presenta el mayor incremento para baja frecuencia de 1.7 n veces al del PP puro (65.22%) y en alta frecuencia de 0.8 n veces (17.26%) en comparación

con los del PP puro. Por otro lado la muestra con el menor incremento en alta frecuencia es de 75 μ m que se puede ver un aumento en la baja tasa de disminución de 0.5 (50.85%) y baja frecuencia es la del compatibilizante con un descenso del 0.8 (24.79%).

La siguiente tabla muestra el valor de n con el incremento de 30% de contenido de fibra en una matriz de polipropileno.

Tabla 3.25 Índice Pseudoplástico				
Muestra	Pseudoplasticidad			
	n			
PP puro	0.53			
<i>PP30FC106</i>	0.58			
<i>PP30FC75</i>	0.76			
PP30FC45	0.73			
PP2M	0.78			

• Análisis de la Viscosidad Compleja con 30% de contenido de fibra con 2 (ppc) de compatibilizante.



Figura 3.40 Viscosidad Compleja para compósitos con 30% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante.

En este gráfico (figura 3.34) muestra que el aumento de la cantidad de fibra a la matriz de polipropileno y para añadir el compatibilizador el tamaño de partícula no afecta el aumento de la viscosidad del compuesto en comparación con polipropileno puro.

Se puede observar que la adición de la compatibilizador a la matriz de fibra de polipropileno de candelilla homogeneizar el incremento de la viscosidad resultante de que el tamaño de partícula no afecta el aumento de la viscosidad como de otro modo cuando el compatibilizador no se añade el incremento de la cantidad de fibra y tamaños de partícula son factores importantes para el incremento de la viscosidad.

La siguiente tabla muestra el valor de n con el incremento de 30% de contenido de fibra y 2 (ppc) de compatibilizante en una matriz de polipropileno.

		<i>2</i>		
Table	276	Indiaa	Deauda	mláctica
тарія	<u>n</u> 20	mance	PSelicio	DIASHCO
I uoiu	5.20	marce	1 beau	plustico
				1

Muestra	Pseudoplasticidad
	n
PP puro	0.53
<i>PP30FC106M2</i>	0.76
PP30FC75M2	0.76
PP30FC45M2	0.76
PP2M	0.78

3.7. Análisis dinámico mecánico

Se realizó DMA a los compósitos de fibra de candelilla a tres concentraciones de fibra y en los tres tamaños de fibra con y sin compatibilizante. El compatibilizante es el PPgMA llamado PPM2 en la nomenclatura de este proyecto.

En la Figura 3.41 se muestra la gráfica de módulo de almacenamiento (E') para los compósitos de fibra de candelilla con polipropileno sin compatibilizante, el compatibilizante puro (PP2M) y para el PP puro con los diferentes tamaños de partícula. Se presentan los valores E' de los compósitos cercanos al valor de E' del PP puro de un rango

de temperaturas de -70° C hasta 75° C, después de 75° C los compósitos presentan un ligero incremento de E' a comparación de PP puro. A una temperatura ambiente el valor de E' para los compósitos está dentro de un rango de 2796 MPa a 3215 MPa, para el PP puro el E' es de 1294 MPa y para el compósito PP20FC106es de 2796 MPa lo que significa un incremento del 21% comparado con el PP puro. Para el compositoPP20FC45 el valor de E' tiene un valor de 3215.5 el cual muestra un incremento de 40% comparado con el PP puro.



Figura 3.41 Módulo de almacenamiento de los compósitos al 20% de contenido de fibra

En la figura 3.42 se observa la gráfica del espectro de módulo de perdida (E'') de los compósitos no tiene una diferencia significativa en comparación del PP puro. A temperatura por encima de 75°C el E'' de los compósitos muestran un ligero incremento comparado con el PP puro. El compósito de PP20FC75 muestra valores de E'' ligeramente alto comparado con los demás durante toda la prueba.



Figura 3.42 Módulo de pérdida de los compósitos con el 20% de contenido de fibra.

La tan δ , también llamada amortiguamiento, índice de viscoelasticidad o factor de pérdida, se obtiene mediante la razón entre el módulo de pérdida y el módulo de almacenamiento (E''/E'); en el caso de los compósitos, este valor depende del nivel de adhesión entre el refuerzo y la matriz. Por lo tanto, enlaces refuerzo-matriz débiles se reflejarán en valores altos de tan δ [224]. En la figura 3.43 se observa el espectro de tan δ donde compósitos muestran picos ligeramente bajos en comparación a los de PP puro, excepto el compósito PP20FC75 que se observan el pico tan δ alto comparado con el PP puro que significa que presenta interacciones moleculares débiles entre refuerzo-matriz comparado con los demás.



Figura 3.43 Tan δ de los compósitos con el 20% de contenido de fibra.

En la Figura 3.44 se muestra la gráfica de módulo de almacenamiento (E') para los compósitos de fibra de candelilla con polipropileno sin compatibilizante, el compatibilizante puro (PP2M) y para el PP puro con los diferentes tamaños de partícula. Se presentan los valores E' de los compósitos cercanos al valor de E' del PP puro de un rango de temperaturas de -70° C hasta 75° C, después de 75° C los compósitos presentan un ligero incremento de E' a comparación de PP puro. A una temperatura ambiente el valor de E' para los compósitos está dentro de un rango de 4225 MPa a 4395 MPa, para el PP puro el E' es de 1294 MPa y para el compósito PP20FC106 es de 1700 MPa lo que significa un incremento del 21% comparado con el PP puro.



Figura 3.44 Módulo de almacenamiento de los compósitos con el 30% de contenido de fibra.

En la figura 3.45 se observa la gráfica del espectro de módulo de perdida (E'') de los compósitos no tiene una diferencia significativa en comparación del PP puro. A temperatura por encima de 75° C el E'' de los compósitos muestran un ligero incremento comparado con el PP puro. El compósito de PP30FC75 muestra valores de E'' ligeramente alto comparado con los demás durante toda la prueba.



Figura 3.45 Módulo de pérdida de los compósitos con el 30% de contenido de fibra.

La tan δ , también llamada amortiguamiento, índice de viscoelasticidad o factor de pérdida, se obtiene mediante la razón entre el módulo de pérdida y el módulo de almacenamiento (E''/E'); en el caso de los compósitos, este valor depende del nivel de adhesión entre el refuerzo y la matriz. Además se observa que al incrementar el contenido de fibra en los tres tamaños de partícula, la tan δ disminuye ligeramente en comparación con el PP puro. Por lo tanto, enlaces refuerzo-matriz débiles se reflejarán en valores altos de tan δ [224]. En la figura 3.46 se observa el espectro de tan δ donde compósitos muestran picos ligeramente bajos en comparación a los de PP puro, excepto el compósito PP30FC106 que se observan el pico tan δ ligeramente alto comparado con el PP puro que significa que presenta interacciones moleculares débiles entre refuerzo-matriz comparado con los demás.



Figura 3.46 Tan δ de los compósitos con el 30% de contenido de fibra.

La Figura 3.47 muestra el espectro de los módulos de almacenamiento E' de los compósitos con el compatibilizante. Los compósitos muestran un incremento de E' comparado con el PP puro y también con los compósitos sin compatibilizante mostrados en las gráficas anteriores, valores de E' de 2768 MPa a una temperatura ambiente presentan los compósitos mostrando incrementos de 114% comparado con el PP puro, para los tres tamaños de partícula se observa el incremento en el módulo de almacenamiento en comparación con el PP puro. Fue observado también el espectro de módulo de pérdida E'' de los compósitos con la adición del compatibilizante en la Figura 3.48 en la cual los compósitos presentan incrementos de E'' en todo el rango de temperatura, para los tres tamaños de partícula.



Figura 3.47 Módulo de almacenamiento de los compósitos con el 20% de contenido de fibra y con 2 (ppc) de compatibilizante.



Figura 3.48 Módulo de pérdida de los compósitos con el 20% de contenido de fibra y con 2 (ppc) de compatibilizante.

En la figura 3.49 se observa que a temperatura ambiente los compósitos presentan ligeramente menores coeficientes de energía comparado con el PP. Esto indica una buena interfaz entre el PP y la fibra de candelilla en comparación a los de PP puro [224], excepto el compósito PP20FC75M2 que se observan el pico tan δ alto comparado con el PP puro que significa que presenta interacciones moleculares débiles entre refuerzo-matriz. En general el incremento de los valores en E' y E'' y la disminución del pico de tan δ es debido a la adición de la fibra natural y el PPgMa, comparando en el presente estudio con las observaciones de de muchos investigadores. Amash y Zugenmaier [231] reportó un incremento en la rigidez y una disminución en el factor de pérdida con el incremento de fibra de vidrio contenido en compósitos de polipropileno isotáctico. Esto es debido a la reacción de esterificación entre los grupos OH de la celulosa de la fibra de candelilla y la parte anhídrida del PPgMA lo que causa una reducción en la tensión interfacial y un incremento entre la adhesión interfacial entre el PP y la fibra de candelilla. Hristov y Vasileva [232] estudiaron cambios en la temperatura de transición vítrea de PP debido a la adición de 10% de fibra de madera y 10% de MAPP. Una alta temperatura de transición vítrea fue observada cuando el compatibilizante fue agregado. Esto sugiere que la movilidad molecular se restringe debido a las interacciones covalentes entre MAPP y la superficie lignocelulósica podría explicar el desplazamiento para altas temperaturas. Sin embargo el investigador Tajvidi [224] reporta que MAPP es de bajo peso molecular y tiene un efecto plastificante, el cual podría desplazar la Tg a bajas temperaturas. Por lo tanto es cierto que el compatibilizante ha mejorado la adhesión entre la fibra y el PP pero otros factores tienen la posibilidad de esconder el efecto de la temperatura de transición vítrea por ejemplo la distribución de tamaño de la fibra.



