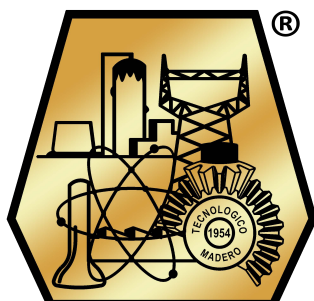




EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CIUDAD MADERO
DIVISION DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA QUÍMICA



"POR MI PATRIA Y POR MI BIEN"

TESIS

"EFECTO DE LA ADICIÓN DE PARTÍCULAS DE COCO MODIFICADAS
QUÍMICAMENTE SOBRE LAS PROPIEDADES TERMOMECAÑICAS EN
MATRIZ POLIMÉRICA CON SBS"

Que para obtener el Grado de
Maestro en Ciencias en Ingeniería Química

Presenta
Ing. Edgar Martínez Reyes
G13070137
No. CVU: 1041250

Director de tesis:
Dra. Beatriz Adriana Salazar Cruz
No. CVU: 269016

Co-director de tesis:
Dr. José Luis Rivera Armenta

Ciudad Madero, Tamaulipas, **13/mayo/2022**

OFICIO No.: U.065/22
ASUNTO: AUTORIZACIÓN DE
IMPRESIÓN DE TESIS

C. EDGAR MARTÍNEZ REYES
No. DE CONTROL G13070137
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, se acordó autorizar la impresión de su tesis titulada:

“EFECTO DE LA ADICIÓN DE PARTÍCULAS DE COCO MODIFICADAS QUÍMICAMENTE SOBRE LAS PROPIEDADES TERMOMECAÑICAS EN MATRIZ POLIMÉRICA CON SBS”

El Jurado está integrado por los siguientes catedráticos:

PRESIDENTE:	DRA. BEATRIZ ADRIANA SALAZAR CRUZ
SECRETARIO:	DR. JOSÉ LUIS RIVERA ARMENTA
VOCAL:	DR. HUGO EDUARDO DE ALVA SALAZAR
SUPLENTE:	DRA. ANA BEATRIZ MORALES CEPEDA
DIRECTORA DE TESIS:	DRA. BEATRIZ ADRIANA SALAZAR CRUZ
CO-DIRECTOR:	DR. JOSÉ LUIS RIVERA ARMENTA

Es muy satisfactorio para la División de Estudios de Posgrado e Investigación compartir con usted el logro de esta meta. Espero que continúe con éxito su desarrollo profesional y dedique su experiencia e inteligencia en beneficio de México.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica

“Por mi patria y por mi bien”



MARCO ANTONIO CORONEL GARCÍA
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE
POSGRADO E INVESTIGACIÓN



c.c.p.- Archivo
MACG 'NPDZ'



Av. 1° de Mayo y Sor Juana I. de la Cruz S/N Col. Los Mangos C.P. 89440 Cd. Madero, Tam.

Tel. 01 (833) 357 48 20, ext. 3110, e-mail: depi_cdmadero@tecnm.mx

tecnm.mx | cdmadero.tecnm.mx



Reconocimientos

Al Instituto Tecnológico de Ciudad Madero y al centro de investigación en petroquímica.

A la División de Estudios de Posgrado e Investigación del ITCM.

A mis asesores la Dra. Beatriz Adriana Salazar Cruz y el Dr. José Luis Rivera Armenta.

A mi comité tutorial integrado por los investigadores: Dra. Beatriz Adriana Salazar Cruz, Dr. José Luis Rivera Armenta, Dr. Hugo Eduardo de Alba Salazar y Dra. Ana Beatriz Morales Cepeda.

A todos los investigadores que fueron mis profesores y me apoyaron compartiendo sus conocimientos: Dr. José Luis Rivera Armenta, Dra. Beatriz Adriana Salazar Cruz, Dra. Nancy Patricia Díaz Zavala, Dr. Sergio Robles Andrade, Dra. Rebeca Silva Rodrigo, Dra. Ana Beatriz Morales Cepeda, Mtra. María Yolanda Chávez Cinco, Dr. Hugo Eduardo de Alba Salazar, Dr. Ricardo García Alamilla.

Agradecimientos

A la División de estudios de Posgrado e Investigación del Instituto Tecnológico de Ciudad Madero, al personal que contribuyo a la culminación de este proyecto.

Al Instituto Tecnológico de Ciudad Madero y al Centro de Investigación en Petroquímica, por darme la oportunidad de ingresar al programa de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química y por abrir las puertas de sus instalaciones para el desarrollo de la investigación.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por el apoyo concedido mediante la beca no. 1041250.

Al proyecto TNM con clave 1008.21P. Evaluación de las condiciones de pruebas reológicas de mezclas desarrolladas con desechos sólidos orgánicos.

Al Maestro en Ingeniería Gerardo A. Fonseca Hernández, del Laboratorio de Pruebas Mecánicas del CFATA-UNAM por las facilidades otorgadas para la realización de este proyecto.

Gracias a mis compañeros y colegas de la maestría: *Maggie, Carlos, Adrián, y especial mención a mi amiga Leslie Colunga a quien le agradezco profundamente el apoyo durante esta etapa de mi vida y por supuesto una clara admiración del trabajo y superación personal que ella ha realizado, sin duda un ejemplo a seguir.*

ÍNDICE GENERAL

Resumen.....	viii
Abstract.....	ix
Introducción	x
1. Antecedentes.....	1
1.1. Materiales compuestos.....	1
1.2. Fibras naturales.	1
1.2.1. Composición química de las fibras naturales.....	2
1.2.2. Descripción de los componentes de los materiales lignocelulósicos.....	3
1.3. Arquitectura de la fibra	6
1.4. Fibras de coco	7
1.4.1. Tratamientos de la fibra	9
1.4.2. Efecto del tratamiento alcalino	10
1.5. Estireno Butadieno Estireno (SBS).....	11
1.6 Copolímeros de bloque	12
1.7. Pruebas de degradación.....	14
2. DESARROLLO EXPERIMENTACION	18
2.1 Materiales y Reactivos.....	19
2.2. Equipos	19
2.3. Preparación de hidróxido de sodio.....	20
2.4. Preparación de las partículas de fibras de coco	20
2.5. Tratamiento de las partículas de fibras de coco	20
2.6. Preparación del compósito SBS-partículas de coco.....	21
2.7. Moldeo por compresión	21
2.8. Análisis Dinámico Mecánico.....	23
2.9. Análisis Termogravimétrico TGA	24
2.10 Análisis de las Pruebas Tensiles	24
2.10. Pruebas de Fotodegradación.	25
2.11. Pruebas de degradación hidrolítica.	26
2.12. Pruebas de degradación térmica.....	27
2.13. Análisis Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)	28
2.14. Análisis de FTIR	28