Figura 3.49 Tan δ de los compósitos con el 20% de contenido de fibra y con 2 (ppc) de compatibilizante.

La Figura 3.50 muestra el espectro de los módulos de almacenamiento E' de los compósitos con el compatibilizante. Los compósitos muestran un incremento de E' comparado con el PP puro y también con los compósitos sin compatibilizante mostrados en las gráficas anteriores, valores de E' de 4277 MPa a una temperatura ambiente presentan los compósitos mostrando incrementos de 90% comparado con el PP puro, para los tres tamaños de partícula se observa el incremento en el módulo de almacenamiento en comparación con el PP puro. Fue observado también el espectro de módulo de pérdida E'' de los compósitos con la adición del compatibilizante en la Figura 3.48 en la cual los compósitos presentan incrementos de E'' en todo el rango de temperatura, para los tres tamaños de partícula.



Figura 3.50 Módulo de almacenamiento de los compósitos con el 30% de contenido de fibra y con 2 (ppc) de compatibilizante.



Figura 3.51 Módulo de pérdida de los compósitos con el 30% de contenido de fibra y con 2 (ppc) de compatibilizante.

En la figura 3.52 se observa que a temperatura ambiente los compósitos presentan ligeramente mayores coeficientes de energía comparado con el PP. Esto indica una buena interfaz entre el PP y la fibra de candelilla en comparación a los de PP puro [224], excepto el compósito PP30FC75M2 que se observan el pico tan δ alto comparado con el PP puro que significa que presenta interacciones moleculares débiles entre refuerzo-matriz. En general el incremento de los valores en E' y E'' y la disminución del pico de tan δ es debido a la adición de la fibra natural y el PPgMa, comparando en el presente estudio con las observaciones de muchos investigadores. Amash y Zugenmaier [231] reportó un incremento en la rigidez y una disminución en el factor de pérdida con el incremento de fibra de vidrio contenido en compósitos de polipropileno isotáctico. Esto es debido a la reacción de esterificación entre los grupos OH de la celulosa de la fibra de candelilla y la parte anhídrida del PPgMA lo que causa una reducción en la tensión interfacial y un incremento entre la adhesión interfacial entre el PP y la fibra de candelilla. Hristov y Vasileva [232] estudiaron cambios en la temperatura de transición vítrea de PP debido a la adición de 10% de fibra de madera y 10% de MAPP. Una alta temperatura de transición vítrea fue observada cuando el compatibilizante fue agregado. Esto sugiere que la movilidad molecular se restringe debido a las interacciones covalentes entre MAPP y la superficie lignocelulósica podría explicar el desplazamiento para altas temperaturas. Sin embargo el investigador Tajvidi [224] reporta que MAPP es de bajo peso molecular y tiene un efecto plastificante, el cual podría desplazar la Tg a bajas temperaturas. Por lo tanto es cierto que el compatibilizante ha mejorado la adhesión entre la fibra y el PP pero otros factores tienen la posibilidad de esconder el efecto de la temperatura de transición vítrea por ejemplo la distribución de tamaño de la fibra.



Figura 3.52 Tan δ de los compósitos con el 30% de contenido de fibra y con 2 (ppc) de compatibilizante.

En la siguiente figura (3.53) se observa que al aumentar el contenido de fibra con y sin compatibilizante aumenta el módulo de almacenamiento en comparación con el polipropileno puro.



Figura 3.53 Cambios en los módulos de almacenamiento para todas las muestras.



Figura 3.53 Cambios en los módulos de almacenamiento para todas las muestras.

3.8. Análisis de la distribución de tamaño de partícula

Se realizó el análisis de distribución de partícula de la fibra de candelilla de los diferentes tamaños obtenidos que fueron 106, 75 y 45 μ m con el fin de conocer la uniformidad del tamaño de la partícula. En las Figuras 3.44 y 45 se observan la gráficas de distribución para el tamaño de partícula de 106 μ m, en las Figuras 3.46 y 47 se observan las gráfica para el tamaño de partícula de 75 μ m y en las figuras 3.48 y 49 se observan las gráfica para el tamaño de partícula de 45 μ m antes y después del proceso del molino de bolas respectivamente para cada tamaño. Se realizó el análisis tres veces por cada muestra para una mejor observación en los resultados.



Figura 3.54 Tamaño de partícula de 106µm antes de usar el molino de bolas

En la figura 3.54 se observó que la distribución del tamaño de partícula de 106µm no es homogéneo debido que hay tamaño de partícula tiene un rango de 53 a 96 µm lo cual indica que en el proceso de tamizado es insuficiente para tener una buena distribución del tamaño lo cual afecta en las caracterizaciones de reología, análisis dinámico mecánico y pruebas de impacto.



Figura 3.55 Tamaño de partícula de 106µm después de usar el molino de bolas

En la siguiente figura (3.55) se puede observó que después de usar el molino de bolas para el tamaño de fibra de 106 μ m hay una mayor uniformidad en la distribución y el tamaño de partícula es de 89 μ m lo cual refleja que el tamaño de partícula es más homogéneo gracias al proceso de molienda, además de que a las condiciones de operación fueron las adecuadas.



Figura 3.56 Tamaño de partícula de 75µm antes de usar el molino de bolas

En la figura se observó que la distribución del tamaño de partícula de 75μ m no es homogéneo debido que hay tamaño de partícula tiene un rango de 55 a 77 µm lo cual indica que en el proceso de tamizado es insuficiente para tener una buena distribución del tamaño así como se refleja en el tamaño de fibra de 106 µm antes de usar el molino de bolas.



HORIBA Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer LA-950

Figura 3.57 Tamaño de partícula de 75µm después de usar el molino de bolas

En esta figura se puede observó que después de usar el molino de bolas para el tamaño de fibra de 75 μ m hay una mayor uniformidad en la distribución y el tamaño de partícula es de 76 μ m lo cual refleja que el tamaño de partícula es más homogéneo gracias al proceso de molienda, además de que a las condiciones de operación fueron las adecuadas.



HORIBA Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer LA-950





Figura 3.59 Tamaño de partícula de 75µm después de usar el molino de bolas.

3.9. Pruebas de impacto

Propiedades de impacto. La resistencia al impacto es la medida de la habilidad de un material para absorber energía durante la deformación los cuales a la vez gobiernan su resistencia y durabilidad. (Haque, y otros, 2012). Se realizaron las pruebas de resistencia al impacto de los compósitos de FC/PP con PPgMA fueron procesados por el mezclador interno, estos fueron analizados por el impactómetro Gardner.

3.9.1. Prueba de impacto Gardner

Se realizaron la prueba Gardner a los compósitos de FC/PP con una carga de 20% y 30% fibra con un tamaño de partícula de 75µm con el compatibilizante. (Figura 3.60) se observa que la energía absorbida en el impacto de la muestra disminuye comparado con el PP puro. El valor de energía para el PP puro es de 0.7 Joule y para el compósito de PP20FC75 es de 0.625 J disminuyendo un 19% comparado con el PP puro. Así como para el compósito de PP30FC75 muestra un valor de energía de 0.380 J disminuyendo un 41% comparado con el PP puro siendo el valor más bajo de todos los compósitos. Los resultados muestran una significante disminución en los valores de energía de impacto comparado con el PP.

Al agregar el compatibilizante se puede observar que la energía absorbida en el impacto de la muestra aumenta en comparación con el PP puro. El valor de la energía del compósito de PP20FC75M2 es de 0.82 Joule el cual tiene un incremento del 17% en comparación con el PP puro. Para el compósito de PP30FC75M2 es de 0.85 Joules es de 21.42% en comparación con el PP puro.



Figura 3.60. Resultados de la prueba Gardner.

3.9.2. Pruebas de impacto Izod

Se realizó la prueba a los compósitos de FC/PP con la prueba Izod a diferentes porcentajes de contenido de fibra a 20 y 30% con un tamaño de partícula de la fibra de 75 µm con el PPgMa. En la Figura 3.60 se muestran los resultados de impacto Izod a compósitos de un tamaño de fibra de 75µm donde se muestra un valor de 454.84 J/m para el PP puro. El compósito PP20FC/%muestra el valor más bajo de resistencia al impacto con 260.14 J/m lo que significa que disminuye un 7.5% comparado con el PP puro. Los compósitos PP20FC75M2 y PP30FC75M2 mantienen los valores de impacto más altos comparados con el polipropileno puro. Se observa una pequeña tendencia de incremento en la energía absorbida por el impacto entre los compósitos al incrementar la carga de refuerzo de candelilla el cual es debido a que las fibras cortas disipan la energía máxima por fricción mecánica [225].



Figura 3.61. Resultados de la prueba Izod.

3.9.3. Pruebas tensión- elongación.

Se realizó pruebas de tracción a los compósitos de FC con polipropileno y el compatibilizante, para investigar los efectos en las propiedades mecánicas con respecto a los porcentajes de carga de relleno de fibra de candelilla así como la influencia del tamaño de fibra en el compósito comparado con el PP puro. Se obtuvieron resultados del módulo de Young, porcentaje de deformación y esfuerzo por tensión en el punto de límite elástico. Se realizaron 5 ensayos por cada muestra y una velocidad de 3 mm/min y usando un extensómetro trabajando al 7% de elongación con una celda de carga de 5kN como lo indica la norma ASTM D- 638.

A continuación se presentan un grupo de gráficas (figuras 3.62, 3.63 y 3.64) que muestran las curvas de esfuerzo – deformación, las cuales representan el promedio de cada una de las mezclas de los compósitos preparados en esta tesis.


Figura 3.62 Gráfica de tensión al esfuerzo vs Deformación del PP puro.



Figura 3.63. Gráfica de tensión al esfuerzo vs deformación del compósito del PP30fc75



Figura 3.64. Gráfica de tensión al esfuerzo vs deformación del compósito del PP30FC75M2.

Muestra	Módulo	Resistencia	Deformación	Resistencia	Elongación a	Max.
	de	Tensil	Tensil	Tensil a la	la rotura (%)	resistencia
	Young	(MPA)	(%)	rotura		tensil
	(MPA)			(MPA)		(MPA)
PP	1910.78	29.06	12.80	13.72	596.67	29.06
PP2M	1805.50	30.01	13.36	15.23	505.52	30.01
PP5M	1873.68	27.57	15.28	11.27	601.55	27.67
PP20FC106	2448.11	24.91	5.23	18.17	13.42	24.91
PP20FC75	2162.38	21.29	5.51	15.89	26.61	21.29
PP20FC45	3621.11	30.97	4.29	14.59	13.40	31.49
PP20FC106M2	2868.25	30.44	4.26	26.24	6.58	30.44
PP20FC75M2	6500	32.86	5.20	28.75	8.06	35.60
PP20FC45M2	8177.72	37.66	5.56	30.88	7.43	36.93
PP25FC106	2567.65	20.19	4.05	5.12	12	18.86
<i>PP25FC75</i>	1915.20	23.14	6.36	8.74	27.16	23.14
<i>PP25FC45</i>	1548.79	23.09	5.45	5.21	28.24	23.09
PP25FC106M2	1839.03	26.74	4.35	20.70	5.81	26.74
<i>PP25FC75M2</i>	2383.93	26.09	3.14	24.21	5.90	27.97
PP25FC45M2	3369.49	28.13	4.16	24.70	5.76	28.13
PP30FC106	3711.50	24.78	6.84	17.86	43.52	24.78
PP30F75	2894.32	27.62	4.07	19.47	22.37	27.62
<i>PP30FC45</i>	2222.66	21.90	3.30	13.41	17.19	23.28
PP30FC106M2	1811.21	26.71	2.30	19.24	3.33	26.68
PP30FC75M2	2732.01	29.84	2.87	26.36	4.39	32.08
PP30FC45M2	2875.47	29.98	2.56	25.84	7.45	29.95

Tabla 3.27. Propiedades mecánicas de los compósitos de fibra de candelilla.

• Resultados en el módulo de Young

El módulo de Young es el grado de deformación de un material cuando se aplica una fuerza o un esfuerzo, un módulo alto, experimentará poca deformación y representa la rigidez del material [226].

En la tabla 3.27 se muestra los valores de módulo de Young para los compósitos con el 2% de compatibilizante y sin el con un tamaño de partícula de 106, 75 y 45 μ m. Se mejoró significativamente el módulo de Young de los compósitos al incrementar la fibra de

candelilla comparado con el PP puro. El máximo incremento se presenta en el compósitos de PP20FC45M2 con un valor de 8177.72 MPa lo que representa un 32.7 % de incremento comparado con el PP puro que tiene un módulo de Young de 1910.78Mpa. Este incremento de los compósitos es atribuido al incremento en fracciones de volumen altos de las fibras en los compósitos plásticos [230].

Los compósitos de un tamaño de fibra de 75 µm muestran incrementos del 25% comparado con el PP. No hay una diferencia significativa entre los compósitos de diferente tamaño de fibra en los resultados de Módulo de Young. Todos los compósitos representan un marcado incremento del módulo de Young comparado con el PP puro. Muchos autores reportan incrementos en el módulo de Young como [227] reportaron incrementos de 10% a 60% en los módulos de Young al incrementar el porcentaje de fibra de coco en los compósitos así como también [229] reportaron incrementos marcados de los módulos al incrementar el porcentaje de relleno de la fibra de plátano en los compósitos de PP con y sin compatibilizante El módulo de Young es fuertemente afectado por las características del relleno de la fibra y menos afectado por la adhesión interfacial fibra-matriz.

Resultados de resistencia tensil en el punto de cedencia

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

Se obtuvieron los valores de esfuerzo tensil. En la tabla 3.27 se muestra los valores de esfuerzo máximo de los compósitos a las diferentes concentraciones de refuerzo de fibra de candelilla y para los tres tamaños de partícula de fibra. Se mejoró la resistencia del PP puro hasta un 10%. No hay una influencia significativa en los resultados por el porcentaje de incremento de fibra de candelilla en los compósitos.

Esto puede ser debido a un favorable efecto de entrelazamiento equilibrado de la cadena del polímero con la fibra y oponiéndose a una débil interacción interfacial entre fibra – matriz con el incremento de la fibra en el compósito [227].

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

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

En la tabla 3.27 se muestra los resultados del porcentaje de deformación tensil en el punto de cedencia de los compósitos a diferentes porcentajes de relleno de fibra de candelilla y para los tres tamaños de fibra con y sin el compatibilizante. El porcentaje de deformación tensil en el punto de cedencia de PP es de 12.80%. Mientras que para los compósitos de PP20FC106 el cual tiene un valor de 5.23%, el compósito PP20FC75 tiene un valor de 5.51% y por último el compósito de PP25FC75 tiene un valor de 6.36% en la deformación tensil menores comparados con el PP puro. Se observa que al agregar la mayor cantidad de fibra hay una disminución en la deformación tensil para todos los compósitos de PP30FC106M2 hay una disminución de deformación tensil de un 2.30% el valor más bajo comparado con el PP puro. Esto es debido al área específica de la fibra en la matriz polimérica tiende a desorganizar el libre movimiento normal de las cadenas del polímero [223].

• Resultados de elongación a la rotura.

Es notorio que los compósitos mantienen la propiedad mecánica de esfuerzo tensil a la rotura (Tabla 3.27) comparado con el PP. Autores como [225] reportan disminución de un 15% de esta propiedad mecánica para los compósitos de PP con fibra de bagazo de caña sin compatibilizante al incrementar el porcentaje de relleno de bagazo de caña, lo atribuyen que el incremento de porcentaje de relleno de fibra incrementa el área interfacial empeorando el enlace interfacial ente la fibra y la matriz polimérica. Por otro lado [229] mantuvo el esfuerzo tensil a la rotura de los compósitos de PP con fibra de plátano con el agente de acoplamiento (MAPP) a un 5% de carga atribuyéndolo a que el MAPP mejoro el

enlace interfacial entre la matriz y la fibra. M.M Haque [227] incremento la resistencia a la rotura un 12% a un porcentaje de relleno de 5% de fibra de coco en compósitos de polipropileno con un tratamiento químico en la fibra de coco, sin embargo al incrementar el porcentaje de relleno de fibra la resistencia disminuía gradualmente en comparación del PP puro. Se observa un ligero incremento de esfuerzo tensil haciendo la comparación entre los compósitos con diferente tamaño de fibra de candelilla favoreciendo para compósitos de un tamaño de 75 μ m sin embargo existe una tendencia positiva en los compósitos de un tamaño de 45 μ m al aumentar el porcentaje de relleno de fibra aumentar el esfuerzo tensil a la rotura y en compósitos de 75 μ m mantienen constante resultados al incrementar el porcentaje de relleno de fibra. Sin embargo aumenta el área específica de la fibra en la matriz lo que también aumenta el cambio de orientación de la fibra disminuyendo el enlace interfacial entre ellos [223].

Los resultados de deformación tensil a la rotura presentan una disminución muy ligera con respecto al PP (Tabla 3.27). Los compósitos disminuyen gradualmente al aumentar el porcentaje de relleno de fibra, por el contrario con el compatibilizante presenta una ligero aumento en la deformación tensil a la rotura en comparación con el PP puro. B. Ramaraj [225] reportó mismos porcentajes de disminución de deformación tensil a la rotura sin embargo no mejoro la propiedad de esfuerzo tensil concluyendo que no mejoro la interacción interfacial entre la fibra y matriz. La razón por la cual las matrices reforzadas presentan menor desplazamiento que los termoplásticos sin reforzar puede atribuirse a la presencia de la fibra dentro de la matriz ya que igual que en el caso de la deformación plástica, esta dificulta que ocurran dislocaciones en el termoplástico, sirviendo como barreras que impiden un libre desplazamiento, a diferencia de como ocurre en los polímeros no reforzados. [228]. La deformación a la rotura fue más significativamente marcado en los compósitos de un tamaño de 75µms que en los de un tamaño de 45 µm. Lo que provocan mayores dislocaciones en la matriz impidiendo el libre desplazamiento.

4. Conclusión

El residuo de fibra de candelilla puede ser usado como relleno de refuerzo en las matriz polimérica de PP para formar compósitos el cual reducirá costos y dando beneficios ambientales.