3. Resultados y discusión.....	29
3.1. Análisis Dinámico Mecánico (DMA) de los compósitos de SBS/PC	29
3.1.1. Refuerzo de partículas de coco (PC) con tratamiento alcalino durante 5hr.....	31
3.2. Análisis termogravimétrico (TGA) de los compósitos SBS/PC	32
3.3. Pruebas tensión elongación.....	37
3.4. Caracterización por FTIR	42
3.4.1. Análisis de fotodegradación.....	45
3.4.2 Análisis de hidrotdegradación.....	47
3.4.3 Análisis de Termodegradación	50
3.4.4. Cinética de degradación.....	53
3.5. Análisis por microscopia electrónica de barrido (SEM).....	55
3.6. Análisis por microscopia óptica.....	58
4. Conclusiones.....	60
Bibliografía	61
ANEXOS	67
A1. Especificaciones técnicas del copolímero SBS.....	67
A2. Termogramas TGA SBS/PC	68

INDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Estructura de la celulosa.....	3
Figura 1.2 Monómeros fenólicos: (a) alcohol p-cumarílico (estructura H), (b) alcohol coniferílico (estructura G), (c) alcohol sinapílico (estructura s).	5
Figura 1.3 La estructura de una sola célula de fibra.	7
Figura 1.4 Sección Transversal del coco	8
Figura 1.5 Esquema que representa las redes cristalinas de Celulosa-I, Na-Celulosa-I y Celulosa-II.....	11
Figura 1.6 Estireno butadieno estireno	12
Figura 1.7 Representación de un SBS de estructura lineal.....	12
Figura 1.8 Representación esquemática de un 1) polímero lineal, 2) polímero ramificado (en rojo puntos salientes de ramas), 3) Polímero reticulado.	14
Figura 2.1 Diagrama general de la experimentación.	18
Figura 2.2 Laminas obtenidas de la técnica moldeo por compresión. A) con molde de 10 cm x 15 cm x 0.26 cm., B) sin molde utilizando dos placas metálicas con acetato.	22
Figura 2.3 Láminas 1 cm x 1 cm x 0.06 cm, utilizadas para las caracterizaciones por IR, microscopia óptica y pruebas de termo degradación.	22
Figura 2.4 Relación entre la señal de esfuerzo y deformación para materiales puramente elástico (sólido ideal) y puramente viscoso (líquido ideal) y materiales viscoelásticos.	23
Figura 2.5 Ensayo de Tensión.....	24
Figura 2.6 Probetas cortadas de acuerdo a la norma ASTM D412-68	25
Figura 2.7 a) vista lateral de la cámara de fotodegradación, b) vista superior de la cámara de fotodegradación, c) cubierta de la cámara de fotodegradación.....	26
Figura 2.8 Proceso de hidrotdegradación.....	27
Figura 2.9. Representación del proceso de termodegradación.	27

Figura 3.1 (A) Curvas del Módulo de almacenamiento de los compósitos SBS/PC, (B) módulo de almacenamiento de los compósitos a temperatura ambiente, (C) curvas $\tan \delta$ de los compósitos.	30
Figura 3.2 (A) Curvas del Módulo de almacenamiento de los compósitos SBS/PCT5H, (B) módulo de almacenamiento de los compósitos a temperatura ambiente, (C) curvas $\tan \delta$ de los compósitos.	31
Figura 3.3 Termogramas TGA de los compósitos SBS/PC sin modificación alcalina.....	32
Figura 3.4 Termogramas TGA de los compuestos SBS/PC con modificación alcalina.	33
Figura 3.5 Termograma diferencial en función de la temperatura para compuestos SBS/PC y su comparación con el SBS puro.....	35
Figura 3.6 Termograma diferencial en función de la temperatura para compuestos SBS/PCT y su comparación con el SBS puro.....	35
Figura 3.7 Termogramas TGA de los compuestos SBS con PC y PCT a 8PHR en comparación con la referencia.....	36
Figura 3.8 Velocidad de pérdida de masa de muestra con respecto a la temperatura, para compuestos SBS/PCT y SBS/PC prístinos	36
Figura 3.9 Gráfico de tensión vs elongación de los compósitos en función de la concentración para los compósitos SBS/PC.....	39
Figura 3.10 Gráfico de tensión vs elongación en función de la concentración para compósitos SBS/PC con tratamiento alcalino por 5h	41
Figura 3.11 Gráfico de tensión vs elongación en función de la concentración para el compósito SBS/PC con tratamiento alcalino durante 1h en comparación con la referencia.....	41
Figura 3.12 Comparación de los espectros SBS y PC	42
Figura 3.13 Espectro del polímero en bloque radial SBS.....	43
Figura 3.14 Espectro de las partículas de coco por medio del ATR.....	44
Figura 3.15 Espectros de los compuestos sin tratamiento alcalino en función del tiempo de degradación.	45

Figura 3.16 Espectro de los compuestos con tratamiento alcalino por 5 horas en función del tiempo de degradación.	46
Figura 3.17 Comparación de los espectros a 40 horas de fotodegradación en función de la concentración.	47
Figura 3.18. Espectros de los compuestos sin tratamiento alcalino sometidos a hidrotdegradación, en función del tiempo de degradación.	48
Figura 3.19 Espectro de los compuestos con tratamiento alcalino por 5 horas, sometidos a hidrotdegradación en función del tiempo de degradación.	48
Figura 3.20 Comparación de los espectros a 40 horas de hidrotdegradación en función de la concentración.	49
Figura 3.21 Comparación de las láminas expuestas a hidrotdegradación en función del tiempo de exposición a degradación.	49
Figura 3.22 Espectros de los compuestos sin tratamiento alcalino sometidos a termo degradación, en función del tiempo de degradación.	50
Figura 3.23 Espectro de los compuestos con tratamiento alcalino por 5 horas, sometidos a termo degradación en función del tiempo de degradación.	51
Figura 3.24 Comparación de los espectros a 140 horas de Termodegradación en función de la concentración.	51
Figura 3.25 Comparación de los espectros a 150 horas de Termodegradación en función de la concentración.	52
Figura 3.26 Comparación de los espectros a 160 horas de Termodegradación en función de la concentración.	52
Figura 3.27 Cinética de termo degradación del SBS a 140 C.	53
Figura 3.28 Cinética de termo degradación del SBS a 150 C.	54
Figura 3.29 Cinética de termo degradación del SBS a 160 C.	54
Figura 3.30 Micrografía SEM de Partículas de coco.	55
Figura 3.31 Micrografía SEM del compósito SBS/PC 8 PHR.	56