Las futuras investigaciones se enfocaran en otras áreas de concentración como el mejoramiento en las propiedades de los compósitos por la optimización de muchos parámetros tales como el tamaño de fibra, la orientación de la fibra, agentes de acoplamientos apropiados, modificación química de las matrices poliméricas o fibras y la incorporación de otras matrices poliméricas.

Compósitos de polipropileno con relleno de fibra de candelilla.

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

Los resultados de distribución de tamaño de fibra mostraron una uniformidad significante en los tamaños de fibra de 106, 75 y 45 μ m teniendo tamaños desde 45 a 89 μ m afectando en la compatibilidad de la fibra con la matriz polimérica. Las distribución del tamaño de 75 μ m mostro mejor uniformidad al tener partículas de 55 a 77 μ m.

Los resultados de reología presentaron altas viscosidades para los compósitos de un tamaño de 75µm a un porcentaje de refuerzo de 20 y 35 pcr comparados con los otros compósitos, esto significa que hay una buena distribución de la fibra en el compósito ya que al aumentar el porcentaje de refuerzo y el tamaño de la fibra, aumenta el área específica de la fibra así como el esfuerzo cortante provocando una disminución interfacial entre la fibra-matriz.

El efecto del agente de acoplamiento PPgMA en los compósitos se mostró en los resultados de análisis dinámico mecánico (DMA). El incremento del módulo de almacenamiento, así como la disminución de energía en el factor de pérdida mostraron que al añadir el PPgMa mejora la interacción interfacial entre la fibra de candelilla y el polipropileno. Sin embargo para los compósitos con un porcentaje de 20 y 30% de un tamaño de fibra de 75 µm no muestra incrementos en el módulo de almacenamiento y para un porcentaje de 20% del mismo tamaño de fibra tiene el pico tanó más alto que el del PP puro lo que significa que no presenta una buena interacción interfacial entre la fibra y la matriz polimérica.

Se realizó las pruebas de impacto de tipo Gardner e Izod. Los resultados de resistencia al impacto para compósitos procesados por mezclador interno no fueron favorables al disminuir hasta un 41% la resistencia comparado con el PP. Por este método de procesado no se mejoró la interacción interfacial entre la fibra y matriz debido a posibles causas como la relación de alimentación fibra - PP no fue la adecuada debido a no contar con un alimentador de fibra causando una mala distribución de la fibra en el compósito. Por otro lado resultados de resistencia de impacto la mayoría de los compósitos mantuvieron la energía absorbida antes de la fractura comparada con el PP excepto los compósitos de un tamaño de fibra de75 µm a un porcentaje de relleno de 20 y 35 al presentar una disminución del 12% de resistencia de impacto comparado con el PP.

5. Referencias

[1] Karnani R, Krishnan M, Narayan R. Biofiber-reinforced polypropylene composites. Polym Eng Sci 1997;37(2):476–83.

[2] Dong S, Sapieha S, Schreiber HP. Mechanical properties of corona-modified cellulose/polyethylene composites. Polym Eng Sci 1993;33(6):343–6.
[3] Belgacem MN, Bataille P, Sapieha S. Effect of corona modification on the mechanical properties of polypropylene/cellulose composites. J Appl Polym Sci 1994;53(4):379–85.

[4] Bledzki AK, Reihmane S, Gassan J. Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites. J Appl Polym Sci 1996;59(8):1329–36.

[5] Robin JJ, Breton Y. Reinforcement of recycled polyethylene with wood fibers heated. J Reinf Plast Compos 2001;20(14):1253–62.

[6] Mohd Ishak ZA, Aminullah A, Ismail H, Rozman HD. Effect of silane-based coupling agents and acrylic acid based compatibilizers on mechanical properties of oil palm empty fruit bunch filled high density polyethylene composites. J Appl Polym Sci 1998;68:2189 203.

[7] Herrera-Franco PJ, Valadez-Gonzalez A. A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites. Composites B 2005;36:597–608.

[8] Abdemouleh M, Boufi S, Belgacem MN, Dufresne D. Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: effect of silane coupling agents and fibres loading. Compos Sci Technol 2007;67:1627–39.

[9] Singh B, Gupta M, Verma A, Tyagi OS. FT-IR microscopic studies on coupling agents: treated natural fibers. Polym Int 2000;49:1444–51.

[10] Raj RG, Kokta BV, Maldas D, Daneault C. Use of wood fibers in thermoplastics. VII. The effect of coupling agents in polyethylene–wood fiber composites. J Appl Polym Sci 1989;37(4):1089–103.

[11] Maldas D, Kokta BV. Influence of maleic anhydride as a coupling agent on the performance of wood fiber–polystyrene composites. Polym Eng Sci 1991;31(18):1351–7.

[12] Joseph PV, Joseph K, Thomas S. Effect of processing variables on the mechanical properties of sisal-fiber-reinforced polypropylene composites. Compos Sci Technol 1999;59:1625–40.

[13] Cantero G, Arbelaiz A, Llano-Ponte R, Mondragon I. Effects of fibre treatment on wettability and mechanical behavior of flax/polypropylene composites. Compos Sci Technol 2003;63:1247–54.

[14] Arbelaiz A, Fernandez B, Ramos JA, Retegi A, Llano-Ponte R, Mondragon I. Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling. Compos Sci Technol 2005;65:1582–92.

[15] Ray D, Sarkar BK. Characterization of alkali-treated jute fibers for physical and chemical properties. J Appl Polym Sci 2001;80:1013–20.

[16] Sydenstriker THD, Mochnaz S, Amico SC. Pull-out and other evaluations in sisal-reinforced polyester biocomposites. Polym Test 2003;22:375–80.

[17] Mohanty S, Nayak SK. Mechanical and rheological characterization of treated jute– HDPE composites with a different morphology. J Reinf Plast Compos 2006;25(13):1419 39.

[18] Kazayawoko M, Balatinecz JJ, Woodhams RT. Diffuse reflectance Fourier transform infrared spectra of wood fiber treated with maleated polypropylene. J Appl Polym Sci 1997;66:1163–73.

[19] Doan T-T-L, Gao S-L, Mader E. Jute/polypropylene composites I. Effect of matrix modification. Compos Sci Technol 2006;66:952–63.

[20] Mishra S, Misra M, Tripathy SS, Nayak SK, Mohanty AK. Graft copolymerization of acrylonitrile on chemically modified sisal fibers. Macro Mater Eng 2001;286:107–13.

[21] Rana AK, Mandal A, Mitra BC, Jacobson R, Rowell R, Banerjee AN. Short jute fiberreinforced polypropylene composites: effect of compatibilizer. J Appl Polym Sci 1998;69:329–38.

[22] Feng D, Caulfield DF, Sanadi AR. Effect of compatibilizer on the structure– property relationships of kenaf-fiber/polypropylene composites. Polym Compos 2001;22(4):506–17.

[23] Panthapulakkal S, Sain M. Injection-molded short hemp fiber/glass fiber reinforced polypropylene hybrid composites – mechanical, water absorption and thermal properties. J Appl Polym Sci 2007;103:2432–41.

[24] Rozman HD, Tay GS, Kumar RN, Abusamah A, Ismail H, Mohd Ishak ZA. Polypropylene–oil palm empty fruit bunch-glass fibre hybrid composites: a preliminary study on the flexural and tensile properties. Eur Polym J 2001;37:1283–91.

[25] Arbelaiz A, Fernandez B, Cantero G, Llano-Ponte R, Valea A, Mondragon I. Mechanical properties of flax fibre/polypropylene composites. Influence of fibre/matrix modification and glass fibre hybridization. Composites A2005;36:1637–44.

[26] Spinacé MAS, Lambert CS, Fermoselli KKG, De Paoli MA. Characterization of lignocellulosic curaua fibres. Carbohydr Polym 2009;77(1):47–53.

[27] Yao F, Wu Q, Lei Y, Guo W, Xu Y. Thermal decomposition kinetics of natural fibers: activation energy with dynamic thermogravimetric analysis. Polym Degrad Stabil 2008;93(1):90–8.

[28] Yang H, Yan R, Chen H, Lee DH, Zheng C. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. Fuel 2007;86(12–13):1781–8.

[29] Alvarez VA, Vasquez A. Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sial fiber composites. Composites: Part A 2006;37(10):1672–80.

[30] Mwaikambo LY, Ansell MP. Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization. J Appl Polym Sci 2002;84(12):2222–34.

[31] Paiva MC, Ammar I, Campos AR, Cheikh RB, Cunha AM. Alfa fibres: mechanical, morphological and interfacial characterization. Compos Sci Technol 2007;67(6):1132–8.

[32] Sgriccia N, Hawley MC, Misra M. Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. Composites: Part A 2008;39(10):1632–7.

[33] Jonoobi M, Harun J, Shakeri A, Misra M, Oksman K. Chemical composition, crystallinity, and thermal degradation of bleached and unbleached kenaf bast (Hibiscus cannabinus) pulp and nanofibers. BioResources 2009;4(2):626–39.

[34] Cyras VP, Vallo C, Kenny JM, Vasquez A. Effect of chemical treatment on the mechanical properties of starch-based blends reinforced with sisal fibre. J Compos Mater 2004;38(16):1387–99.

[35] Liu D, Han G, Huang JH, Zhang Y. Composition and structure study of natural Nelumbo nucifera fiber. Carbohydr Polym 2009;75(1):39–43.

[36] Li Y, Pickering KL. The effect of chelator and white rot fungi treatments on long hemp fibre-reinforced composites. Composites Science and Technology 2009;69:1265–70.

[37] Li Y, Pickering KL. Hemp fibre reinforced composites using chelator and enzyme treatments. Composites Science and Technology 2008;68:3293–8.

[38] Li Y, Pickering KL, Farrell RL. Determination of interfacial shear strength of white rot fungi treated hemp fibre reinforced polypropylene. Composites Science and Technology 2009;69:1165–71.

[39] Bourmaud A, Baley C. Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling. Polymer Degradation and Stability 2009;94:297–305.

[40] Santulli C, Caruso AP. Effect of fibre architecture on the falling weight impact properties of hemp/epoxy composite. Journal of Biobased Materials and Bioenergy 2009;3:291–7.

[41] Cicala G, Cristaldi G, Recca G, Ziegmann G, El-Sabbagh A, Dickert M. Properties and performances of various hybrid glass/natural fibre composites for curved pipes. Materials and Design 2009;30:2538–42.

[42] Scarponi C, Pizzinelli CS, Sanchez-Saez S, Barbero E. Impact load behavior of resin transfer molding (RTM) hemp fibre composite laminates. Journal of Biobased Materials and Bioenergy 2009;3:298–310.

[43] Eichhorn SJ, Young RJ. Composite micromechanics of hemp fibres and epoxy resin microdroplets. Composites Science and Technology 2004;64:767–72.

[44] Haq M, Burgueno R, Mohanty AK, Misra M. Hybrid bio-based composites from blends of unsaturated polyester and soybean oil reinforced with nanoclay and natural fibers. Composites Science and Technology 2008;68:3344–51.

[45] Hepworth DG, Hobson RN, Bruce DM, Farrent JW. The use of unretted hemp fibre in composite manufacture. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2000;31:1279–83.

[46] Kunanopparat T, Menut P, Morel MH, Guilbert S. Plasticized wheat gluten reinforcement with natural fibers: effect of thermal treatment on the fiber/matrix adhesion. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2008;39:1787–92.

[47] Kunanopparat T, Menut P, Morel MH, Guilbert S. Reinforcement of plasticized wheat gluten with natural fibers: from mechanical improvement to deplasticizing effect. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2008;39:777–85.

[48] Ray D, Sarkar BK, Das S, Rana AK. Dynamic mechanical and thermal analysis of vinylester–resin–matrix composites reinforced with untreated and alkali-treated jute fibres. Composites Science and Technology 2002;62:911–7.

[49] Ray D, Sarkar BK, Bose NR. Impact fatigue behaviour of vinylester resin matrix composites reinforced with alkali treated jute fibres. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2002;33:233–41.

[50] Sarkar BK, Ray D. Effect of the defect concentration on the impact fatigue endurance of untreated and alkali treated jute–vinylester composites under normal and liquid nitrogen atmosphere. Composites Science and Technology 2004;64:2213–9.

[51] Mohanty AK, Khan MA, Hinrichsen G. Surface modification of jute and its influence on performance of biodegradable jutefabric/ biopol composites. Composites Science and Technology 2000;60:1115–24.

[52] Joseph K, Carvalho LH. Jute/cotton woven fabric reinforced polyester composites: effect of hybridization. In: Mattoso LH, Leao A, Frollini E, editors. Natural polymers and composites conference proceedings. 2000. p. 454–9.

[53] Doan TTL, Gao SL, Mader E. Jute/polypropylene composites: I. Effect of matrix modification. Composites Science and Technology 2006;66:952–63.

[54] Haydaruzzaman, Khan RA, Khan MA, Khan AH, Hossain MA. Effect of gamma radiation on the performance of jute fabrics-reinforced polypropylene composites. Radiation Physics and Chemistry 2009;78:986–93.

[55] Acha BA, Reboredo MM, Marcovich NE. Creep and dynamic mechanical behavior of PP–jute composites: effect of the interfacial adhesion. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2007;38:1507–16.

[56] Wang X, Cui Y, Xu Q, Xie B, Li W. Effects of alkali and silane treatment on the mechanical properties of jute-fiber-reinforced recycled polypropylene composites. Journal of Vinyl and Additive Technology 2010;16:183–8.

[57] Hong CK, Hwang I, Kim N, Park DH, Hwang BS, Nah C. Mechanical properties of silanized jute–polypropylene composites. Journal of Industrial and Engineering Chemistry 2008;14:71–6.

[58] Zaman HU, Khan RA, Haque M, Khan MA, Khan A, Huq T, Noor N, Rahman M, Rahman KM, Huq D, Ahmad MA. Preparation and mechanical characterization of jute reinforced polypropylene/ natural rubber composite. Journal of Reinforced Plastics and Composites 2010;29:3064–5.

[59] Sarkar S, Adhikari B. Jute felt composites from lignin modified phenolic resin. Polymer Composites 2001;22:518–27.

[60] Sampath A, Martin GC. Enhancement of natural fiber–epoxy interaction using bifunctional surface modifiers. In: SPE conference. ANTEC 2000: plastics the magical solution. Boca Raton, FL: CRC Press; 2000. p. 2274–8.

[61] Samal RK, Acharya S, Mohanty M, Ray MC. FTIR spectra and physico-chemical behavior of vinyl ester participated transesterification and curing of jute. Journal of Applied Polymer Science 2001;79:575–81.

[62] Dwivedi UK, Chand N. Influence of fibre orientation on friction and sliding wear behaviour of jute fibre reinforced polyester composite. Applied Composite Materials 2009;16:93–100.

[63] Singh B, Gupta M, Verma A. The durability of jute fibrereinforced phenolic composites. Composites Science and Technology 2000;60:581–9.

[64] Alves C, Ferrao PMC, Silva AJ, Reis LG, Freitas M, Rodrigues LB, Alves DE. Ecodesign of automotive components making use of natural jute fiber composites. Journal of Cleaner Production 2009;1:1–15.

[65] Mir A, Zitoune R, Collombet F, Bezzazi B. Study of mechanical and thermomechanical properties of jute/epoxy composite laminate. Journal of Reinforced Plastics and Composites 2010;29:1669–80.

[66] Sarikanat M. The influence of oligomeric siloxane concentration on the mechanical behaviors of alkalized jute/modified epoxy composites. Journal of Reinforced Plastics and Composites 2010;29:807–17.

[67] Fraga AN, Frullloni E, de la Osa O, Kenny JM, Vazquez A. Relationship between water absorption and dielectric behaviour of natural fibre composite materials. Polymer Testing 2006;25:181–7.

[68] Sabeel Ahmed K, Vijayarangan S, Naidu ACB. Elastic properties, notched strength and fracture criterion in untreated woven jute–glass fabric reinforced polyester hybrid composites. Materials and Design 2007;28:2287–94.

[69] Santulli C. Post-impact damage characterisation on natural fibre reinforced composites using acoustic emission. NDT and E International 2001;34:531–6.

[70] Dash BN, Rana A, Mishra HK, Nayak SK, Tripathy SS. Novel low-cost jute–polyester composites. III. Weathering and thermal behavior. Journal of Applied Polymer Science 2000;78:1671–9.

[71] Sever K, Sarikanat M, Seki Y, Erkan G, Erdogan UH. The Mechanical properties of cmethacryloxypropyltrimethoxy silanetreated jute/polyester composites. Journal of Composite Materials 2010;44:1913–24.

[72] Du Y, Zhang J, Xue Y, Lacy Jr TE, Toghiani H, Horstemeyer MF, Pittman Jr CU. Kenaf bast fiber bundle-reinforced unsaturated polyester composites. III: Statistical strength characteristics and cost–performance analyses. Forest Products Journal 2010;60:514–21.

[73] Mirbagheri J, Tajvidi M, Hermanson JC, Ghasemi I. Tensile properties of wood flour/kenaf fiber polypropylene hybrid composites. Journal of Applied Polymer Science 2007;105:3054–9.

[74] Kim SW, Oh S, Lee K. Variation of mechanical and thermal properties of the thermoplastics reinforced with natural fibers by electron beam processing. Radiation Physics and Chemistry 2007;76:1711–4.

[75] Bullions TA, Hoffman D, Gillespie RA, Brien JPO, Loos AC. Contributions of feather fibers and various cellulose fibers to the mechanical properties of polypropylene matrix composites. Composites Science and Technology 2006;66:102–14.

[76] Aziz SH, Ansell MP, Clarke SJ, Panteny SR. Modified polyester resins for natural fibre composites. Composites Science and Technology 2005;65:525–35.

[77] Bonnia NN, Ahmad SH, Zainol I, Mamun AA, Beg MDH, Bledzki AK Mechanical properties and environmental stress cracking resistance of rubber toughened polyester/kenaf composite. eXPRESS Polymer Letters 2010;4:55–61.

[78] Suppakarn N, Jarukumjorn K. Mechanical properties and flammability of sisal/PP composites: effect of flame retardant type and content. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2009;40:613–8.

[79] Joseph PV, Rabello MS, Mattoso LHC, Joseph K, Thomas S. Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. Composites Science and Technology 2002;62:1357–72.

[80] Dwivedi UK, Chand N. Influence of MA-g-PP on abrasive wear behaviour of chopped sisal fibre reinforced polypropylene composites. Journal of Materials Processing Technology 2009;209: 5371–5.