Figura 3.32 Micrografía SEM del compuesto SBS/PC 10 PHR	57
Figura 3.33. a) dimensiones de las PC en la muestra SBS/PC 8 PHR, b) microscopia SBS/PC 8PHR aumentado x10	58
Figura 3.34. Microscopia óptica de la muestra SBS/PCT5H 8 PHR a) aumentado x5 b) con aumento de x10 c) aumento de x40	59
Figura 3.35. Estructura de las PC en el compuesto SBS/PCT5H 6 PHR.....	59

INDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Composición química de algunas fibras naturales ^[4, 5, 6]	3
Tabla 1.2 Propiedades mecánicas de la fibra. ^[4, 24, 25, 26]	6
Tabla 2.1 Rampa de compresión de compuestos poliméricos	21
Tabla 3.1 Datos DMA de los compósitos sin tratamiento alcalino.....	30
Tabla 3.2 Datos DMA de los compósitos con tratamiento alcalino por 5 horas	32
Tabla 3.4 Datos térmicos obtenidos a partir de los Termogramas de TGA.....	34
Tabla 3.5 Reporte estadístico de tensión para SBS.....	37
Tabla 3.17. Espectro FTIR de PC	44
Tabla A.1. Hoja técnica del copolímero SOLPRENE 416	67

INDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1.1 Reacción de fibra de hidróxido de sodio -----	11
--	----

Resumen

Este proyecto se enfoca en la obtención de un compósito del copolímero radial estireno-butadieno-estireno (SBS) y partículas de coco (PC) de 500 micras con el objetivo de obtener un material que posea mayor degradabilidad que el polímero.

La primera parte de este proyecto consta de la mezcla de los componentes en una cámara de mezclado (plastografo BRABENDER®) a 100°C y 60 rpm con diferentes proporciones de PC (0, 2, 4, 6, 8, 10 phr), obteniendo láminas de 1x1x0.06cm para las pruebas de fotodegradación a una longitud de onda de 254nm, el efecto de hibridación fue evaluado a través del comportamiento morfológico presente en las películas, por otra parte, se evaluó la degradación hidrolítica y degradación térmica en un horno de convección forzada, también se realizaron pruebas de análisis dinámico mecánico (DMA), análisis termogravimétrico (TGA) y pruebas tensiles de acuerdo a la norma ASTM D412

La segunda parte de este proyecto consta de la mezcla de la matriz polimérica SBS con PC tratados químicamente a 5 phr con NaOH 0.1 molar, Los compuestos híbridos fueron desarrollados en una cámara de mezclado a 100°C y 60rpm con diferentes proporciones de PS (0, 2, 4, 6, 8, y 10 phr)

La tercera parte fue desarrollar un último compósito SBS con PC tratados químicamente a 1 hr y 8 phr, esto de acuerdo a los resultados obtenidos en los resultados de DMA de las etapas anteriores, el cual presento un mejor módulo de almacenamiento a esa concentración de partículas.

Abstract

This project focuses on obtaining a composite of styrene-butadiene-styrene radial copolymer (SBS) and coconut particles (PC) of 500 nm in order to obtain a material that has greater degradability than the polymer.

The first part of this project consists of mixing the components in a mixing chamber (Plastograph BRABENDER®) at 100 ° C and 60 rpm with different proportions of PC (0, 2, 4, 6, 8, 10 phr), obtaining films of 1x1x0.06cm for the photodegradation tests at a wavelength of 254nm, the hybridization effect was evaluated through the morphological behavior present in the films, on the other hand, the hydrolytic degradation and thermal degradation were evaluated in an analytical oven, they were also performed DMA, TGA and tensile tests according to ASTM D412

The second part of this project consists of mixing the SBS polymer matrix with PC chemically treated at 5 phr with 0.1 molar NaOH. The hybrid compounds were developed in a mixing chamber at 100 ° C and 60rpm with different proportions of PS (0, 2, 4, 6, 8, and 10 phr)

The third part was to develop a final SBS composite with PC chemically treated at 1 hr and 8 phr, this according to the results obtained in the DMA results of the previous stages, which presented a better storage modulus at that phr.

Introducción

El compuesto polimérico con fibra natural (NFPC), es un material compuesto que consiste en una matriz de polímero reforzado con fibra natural. Los compuestos poliméricos con fibras naturales adquieren mejora en sus propiedades fisicoquímicas, así como también generar materiales más ligeros. Las fibras proporcionan resistencia, así como rigidez debido a que se transfieren la carga interna entre ellas. La matriz también protege a las fibras del daño ambiental las propiedades físicas y mecánicas de los compuestos dependen de la longitud de la fibra, la relación de la matriz y la disposición de la fibra [1-3].

Las fibras naturales están recibiendo atención de investigadores y académicos para utilizar en compuestos de polímeros debido a su naturaleza ecológica y sostenibilidad. Las propiedades de los NFPC varían según el tipo de fibra y la fuente de fibra, así como la estructura de la fibra.

La matriz de polímero reforzado con fibra recibió considerable atención en numerosas aplicaciones debido a las buenas propiedades y ventajas superiores de la fibra natural sobre las fibras sintéticas en términos de su peso relativamente bajo, bajo costo, menos daño al equipo de procesamiento, buenas propiedades mecánicas relativas como el módulo de tracción y módulo de flexión, acabado superficial mejorado de piezas moldeadas compuestas, recursos renovables, abundantes, flexibilidad durante el procesamiento, biodegradabilidad y riesgos mínimos para la salud. Se pueden producir NFPC con una alta rigidez y resistencia específicas al agregar la fibra natural resistente y liviana al polímero (termoplástico y termoestable)

Actualmente se estudian los efectos de diversos tratamientos químicos sobre las propiedades mecánicas y térmicas de los refuerzos de fibras naturales, así como en el efecto que genera en la matriz termoestable y termoplástica. Varios inconvenientes son los que se presentan en los NFPC, como una mayor absorción de agua, una resistencia al fuego inferior y propiedades mecánicas más bajas, limitan sus aplicaciones. También destacan los impactos del tratamiento químico en la absorción de agua, tribología, comportamiento viscoelástico, comportamiento de relajación, retardo de las llamas de absorción de energía y propiedades de biodegradabilidad de los NFPC.

1. Antecedentes

1.1. Materiales compuestos

El término de materiales compuestos se utilizó por primera vez en el extranjero en la década de 1950, y se ha utilizado en el país desde aproximadamente la década de 1960. El material compuesto es un tipo de sistema complejo de múltiples componentes y múltiples fases, y es difícil de definir con precisión. Se muestra una definición concisa: el material compuesto es un material de combinación de múltiples fases de dos o más materiales componentes con diferentes propiedades y formas diferentes a través de procesos de composición, no solo mantiene las características principales del componente original, sino que también muestra nuevos caracteres que no son poseído por cualquiera de los componentes originales. Los materiales compuestos deben tener las siguientes características: microscópicamente es un material no homogéneo y tiene una interfaz distinta; existen grandes diferencias en el rendimiento de los materiales componentes; los materiales compuestos formados deberían tener una gran mejora en el rendimiento; La fracción de volumen de los materiales componentes es mayor del 10%. Según esta definición, los materiales compuestos en una amplia gama de áreas, paredes de barro de paja, hormigón armado con barra de acero y cordón de neumáticos, etc., pertenecen al alcance de los materiales compuestos.[2]

La primera generación de compuestos, con sistemas de matriz que fueron termofijos epóxidos general y relativamente frágiles, eran poco resistentes al impacto y muy susceptibles a la delaminación. En los últimos años, las industrias aeroespaciales y de materiales, han investigado las matrices poliméricas, con la meta de mejorar la resistencia y tolerancia al daño de estructuras hechas de esos sistemas.

1.2. Fibras naturales.

Las fibras son estructuras unidimensionales, largas y delgadas debido a su naturaleza. Su estructura les permite doblarse con facilidad y su propósito principal es la creación de tejidos. En la naturaleza, y con la única excepción de la seda, las fibras tienen una longitud limitada, que puede variar desde 1 mm, en el caso de los asbestos, hasta los 350 mm de algunas clases de lanas y las llamamos fibras discontinuas. Químicamente se puede obtener fibras de longitud indefinida, que resultan similares al hilo producido por el capullo del gusano de seda denominado filamentos;

estos filamentos son susceptibles de ser cortados para asemejarse a las fibras naturales (fibra cortada).

En términos más simples las fibras naturales son aquellas fibras que como tales se encuentran en estado natural y que no exigen más que una ligera adecuación para ser hiladas y utilizadas como materia textil. En cuanto a su clasificación, cabe hacer una subdivisión según el reino natural

Las fibras naturales cuentan con una serie de propiedades que las convierten en una excelente alternativa para utilizarlas como refuerzo en materiales compuestos con matriz polimérica. Estas fibras se caracterizan por:

- Ser un recurso renovable y biodegradable, por lo tanto su impacto ambiental es bajo.
- Tener un costo considerable bajo comparado con otras fibras de ingeniería como el Kevlar o la fibra de vidrio.
- Tener bajo peso
- Tienen buen desempeño como aislante térmico y acústico.
- Presentar alta resistencia a la tensión.

1.2.1. Composición química de las fibras naturales

Las propiedades físicas de las fibras vegetales están relacionadas con la estructura interna y los componentes del producto vegetal que se utiliza. Las fibras vegetales son estructuras lignocelulósicas compuestas de celulosa, hemicelulosa y lignina, con varios componentes menores como pectina, cera, proteína, taninos, cenizas y sales inorgánicas. Estos componentes varían dependiendo de la fuente de las fibras, condiciones de crecimiento, edad de la planta, y procesos de digestión. Estas varianzas de contenido constituyente se definen en la Tabla 1.1 para una variedad de tipos de fibra.

Generalizado, el contenido de celulosa juega el papel más importante en el dominio de las propiedades de las fibras, y dicta el rendimiento mecánico de las fibras cuando se utiliza como refuerzo dentro de la matriz polimérica. A diferencia de la celulosa, los aumentos en los componentes no celulósicos tienden a reducir la resistencia y el módulo elástico de las fibras, lo que conduce a influencias negativas en los compuestos reforzados con fibra natural.

Tabla 1.1 Composición química de algunas fibras naturales [4, 5, 6]

Fibra	Celulosa (wt %)	Lignina (wt %)	Hemicelulosa (wt %)	Pectina (wt %)	Cera (wt %)	Contenido de humedad (wt %)
Coco	36-43	41-45	10-20	3-4	-	8
Plátano	63-67.6	5	19	-	-	8.7
Algodón	82.7	-	5.7	-	0.6	-
Sisal	67-78	8-11	10-14.2	10	2	11
Yute	61-71.5	12-13	13.6-20.4	0.4	0.5	12.6
Lino	71	2.2	18.6-20.6	2.3	1.7	10

1.2.2. Descripción de los componentes de los materiales lignocelulósicos

Celulosa

La celulosa es un polímero glucano hidrófilo lineal que consiste en unidades de D-glucopiranososa (Figura 1.1) que están unidas entre sí por enlaces β -(1-4)-glucosídicos. [7-9] La naturaleza hidrófila proviene de una gran cantidad de grupos hidroxilo unidos a los anillos de la piranososa.

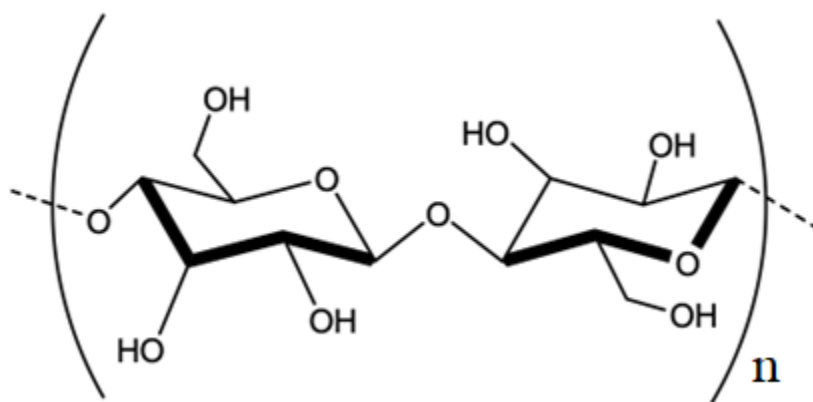


Figura 1.1 Estructura de la celulosa

La existencia de grupos OH en la celulosa también conduce a un gran número de enlaces de hidrógeno. Debido a estos enlaces de hidrógeno y fuerzas Van Der Waals, parte de las moléculas

de celulosa se alinean, altamente ordenadas y forman regiones cristalinas. Mientras tanto, las moléculas con menor disposición ordenada constituyen una región amorfa.

La estructura supramolecular de la celulosa determina sus propiedades químicas y físicas. El grado de polimerización (DP) es el factor clave, que varía con el tipo de fibra natural: ramio tiene 6500 DP; el algodón tiene 7000 DP; el lino tiene 8000 DP. [10] Hay dos formas de celulosa existente en la naturaleza (celulosa I): celulosa I_{α} y celulosa I_{β} . [10, 11, 12] Mientras que la celulosa I_{α} sólo se ha encontrado que existe en algunas algas verdes [11,13], la celulosa I_{β} existe en todas las especies de plantas. La celulosa I_{β} cristaliza en estructuras esfenódicas monoclinicas con dos cadenas en forma paralela. [12,14] La celulosa I es capaz de transformarse en celulosa II, celulosa III o celulosa IV mediante diferentes tratamientos químicos o térmicos. Además, estas diferentes formas de celulosa son capaces de transformar de nuevo a celulosa I mediante tratamiento. La celulosa II es también una estructura monoclinica, pero a diferencia de la celulosa I, sus dos cadenas se organizan de forma antiparalela. Por lo tanto, la celulosa II es más estable térmicamente que la celulosa I. [15] Sin embargo, la celulosa I muestra mejores propiedades mecánicas.