[81] PInacio WP, Lopes FPD. N. Charpy toughness behavior of continuous sisal fiber reinforced polyester matrix composites. In: TMS annual meeting. 2010. p. 151–8.

[82] Zhang MQ, Rong MZ, Lu X. Fully biodegradable natural fiber composites from renewable resources: all-plant fiber composites. Composites Science and Technology 2005;65:2514–25.

[83] Athijayamani A, Thiruchitrambalam M, Natarajan U, Pazhanivel B. Effect of moisture absorption on the mechanical properties of randomly oriented natural fibers/polyester hybrid composite. Materials Science and Engineering A 2009;517:344–53.

[84] Sangthong S, Pongprayoon T, Yanumet N. Mechanical property improvement of unsaturated polyester composite reinforced with admicellar-treated sisal fibers. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2009;40:687–94.

[85] Megiatto JrJD, Silva CG, Rosa DS, Frollini E. Sisal chemically modified with lignins: correlation between fibers and phenolic composites properties. Polymer Degradation and Stability 2008;93:1109–21.

[86] Megiatto JrJD, Ramires EC, Frollini E. Phenolic matrices and sisal fibers modified with hydroxy terminated polybutadiene rubber: impact strength, water absorption, and morphological aspects of thermosets and composites. Industrial Crops and Products 2010;31:178–84.

[87] Megiatto JrJD, Silva CG, Ramires EC, Frollini E. Thermoset matrix reinforced with sisal fibers: effect of the cure cycle on the properties of the biobased composite. Polymer Testing 2009;28:793–800.

[88] Ramires EC, Megiatto JrJD, Gardrat C, Castellan A, Frollini E. Biobased composites from glyoxal-phenolic resins and sisal fibers. Bioresource Technology 2010;101:1998–2006.

[89] Athijayamani A, Thiruchitrambalam M, Natarajan U, Pazhanivel B. Influence of alkali-treated fibers on the mechanical properties and machinability of roselle and sisal fiber hybrid polyester composite. Polymer Composites 2010;31:723–31.

[90] Chand N, Jain D. Effect of sisal fibre orientation on electrical properties of sisal fibre reinforced epoxy composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2005;36:594–602.

[91] Meddahi A, Ait Tahar K, Bibi M. Studies of sisal fiber-containing composites. Journal of Natural Fibers 2008;5:36–46

[92] Silva FA, Mobasher B, Filho RDT. Cracking mechanisms in durable sisal fiber reinforced cement composites. Cement and Concrete Composites 2009;31:721–30.

[93] Tonoli GHD, Santos SF, Joaquim AP, Savastano Jr H. Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. Construction and Building Materials 2010;24:193–201.

[94] Towo AN, Ansell MP. Fatigue of sisal fibre reinforced composites: constant-life diagrams and hysteresis loop capture. Composites Science and Technology 2008;68:915–24.

[95] Towo AN, Ansell MP. Fatigue evaluation and dynamic mechanical thermal analysis of sisal fibre-thermosetting resin composites. Composites Science and Technology 2008;68:925–32.

[96] Wongsorat W, Suppakarn N, Jarukumjorn K. Mechanical properties, morphological properties, and cure characteristics of sisal fiber/natural rubber composites: effects of fiber and compatibilizer content. Advances in Materials Research 2010;123–125:1171–4.

[97] Jacob M, Thomas S, Varughese KT. Biodegradability and aging studies of hybrid biofiber reinforced natural rubber biocompositessisal/ oil palm. Journal of Biobased Materials and Bioenergy 2007;1:118–26.

[98] Zhong JB, Lv J, Wei C. Mechanical properties of sisal fibre reinforced urea formaldehyde resin composites. EXPRESS Polymer Letters 2007;1:681–7.

[99] Peres de Paula M, Lacerda TM, Frollini E. Sisal cellulose acetates obtained from heterogeneous reactions. eXPRESS Polymer Letters 2008;2:423–8.

[100] Bakare IO, Okieimen FE, Pavithran C, Abdul Khalil HPS, Brahmakumar M. Mechanical and thermal properties of sisal fiber-reinforced rubber seed oil-based polyurethane composites. Materials and Design 2010;31:4274–80.

[101] Favaro SL, Ganzerli TA, de Carvalho Neto AGV, da Silva ORRF, Radovanovic E. Chemical, morphological and mechanical analysis of sisal fiber-reinforced recycled high-density polyethylene composites.EXPRESS Polymer Letters 2010;4:465–73.

[102] Bledzki AK, Faruk O, Mamun AA. Influence of compounding processes and fibre length on the mechanical properties of abaca fibre–polypropylene composites. Polimery 2008;53:35–40.

[103] Bledzki AK, Mamun AA, Faruk O. Abaca fibre reinforced PP composites and comparison with jute and flax fibre PP composites. EXPRESS Polymer Letters 2007;1:755–62.

[104] Pothan LA, Thomas S, Groeninckx G. The role of fibre/matrix interactions on the dynamic mechanical properties of chemically modified banana fibre/polyester composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2006;37:1260–9.

[105] Pothan LA, Oommen Z, Thomas S. Dynamic mechanical analysis of banana fiber reinforced polyester composites. Composites Science and Technology 2003;63:283–93.

[106] Savastano Jr H, Santos SF, Radonjic M, Sobovejo WO. Fracture and fatigue of natural fiber-reinforced cementitious composites. Cement and Concrete Composites 2009;31:232–43.

[107] El-Meligy MG, Mohamed SH, Mahani RM. Study mechanical, swelling and dielectric properties of prehydrolysed banana fiber–waste polyurethane foam composites. Carbohydrate Polymers 2010;80:366–72.

[108] Teramoto N, Urata K, Ozawa K, Shibata M. Biodegradation of aliphatic polyester composites reinforced by abaca fiber. Polymer Degradation and Stability 2004;86:401–9.

[109] Paul SA, Boudenne A, Ibos L, Candau Y, Joseph K, Thomas S. Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2008;39:1582–8.

[110] El-Meligy MG, El-Zawawy WK, Ibrahim MM. Lignocellulosic composite. Polymers for Advanced Technologies 2004;15:738–45.

[111] Ibrahim MM, Dufresne A, El-Zawawy WK, Agblevor FA. Bananafibers and microfibrils as lignocellulosic reinforecements in polymer composites. Carbohydrate Polymers 2010;81:811–9.

[112] Gohil PP, Shaikh AA. Experimental evaluation for mechanical property of unidirectional banana reinforced polyester composites. Advances in Materials Research 2010;123–125: 1147–50.

[113] Sathasivam K, Haris MRHM, Noorsal K. The preparation and characterization of esterified banana trunk fibers/poly(vinyl alcohol) blend film. Polymer – Plastics Technology and Engineering 2010;49:1378–84.

[114] Threepopnatkul P, Kaerkitcha N, Athipongarporn N. Polycarbonate with pineapple leaf fiber to produce functional composites. Advances in Materials Research 2008;47–50:674–7.

[115] Mangal R, Saxena NS, Sreekala MS, Thomas S, Singh K. Thermal properties of pineapple leaf fiber reinforced composites. Materials Science and Engineering A 2003;339:281–5.

[116] Mishra S, Mishra M, Tripathy SS, Nayak SK, Mohanty AK. Potentiality of pineapple leaf fibre as reinforcement in PALF–polyester composite: surface modification and mechanical performance. Journal of Reinforced Plastics and Composites 2001;20:321–34.

[117] Arib RMN, Sapuan SM, Ahmad MMHM, Paridah MT, Khairul Zaman HMD. Mechanical properties of pineapple leaf fibre reinforced polypropylene composites. Materials and Design 2006;27:391–6.

[118] Lopattananon N, Panawarangkul K, Sahakaro K, Ellis B. Performance of pineapple leaf fiber–natural rubber composites: the effect of fiber surface treatments. Journal of Applied Polymer Science 2006;102:1974–84.

[119] Li-Ping H, Yong T, Lu-Lin W. Study on ramie fiber reinforced polypropylene composites (RF-PP) and its mechanical properties. Advances in Materials Research 2008;41–42:313–6.

[120] Xu H, Wang L, Teng C, Yu M. Biodegradable composites: ramie fiber reinforced PLLA–PCL composite prepared by in situ polymerization process. Polymer Bulletin 2008;61:663–70.

[121] Marsyahyo E, Jamasri, Rochardjo HSB, Soekrisno. Preliminary investigation on bulletproof panels made from ramie fiber reinforced composites for NIJ Level II, IIA, and IV. Journal of Indian Textile 2009;39:13–26.

[122] Lei W, Lei WG, Ren C. Effect of volume fraction of ramie cloth on physical and mechanical properties of ramie cloth/UP resin composite. Transactions of Nonferrous Metals Society of China 2006;16:474–7.

[123] Paiva Junior CZ, de Carvalho LH, Fonseca VM, Monteiro SN, d'Almeida JRM. Analysis of the tensile strength of polyester/hybrid ramie–cotton fabric composites. Polymer Testing 2004;23:131–5.

[124] Mussig J. Cotton fibre-reinforced thermosets versus ramie composites: a comparative study using petrochemical- and agro-based resins. Journal of Polymers and the Environment 2008;16:94–102.

[125] Lodha P, Netravali AN. Characterization of stearic acid modified soy protein isolate resin and ramie fiber reinforced green composites. Composites Science and Technology 2005;65:1211–25.