Hemicelulosa

El término hemicelulosa designa un grupo de polisacáridos amorfos, como xilosa, manosa, glucosa, galactosa y arabinosa, que a pesar de su nombre no es relevante para la celulosa. La hemicelulosa es un copolímero que contiene varias unidades de azúcar diferentes, a diferencia de la celulosa que contiene solo 1,4- β -D-glucopiranosa. El grado de polimerización de la hemicelulosa se encuentra entre 500 y 3000, frente al rango de 7 000 a 15 000 que se encuentra en la celulosa. Además, la hemicelulosa es un polímero ramificado puramente amorfo con poca resistencia, en comparación con la celulosa lineal semicristalina. La estructura de la hemicelulosa varía según el tipo de planta. La hemicelulosa es altamente hidrofílica, soluble en solución alcalina y fácil de hidrolizar en ácido. La hemicelulosa suele existir en la interfaz entre la celulosa y la lignina. Hay algunas enzimas de hemicelulosa en la naturaleza que ayudan a hidrolizar la hemicelulosa [16-19].

Lignina

La lignina es un polímero reticulado desordenado que da rigidez a las plantas. Es un polímero fenólico amorfo con constituyentes aromáticos y alifáticos formados por unidades de fenilpropano

(Figura 1.2). La polimerización de los monómeros de lignina se inicia mediante oxidasas o peroxidasas. Sin embargo, el mecanismo exacto aún permanece oscuro. Las masas moleculares de la lignina aislada son de 1.000 a 20.000 g/mol. Sin embargo, el DP de la lignina es difícil de medir, ya que casi siempre se fragmenta durante la extracción y consta de varios tipos de subestructuras sin una repetición regular [20]. Durante la biosíntesis de las paredes celulares de las plantas, la lignina se desarrolla entre las fibras polisacáridas (celulosa y hemicelulosa), uniéndolas. Este proceso de lignificación provoca un endurecimiento de las paredes celulares. A medida que madura una planta, la lignina se vuelve más rígida [21]. La estructura de la lignina difiere según las fuentes originales, pero la composición básica se mantiene igual. La lignina es de naturaleza altamente hidrófoba y no es hidrolizada por ácidos. Es soluble en álcali caliente, se oxida fácilmente y se condensa fácilmente con fenol [22]. Las propiedades mecánicas de la lignina son menores que las de la celulosa.

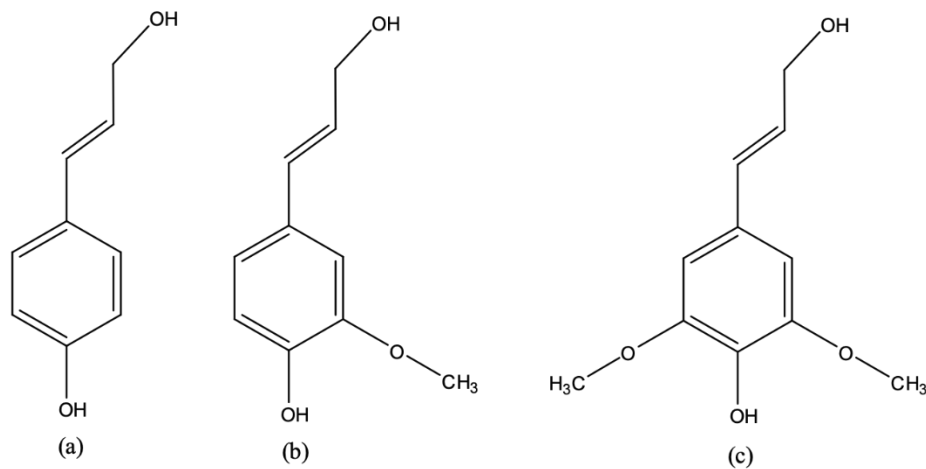


Figura 1.2 Monómeros fenólicos: (a) alcohol p-cumarílico (estructura H), (b) alcohol coniferílico (estructura G), (c) alcohol sinápico (estructura s). [5]

Pectina

La pectina es un nombre colectivo para los heteropolisacáridos, que son un componente de matriz principal de la pared celular en fibras largas no de madera, particularmente las fibras liber

importantes. La pectina da flexibilidad a las plantas. Es soluble en agua sólo después de una neutralización parcial con álcali o hidróxido de amonio [13].

1.3. Arquitectura de la fibra

Cuando se refiere a las fibras vegetales en el contexto de su uso como refuerzo dentro de matrices poliméricas, el término fibra consigue ser en referencia a una sola fibra elemental, o de lo contrario hace de estas unidades elementales. En casos como madera o cascotes de semillas, la planta "fibra" hace referencia a una sola división elemental. Sin embargo, en muchas plantas, como las derivadas de liberianas, hojas o hierbas, la "fibra" es en realidad un haz de fibras elementales que consisten en varias divisiones de fibra individuales.

Una sola fibra (fibra elemental) se considera como un compuesto hueco. Las fibrillas de celulosa actúan como refuerzos, mientras que las hemicelulosas, la lignina, la pectina y los otros componentes amorfos conforman la matriz para mantener unidas estas fibrillas. Como se muestra en la Tabla 2, las cantidades de estos componentes químicos varían según la especie, la cepa y otros aspectos de la genética de una planta en particular [23].

Tabla 1.2 Propiedades mecánicas de la fibra. [4, 24, 25, 26]

Fibra	Diámetro (µm)	Densidad (Kg m ⁻³)	Resistividad volumétrica a 65% RH (x 10 ⁵ Ω cm)	Modulo inicial (GPa)	Resistencia a la tracción (MPa)	alargamiento 50 mm de longitud de calibre (%)
Coco	100-450	1450	9-16	3-6	106-175	17-47
Plátano	50-280	1350	6.5	27-32	529-914	2.5-3.7
Algodón	16-21 (ancho)	1500	-	1.1	350	6-7
Vidrio	2.5-10	2540	600-10 ⁶	68-96	827.6-1224	4.8

Hay varias capas distintas en una sola fibra (Figura 1.3): el lumen central, la pared secundaria (S3, S2 y S1) y la pared primaria desde el interior hasta el exterior [27]. La pared

primaria es la primera capa depositada, que contiene hemicelulosas y celulosa durante el crecimiento celular que rodea las paredes secundarias.[28] La pared celular secundaria consiste principalmente en microfibrillas de celulosa orientada helicoidalmente. Estas microfibrillas se componen de 30 a 100 moléculas de celulosa, con un diámetro de unos 10-30 nm, y proporcionan resistencia mecánica a la fibra. La capa S2 es más gruesa que las capas S1 y S3 y contribuye aproximadamente al 70% del módulo Young de toda la fibra [10].

El ángulo microfibrilar entre el eje de la fibra y el microfibril depende de la especie. El ángulo espiral y S2 juegan un papel importante en la determinación de las propiedades mecánicas de la fibra, ya que un ángulo más pequeño generalmente dicta una mayor resistencia a la fibra y módulo. [29] La capa externa (laminilla media) está constituida de pectina y lignina para compactar y unir haces de fibra, produciendo la estructura final de la fibra vegetal. La existencia de pectina y lignina en estos haces reduce las propiedades mecánicas de la fibra, influyendo también en las propiedades interfaciales entre las fibras y las diferentes matrices cuando se utiliza en compósitos.

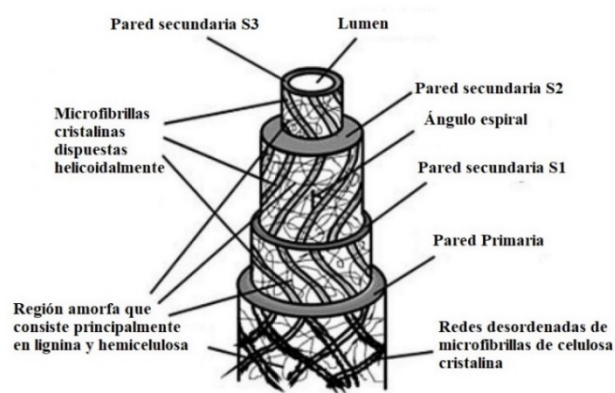


Figura 1.3 La estructura de una sola célula de fibra. [5]

1.4. Fibras de coco

El coco es una fruta tropical que proviene del cocotero *Cocos nucifera*, la palmera más cultivada alrededor del mundo. Tiene una cascara exterior grueso, un mesocarpio fibroso y un endocarpio duro, vellosos y marrón al cual se adhiere la pulpa o endospermo, de un color blanco y muy aromática, Figura 1.4.

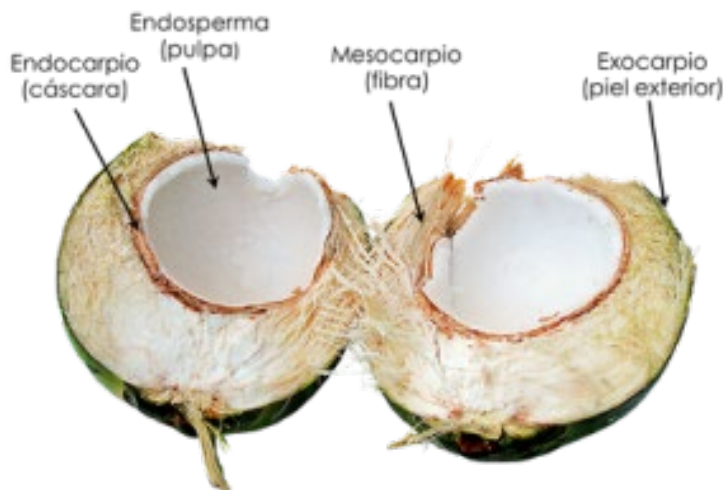


Figura 1.4 Sección Transversal del coco

La fibra natural que se extrae de la cáscara de coco se usa en productos como tapetes, felpudos, cepillos y colchones. El bonote es el material fibroso que se encuentra entre la cáscara interna dura y la capa exterior de un coco. Otros usos del coco marrón (hecho de coco maduro) son el acolchado de tapicería, el despido y la horticultura.

La fibra de coco blanca, recolectada de cocos verdes, se usa para hacer pinceles, cuerdas y redes de pesca más finos. Tiene la ventaja de no hundirse, por lo que se utiliza en largas distancias en aguas profundas sin que el peso agregado arrastre los botes y las boyas.

La fibra de coco se extrae separando la piel y la cáscara. Estos son multicelulares, lignocelulósicos, duros, una variedad muy gruesa y rígida de fibra de fruta natural. Sus ventajas son la agrogenovación, la biodegradabilidad y una buena combinación de fuerza, longitud, extensibilidad, recuperación de humedad y alta durabilidad o resistencia a la luz solar, agua salina, microbios, etc. Los atributos desfavorables de la fibra de coco son su naturaleza gruesa, longitud variable y finura, de carácter algo rígido y duro.

Las propiedades físicas y mecánicas de la fibra de coco se comparan con dos fibras lignocelulósicas populares, tales como el yute y el sisal.

Hay dos tipos de fibras de coco, la fibra marrón extraída de cocos maduros y las fibras blancas extraídas de cocos inmaduros. Las fibras marrones son gruesas, fuertes y tienen una alta

resistencia a la abrasión. Las fibras blancas son más suaves y finas, pero también más débiles. Tanto el bonote marrón como el blanco consisten en fibras que varían en longitud de 4 a 12 pulgadas (10-30 cm). [30]

Aquellos que miden por lo menos 8 pulgadas (20 cm) de largo se llaman fibra de cerdas. Las fibras más cortas, que también tienen una textura más fina, se denominan fibra de colchón. Una cáscara de coco de 10 onzas (300 g) produce aproximadamente 3 onzas (80 g) de fibra, un tercio de la cual es fibra de cerdas. Las industrias basadas en el bonote se han desarrollado en muchos países productores de coco, especialmente India, Tanzania, Kenia, Bangladesh, Birmania, Tailandia, Sri Lanka, Nigeria, Ghana, etc. [31]

Los frutos se cosechan cuando todavía están verdes para obtener una fibra de coco de la mejor calidad. La cáscara generalmente forma el 35.45 por ciento del peso de la nuez entera, cuando está madura. Se ha encontrado que las tuercas de diez a once meses de antigüedad dan una fibra de calidad superior que posee un color amarillo dorado. La fibra de la cáscara se extrae a escala comercial, ya sea por medio de un proceso de extracción natural o con la ayuda de equipos industriales.

1.4.1. Tratamientos de la fibra

Los componentes químicos que componen las fibras lignocelulósicas desempeñan un papel variado en la afectación de la interacción interfacial entre las fibras y las matrices de polímeros utilizadas en su producción compuesta. Los productos químicos no celulósicos, al tiempo que se unen y proporcionan protección a las fibrillas de celulosa, alcanzando a interferir con la posible unión entre las matrices de celulosa y polímero. Esto limita la interacción directa entre la matriz de un compuesto y el componente de celulosa de refuerzo real de las fibras. Además, la naturaleza hidrófila de estos componentes, junto con la celulosa misma, conduce a un grave desajuste polar entre las fibras de la planta y polímeros hidrofóbicos utilizados como matrices. Por último, la unión intermolecular de hidrógeno de los distintos componentes químicos dificulta la dispersión de las fibras vegetales, especialmente para las fibras cortas y la dispersión de partículas en termoplásticos, produciendo incoherencia en los compuestos finales.