[126] Kumar R, Zhang L. Aligned ramie fiber reinforced arylated soy protein composites with improved properties. Composites Science and Technology 2009;69:555–60.

[127] Kishi H, Fujita A. Wood-based epoxy resins and the ramie fiber reinforced composites. Environmental Engineering and Management Journal 2008;7:517–23.

[128] Long CG, He LP, Zhong ZH, Chen SG. Studies on the polypropylene composites reinforced by ramie fiber and K2Ti6O13 whisker. Research Letters in Materials Science 2007;2007:1–4.

[129] Wie W, Gu H. Characterisation and utilization of natural coconut fibres composites. Materials and Design 2009;30:2741–4.

[130] Geethamma VG, Kalaprasad G, Groeninckx G, Thomas S. Dynamic mechanical behavior of short coir fiber reinforced natural rubber composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2005;36:1499–506.

[131] Filho RDT, Scrivener K, England GL, Ghavami K. Durability of alkalisensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites. Cement and Concrete Composites 2000;22:127–43.

[132] Santafe Jr HPG, Da Costa LL, Rodriguez RJS, Lopes FPD, Monteiro SN. Mechanical behavior of epoxy composites reinforced with acetylation-treated coir fibers. In: TMS annual meeting. 2010. p.335–42.

[133] Haque M, Hasan M, Islam M, Ali M. Physico-mechanical properties of chemically treated palm and coir fiber reinforced polypropylene composites. Bioresource Technology 2009;100:4903–6.

[134] Islam MN, Rahman MR, Haque MM, Huque MM. Physicomechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2010;41:192–8.

[135] Bledzki AK, Mamun AA, Volk J. Barley husk and coconut shell reinforced polypropylene composites: the effect of fibre physical, chemical and surface properties. Composites Science and Technology 2010;70:840–6.

[136] Okubo K, Fujii T, Yamamoto Y. Development of bamboo-based polymer composites and their mechanical properties. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2004;35:377–83.

[137] Shih YF. Mechanical and thermal properties of waste water bamboo husk fiber reinforced epoxy composites. Materials Science and Engineering A 2007;445–446:289–95.

[138] Ismail H, Edyham MR, Wirjosentono B. Bamboo fibre filled natural rubber composites: the effects of filler loading and bonding agent. Polymer Testing 2002;21:139-44.

[139] Ismail H, Shuhelmy S, Edyham MR. The effects of a silane coupling agent on curing characteristics and mechanical properties of bamboo fibre filled natural rubber composites. European Polymer Journal 2002;38:39–47.

[140] Liu H, Huang Y, Yuan L, He P, Cai Z, Shen Y, Xu Y, Yu Y, Xiong H. Isothermal crystallization kinetics of modified bamboo cellulose/ PCL composites. Carbohydrate Polymers 2010;79:513–9.

[141] Thwe MM, Liao K. Effects of environmental aging on the mechanical properties of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2002;33:43–52.

[142] Biswas S, Satapathy A, Patnaik A. Effect of ceramic fillers on mechanical properties of bamboo fiber reinforced epoxy composites: a comparative study. Advances in Materials Research 2010;123–125:1031–4.

[143] Ismail H, Nizam JM, Khalil HPSA. White rice husk ash filled natural rubber/linear low density polyethylene blends. International Journal of Polymeric Materials 2001;48:461–75.

[144] Siriwardena S, Ismail H, Ishiaku US. White rice husk ash filled ethylene–propylene– diene terpolymer/polypropylene blends: effect of dynamic vulcanization and filler loading. Polymer – Plastics Technology and Engineering 2001;40:519–38.

[145] Ismail H, Mega L. Effects of compatibilizer and a silane coupling agent on the mechanical properties of white rice husk ash filled polypropylene/natural rubber blend. Polymer – Plastics Technology and Engineering 2001;40:463–78.

[146] Ishak ZAM, Yow BN, Ng BL, Khalil HPSA, Rozman HD. Hygrothermal aging and tensile behavior of injection-molded rice husk-filled polypropylene composites. Journal of Applied Polymer Science 2001;81:742–53.

[147] Ismail H, Hong HB, Ping CY, Khalil HPSA. Polypropylene/silica/rice husk ash hybrid composites: a study on the mechanical, water absorption and morphological properties. Journal of Thermoplastic Composite Materials 2003;16:121–37.

[148] Zhao Q, Zhang B, Quan H, Yam RCM, Yuen RKK, Li RKY. Flame retardancy of rice husk-filled high-density polyethylene ecocomposites. Composites Science and Technology 2009;69:2675–81.

[149] Kumar V, Sinha S, Saini MS, Kanungo BK, Biswas P. Rice husk as reinforcing filler in polypropylene composites. Reviews in Chemical Engineering 2010;26:41–53.

[150] Kim HS, Yang HS, Kim HJ, Park HJ. Thermogravimetric analysis of rice husk flour filled thermoplastic polymer composites. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 2004;76:395–404.

[151] Panthapulakkal S, Law S, Sain M. Enhancement of processability of rice husk filled high-density polyethylene composite profiles. Journal of Thermoplastic Composite Materials 2005;18:445–58.

[152] Rozman HD, Ang LG, Tay GS, Abubakar A. The mechanical properties of rice husk-polyurethane composites. Polymer – Plastics Technology and Engineering 2003;42:327–43.

[153] Pramanick A, Sain M. Nonlinear viscoelastic creep characterization of HDPE–rice husk composites. Polymers and Polymer Composites 2005;13:581–98.

[154] Rahman WAWA, Isa NM, Rahmat AR, Adenan N, Ali RR. Rice husk/high density polyethylene bio-composite: effect of rice husk filler size and composition on injection moulding processability with respect to impact property. Advances in Materials Research 2010;83–86:367–74.

[155] Kim J, Kwak BS, Kang M. TiO2/carbon composites prepared from rice husk and the removal of bisphenol A in photocatalytic liquid system. Bulletin of the Korean Chemical Society 2010;31:344–50.

[156] Nascimento GC, Cechinel DM, Piletti R, Mendes E, Paula MMS, Riella HG, Fiori MA. Effect of different concentrations and sizes of particles of rice husk ash – RHS in the mechanical properties of polypropylene. Materials Science Forum 2010;660–661:23–8.

[157] Czel G, Kanyok Z. MAgPP an effective coupling agent in rice husk flour filled polypropylene composites. Materials Science Forum 2007;537–538:137–44.

[158] Rozman HD, Musa L, Abubakar A. The mechanical and dimensional properties of rice husk-unsaturated polyester composites. Polymer – Plastics Technology and Engineering 2005;44:489–500.

[159] Kumagai S, Sasaki J. Carbon/silica composite fabricated from rice husk by means of binderless hot-pressing. Bioresource Technology 2009;100:3308–15.

[160] Sreekala MS, Kumaran MG, Thomas S. Stress relaxation behavior in oil palm fibres. Materials Letters 2001;50:263–73.

[161] Agarwal R, Saxena NS, Sharma KB, Thomas S, Sreekala MS. Effect of different treatments on the thermal behavior of reinforced phenol–formaldehyde polymer composites. Journal of Applied Polymer Science 2000;78:603–8.

[162] Abu Bakar A, Hassan A, Yusof AFM. Effect of oil palm empty fruit bunch and acrylic impact modifier on mechanical properties and processability of unplasticized poly(vinyl chloride) composites. Polymer – Plastics Technology and Engineering 2005;44:1125–37.

[163] AbuBakar A, Hassan A, Yusof AFM. The effect of oil extraction of the oil palm empty fruit bunch on the processability, impact, and flexural properties of PVC-U composites. International Journal of Polymeric Materials 2006;55:627–41.

[164] Rozman HD, Tay GS, Kumar RN, Abusainah A, Ismail H, Ishak ZAM. Effect of oil extraction of the oil palm empty fruit bunch on the mechanical properties of polypropylene – oil palm empty fruit bunch-glass fibre hybrid composites. Polymer – Plastics Technology and Engineering 2001;40:103–15.

[165] Suradi SS, Yunus RM, Beg MDH, Rivai M, Yusof ZAM. Oil palm bio-fiber reinforced thermoplastic composites – effects of matrix modification on mechanical and thermal properties. Journal Applied Science 2010;10:3271–6.

[166] Khalid M, Ratnam CT, Chuah TG, Ali S, Choong TSY. Comparative study of polypropylene composites reinforced with oil palm empty fruit bunch fiber and oil palm derived cellulose. Materials and Design 2008;29:173–8.

[167] Abdul Khalil HPS, Issam AM, Ahmad Shakri MT, Suriani R, Awang AY. Conventional agro-composites from chemically modified fibres. Industrial Crops and Products 2007;26:315–23.

[168] Kaddami H, Dufresne A, Khelifi B, Bendahou A, Taourirte M, Raihane M, Issartel N, Sautereau H, Gerard JF, Sami N. Short palm tree fibers – thermoset matrices composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2006;37:1413–22.

[169] Ben Amor I, Rekik H, Kaddami H, Raihane M, Arous M, Kallel A. Studies of dielectric relaxation in natural fiber–polymer composites. Journal of Electrostatics 2009;67:717–22.

[170] Ben Amor I, Rekik H, Kaddami H, Raihane M, Arous M, Kallel A. Effect of palm tree fiber orientation on electrical properties of palm tree fiber-reinforced polyester composites. Journal of Composite 2010;44:1553–68.