Para mejorar las propiedades físicas y mecánicas de los compuestos reforzados con fibras naturales, se han explorado una serie de tratamientos superficiales. Estos rangos en enfoque y

aplicación. Algunos enfoques se centran en la eliminación de componentes no celulósicos de la superficie de la fibra para proporcionar una superficie más limpia. Otros se centran en separar los grandes haces de fibra en paquetes más pequeños de fibras elementales para proporcionar una mayor área de superficie para generar una mejor interacción con la matriz. Sin embargo, otros se centran en la introducción de ciertos productos químicos o radicales libres para formar enlaces covalentes entre las fibras vegetales y la matriz de polimérica, para ayudar a mejorar la adhesión interfacial. Algunos tratamientos funcionan con la intención de cumplir con múltiples de estas mejoras. En búsqueda de diferentes direcciones, se han puesto en desarrollo tres categorías principales de modificación de la superficie: métodos físicos, tratamientos fisico-químicos y modificaciones químicas [5].

Tratamientos físicos

La intención de todos los tratamientos físicos que se aplican a las fibras naturales es cambiar parcialmente las propiedades estructurales y superficiales de las fibras lignocelulósicas. Al hacerlo, se producen mejoras en la adherencia de la matriz de fibra. Los tratamientos físicos incluyen estiramiento de fibra, calandrado, rodadura o swaging, extracción de solventes, descarga eléctrica, termo-tratamiento y rayos γ .

Tratamiento químico

El tratamiento alcalino es un tratamiento común superficial de la fibra que también de acuerdo con las necesidades se utiliza como tratamiento previo cuando se combina con otras modificaciones químicas. Originalmente, estos tratamientos se llevaron a cabo para mejorar la afinidad de tinte y el brillo de una fibra. Posteriormente, los investigadores descubrieron que la alcalinización también tiene un efecto positivo en sus propiedades mecánicas de compuestos reforzados con fibra, lo que produce mejoras significativas en el rendimiento interfacial.

1.4.2. Efecto del tratamiento alcalino

La estructura de la celulosa en las fibras vegetales exhibe un arreglo estructural cristalina monoclinica de celulosa-I que adopta diferentes formas polimorfas a través del tratamiento alcalino. El efecto del álcali en una fibra de celulosa es una reacción de hinchazón, durante la cual la estructura cristalina natural de la celulosa se relaja. El tipo de álcali y su concentración influirán en el grado de hinchazón y el grado de transformación reticular en celulosa-II (figura 1.5).

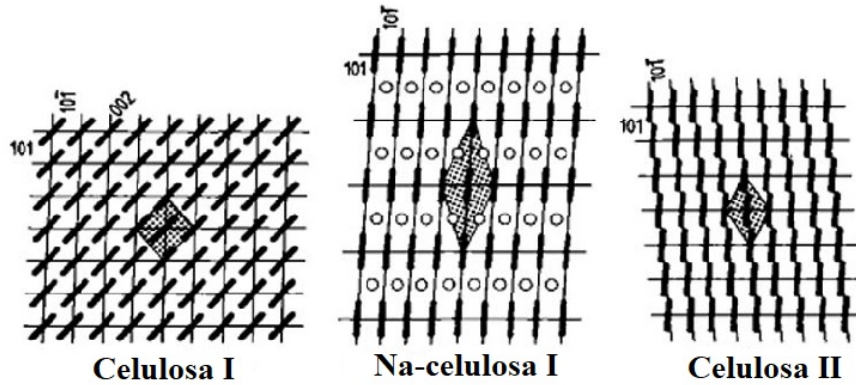
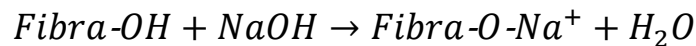


Figura 1.5 Esquema que representa las redes cristalinas de Celulosa-I, Na-Celulosa-I y Celulosa-II. ^[5]

Por lo general, se utiliza hidróxido de sodio (NaOH) porque Na⁺ es capaz de ensanchar los poros más pequeños entre los planos de la red y penetrar en ellos. Después de eliminar el exceso de NaOH, se forma la nueva red de Na-Celulosa-I. Mientras tanto, los grupos de celulosa se convierten en grupos O-Na. Enjuagar con agua elimina los iones Na vinculados y convierte la celulosa en una nueva estructura cristalina: Celulosa-II, cuya red es más estable que la celulosa-I. La reacción total se muestra en la (ecuación 1.6).



Ecuación 1.1 Reacción de fibra de hidróxido de sodio.

1.5. Estireno Butadieno Estireno (SBS)

El estireno-butadieno-estireno, frecuentemente abreviado SBS (del inglés Styrene-Butadiene-Styrene) es un elastómero termoplástico sintético obtenido mediante la polimerización de una mezcla de estireno y de butadieno, Figura 1.6.

Es un caucho duro, que se usa para hacer objetos tales como suelas para zapatos, cubiertas de neumáticos, y otros donde la durabilidad sea un factor importante. Es un tipo de copolímero llamado copolímero en bloque. El elastómero termoplástico (SBS) se puede dividir en dos categorías: radial, que generalmente está representado por una estructura tetraramificada y proporciona eficiencia en la mayoría de los procesos, y lineal, lo que permite un procesamiento

más fácil. Ambas son estructuras formadas por un alto peso molecular de copolímeros de poliestireno y polibutadieno que se mezclan con otras estructuras idénticas para crear formas masivas de globo de poliestireno unidas por hebras de polibutadieno.

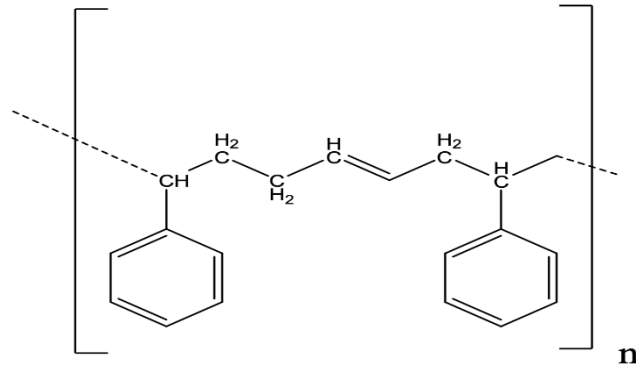


Figura 1.6 Estireno butadieno estireno

1.6 Copolímeros de bloque

El SBS es un copolímero de que puede presentar una estructura lineal, radial o multiradial. La estructura química del SBS está constituida tres segmentos. El primero es una cadena de poliestireno PS, el del medio es una cadena de polibutadieno PB, y el último es otro pequeño bloque de poliestireno PS (Figura 1.7). El procedimiento de polimerización define el orden de los monómeros en la cadena polimérica, pudiéndose obtener disposiciones al azar, alternadas o de bloques [62, 64]. En la polimerización en solución se obtienen los copolímeros en bloque y suelen presentar estructuras telequético, definidas cuando el bloque de polibutadieno se ubica en el centro de la estructura y en cada uno de los extremos se une un bloque de PS. Este tipo de copolímero combina algunas propiedades mecánicas del poliestireno y elásticas del PB de manera simultánea [15].