[171] Luz SM, Goncalves AR, Del'Arco Jr AP. Mechanical behavior and microstructural analysis of sugarcane bagasse fibers reinforced polypropylene composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2007;38:1455–61.

[172] Bilba K, Arsene MA, Ouensanga A. Sugar cane bagasse fibre reinforced cement composites. Part I. Influence of the botanical components of bagasse on the setting of bagasse/cement composite. Cement and Concrete Composites 2003;25:91–6.

[173] Hodzic A, Coakley R, Curro R, Berndt CC, Shanks RA. Design and optimization of biopolyester bagasse fiber composites. Journal of Biobased Materials and Bioenergy 2007;1:46–55.

[174] El-Tayeb NSM. A study on the potential of sugarcane fibers/polyester composite for tribological applications. Wear 2008;265:223–35.

[175] Xu Y, Wu Q, Lei Y, Yao F. Creep behavior of bagasse fiber reinforced polymer composites. Bioresource Technology 2010;101:3280–6.

[176] El-Sayed Abdo A, Ali MAM, Ismail MR. Natural fibre high-density polyethylene and lead oxide composites for radiation shielding. Radiation Physics and Chemistry 2003;66:185–95.

[177] Stael GC, D'Almeida JRM, Tavares MIB. A solid state NMR carbon- 13 high resolution study of natural fiber from sugar cane and their composites with EVA. Polymer Testing 2000;19:251–9.

[178] Bilba K, Arsene MA. Silane treatment of bagasse fiber for reinforcement of cementitious composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2008;39:1488–95.

[179] Mileo PC, de Oliveira MF, Luz SM, Rocha GJM, Goncalves AR. Evaluation of castor oil polyurethane reinforced with lignin and cellulose from sugarcane straw. Advances in Materials Research 2010;123–125:1143–6.

[180] Nadali E, Karimi A, Tajvidi M, Naghdi R. Natural durability of a bagasse fiber/polypropylene composite exposed to rainbow fungus (Coriolus versicolor). Journal of Reinforced Plastics and Composites 2010;29:1028–37.

[181] Luz SM, Caldeira-Pires A, Ferrao PMC. Environmental benefits of substituting talc by sugarcane bagasse fibers as reinforcement in polypropylene composites: ecodesign and LCA as strategy for automotive components. Resources, Conservation and Recycling 2010;54:1135–44.

[182] Hattallia S, Benaboura A, Ham-Pichavant F, Nourmamode A, Castellan A. Adding value to alfa grass (Stipa tenacissima L.) soda lignin as phenolic resins. 1. Lignin characterization. Polymer Degradation and Stability 2002;76:259–64.

[183] Hoareau W, Trindade WG, Siegmund B, Castellan A, Frollini E. Sugar cane bagasse and curaua lignins oxidized by chlorine dioxide and reacted with furfuryl alcohol: characterization and stability. Polymer Degradation and Stability 2004;86:567–657.

[184] Marti-Ferrer F, Vilaplana F, Ribes-Greus A, Benedito-Borras A, Sanz- Box C. Flour rice husk as filler in block copolymer polypropylene: effect of different coupling agents. Journal of Applied Polymer Science 2006;99:1823–31.

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

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

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

[188] Lonkensgard, E., Industria del Plástico, Editorial Editorial Cengage, 1999.

[189] Gámez, P., J., Relación estructura-propiedades en placas y láminas de polipropileno y copolímeros en bloque etileno-propileno obtenidas por diferentes procesos de transformación, Tesis Doctoral, UPC, 2007.

[190] Macauley, N., J., Harkin-Jones, E., M, A., Murphy, W., R., The influence of extrusion parameters on the mechanical properties of polypropylene sheet. Polymer Engineering and Science, 38(4), 662-673, 1998.

[191] Peter Johannes Bingsberg, β -modification of isotactic polypropylene: preparation, structure, processing, properties and application, Journal of Macromolecular Science, Part B-Physics, Vol. 41 Nos. 4-6, (2002) 1121-1171

[192] Navarro, P., F., Estudio de la inducción de fase beta en polipropileno isostático con extrusor monohusillo, Tesis de Maestría, Instituto Tecnológico de Cd. Madero Tamaulipas, 2010.

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

[194] Yang H, Yan R, Chen H, Lee DH, Zheng C. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. Fuel 2007;86(12–13):1781–8.

[195] Alvarez VA, Vasquez A. Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sial fiber composites. Composites: Part A 2006;37(10):1672–80.

[196] Mwaikambo LY, Ansell MP. Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization. J Appl Polym Sci 2002;84(12):2222–34.

[197] Paiva MC, Ammar I, Campos AR, Cheikh RB, Cunha AM. Alfa fibres: mechanical, morphological and interfacial characterization. Compos Sci Technol 2007;67(6):1132–8.

[198] Sgriccia N, Hawley MC, Misra M. Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. Composites: Part A 2008;39(10):1632–7.

[199] Jonoobi M, Harun J, Shakeri A, Misra M, Oksman K. Chemical composition, crystallinity, and thermal degradation of bleached and unbleached kenaf bast (Hibiscus cannabinus) pulp and nanofibers. BioResources 2009;4(2):626–39.

[200] Cyras VP, Vallo C, Kenny JM, Vasquez A. Effect of chemical treatment on the mechanical properties of starch-based blends reinforced with sisal fibre. J Compos Mater 2004;38(16):1387–99.

[201] Liu D, Han G, Huang JH, Zhang Y. Composition and structure study of natural Nelumbo nucifera fiber. Carbohydr Polym 2009;75(1):39–43.

[202] Silva FA, Chawla N, Toledo Filho RD. Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers. Compos Sci Technol 2008;68(15–16):3438–43.

[203] Baley C. Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. Composites: Part A 2002;33(7):939–48

[204] Malainine ME, Mahrouz M, Dufresne A. Lignocellulosic flour from cladodes of opuntia ficus-indica reinforced polypropylene composites. Marcromol Mater Eng 2004;289:855–63.

[205] Marcovich NE, Reboredo MM, Arangurn MI. Modified woodflour as thermoset fillers: II. Thermal degradation of woodflours and composites. Thermochim Acta 2001;372:45–57.

[206] Muller, M.A,Kiyohara, P.K, Joékes, I., 2002. Scanning electron microscopy study of raw and vhemically modified sisal fibers. J.Appl.Polym.Sci.94,2333-2430.

[207] Oisullivan, A.C., 1997. Cellulose: the structure slowly unravels.cellulose 4, 173-203.

[208] Reddy.N.,Yang, Y.,2005 Biofibers from agricultural byproducts for industrial applications.Trends Biotechnol 23,22-27.

[209] Saikia D. Study on the thermophysical properties of some plant fibres. In: Proceedings of the seventeenth European conference on thermophysical properties. Bratislava, Slovak Republic; 5–8 September 2005.

[210] Ganan P, Garbizu S, Ponte RL, Mondragon I. Surface modification of sisal fibers: effects on the mechanical and thermal properties of their epoxy composites. Polym Compos 2005;26(2):121–7.

[211] Albano C, Gonzalez J, Ichazo M, Kaiser D. Thermal stability of blends of polyolefins and sisal fiber. Polym Degrad Stabil 1999;66(2):179–90.

[212] Liu W, Mohanty AK, Drzal LT, Askel P, Misra M. Effects of alkali treatment on the structure, morphology and thermal properties of native grass fibers as reinforcements for polymer matrix composites. J Mater Sci 2004;39(3):1051–4.

[213] Arbelaiz A, Fernandez B, Ramos JA, Mondragon I. Thermal and crystallization studies of short flax fibre reinforced polypropylene matrix composites: effect of treatments. Thermochim Acta 2006;440(2):111–21.

[214] Wielage B, Lampke Th, Marx G, Nestler K, Starke D. Thermogravimetric and differential scanning calorimetric analysis of natural fibres and polypropylene. Thermochim Acta 1999;337(1–2):169–77.

[215] Ouajai S, Shanks RA. Composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments. Polym Degrad Stabil 2005;89(2):327–35.

[216] Spinacé MAS, Lambert CS, Fermoselli KKG, De Paoli MA. Characterization of lignocellulosic curaua fibres. Carbohydr Polym 2009;77(1):47–53.

[217] Yao F, Wu Q, Lei Y, Guo W, Xu Y. Thermal decomposition kinetics of natural fibers: activation energy with dynamic thermogravimetric analysis. Polym Degrad Stabil 2008;93(1):90–8.

[218] Pracella M, Chionna D, Anguillesi I, Kulinski Z, Piorkowska E. Functionalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with hemp fibres. Compos Sci Technol 2006;13:2218–30.

[219] Wikberg H, Mauna SL. Characterisation of thermally modified hardand softwoods by 13C CPMAS NMR. Carbohyd Polym 2004;58: 461–6.

[220] Marcovich NE, Reboredo MM, Arangurn MI. Modified woodflour as thermoset fillers: II. Thermal degradation of woodflours and composites. Thermochim Acta 2001;372:45–57.

[221] Kasamma Jarukumjorn, Niitinat Suooakarn. Effect of glass fiber hybridization on properties of sisal fiber-polypropylene composites. Composites: Part B 2009;33(7):623-627.

[222] Marcovich Norma E, Reboredo María M, Rheology of particle suspensions in viscoelastic media. Wood flour polypropylene melt. Springer (2004) 43: 293–303.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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