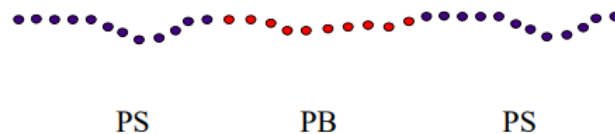


Figura 1.7 Representación de un SBS de estructura lineal

El SBS es un elastómero termoplástico, y por el reordenamiento de sus cadenas el entrecruzamiento de las mismas es prácticamente nulo siendo relativamente más fáciles de procesar. Debido a la incompatibilidad de los bloques del SBS en su estructura (poliestireno y polibutadieno), adquieren un reacomodo los bloques de estireno dentro de la matriz de polibutadieno, estos empaquetamientos actúan como puntos de entrecruzamiento físico, cuando el material es sometido a esfuerzos las cadenas fluyen y estas se recuperan una vez que cesa el esfuerzo al que fue sometido. Debido a esto, se puede establecer que el entrecruzamiento en elastómeros termoplásticos si lo existe, se forman a partir de dipolos débiles o de enlaces por puente de hidrógeno y ocurre solamente en una de las fases del material [16]. La morfología del SBS se ve influenciada por la proporción de los distintos bloques en el copolímero, si la proporción del PS es baja se pueden presentar morfologías de esferas del PS en la matriz SBS, y cuando la proporción de este aumenta puede pasar por diferentes morfologías laminares o de cilindros.

Los copolímeros de bloque presentan varios acomodos en su estructura y pueden ser clasificados como polímeros lineales, ramificados y reticulados o entrecruzados. Los copolímeros lineales son aquellos donde las moléculas de monómero han sido enlazadas a lo largo de una longitud continua. Los polímeros radiales o ramificados, son aquellos que contienen dos o más cadenas terminales por molécula. Cuando hay una gran cantidad de ramas, se forman otros diferentes tipos de estructuras, como lo son las dendríticas, que presentan ramificaciones salientes de otras ramas, esto dependerá de las condiciones de polimerización, del tipo de monómero, de los iniciadores, etc. La mayoría de las propiedades cambian significativamente si existen variaciones en la estructura. La propiedad que más cambia en los polímeros ramificados es la cristalinidad, ningún polímero ramificado puede cristalizar más de lo que lo hacen los polímeros lineales [17].

Cuando las cadenas de polímeros están enlazadas entre ellas, a varios puntos, otros diferentes a sus extremos, se dice que el polímero está reticulado o entrecruzado. Los polímeros entrecruzados presentan varios puntos de enlace diferentes a sus extremos, esto ocurre durante el proceso de polimerización, con el uso de los monómeros apropiados o también después de la polimerización por diferentes reacciones químicas. El grado de entrecruzamiento puede ser diferente, cuando es suficientemente alto, se forma una red espacial o tridimensional en el cual todas las cadenas de polímero están unidas en una sola molécula gigante (figura 1.8), impartiendo

alta rigidez y estabilidad dimensional (bajo condiciones de calentamiento), esta condición hace que la elasticidad desaparezca porque las moléculas quedan rígidamente unidas entre sí. Por otro lado, si se utiliza un grado de entrecruzamiento ligero puede impartir propiedades de recuperación (elasticidad) para ser usadas como elastómeros, [17].

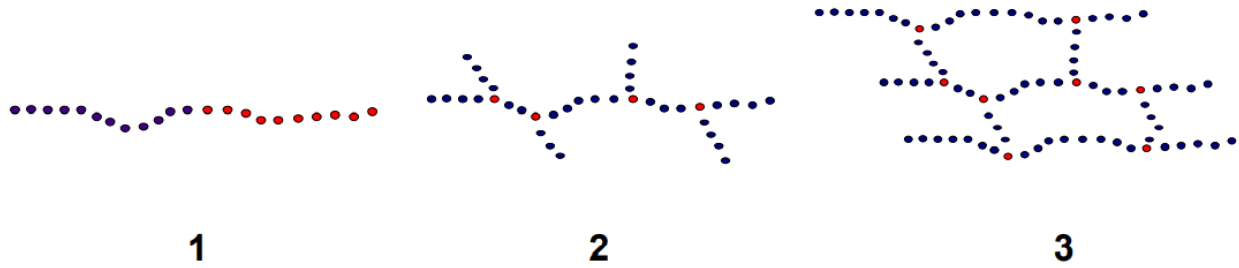


Figura 1.8 Representación esquemática de un 1) polímero lineal, 2) polímero ramificado (en rojo puntos salientes de ramas), 3) Polímero reticulado.

1.7. Pruebas de degradación

Los polímeros que se foto degradan desarrollan la descomposición por degradación que es iniciada por la luz ultravioleta (UV) de la radiación solar o calor, lo que genera que pierden resistencia, se fragmenten y/o reduzcan el peso molecular del polímero debido a la rotura de las cadenas moleculares. [32]

Las pruebas de degradación hidrolítica se desarrollaron con el objetivo de analizar si el efecto de hidratación en los compósitos, incrementa o disminuye la masa y que enlaces se ven afectados o no en el proceso, para las cuales se analizarán con espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) los compósitos durante cada periodo de hidratación.[35]

Las pruebas de degradación térmica se realizarán con el fin de analizar si el efecto de la temperatura influye en la disminución de la masa posteriormente se evaluará con FTIR.

A continuación, se presentan algunos trabajos previos que sirvieron como base para el desarrollo de esta investigación; primeramente, la adición de material inorgánico a la matriz SBS, el efecto de la fibra de coco en diferentes matrices poliméricas y terminando con un estudio de tratamiento alcalino.

En 1995, Ibarra y colaboradores estudiaron la variación de la propiedad viscoelástica en la matriz polimérica (SBS) reforzados con fibra corta (fibra de carbono comercial PAN), en función de la tensión, la temperatura y la frecuencia. Las fibras fueron oxidadas y posteriormente tratadas con (dyazide), que genera grupos SO_2N_3 en la superficie de la fibra, teóricamente capaces de reacción química con la cadena polimérica. Los resultados presentaron la formación de una interfaz más fuerte para los compósitos que contienen fibra tratada con dyazide y previamente oxidada (SBS-FCoxaz) en comparación con los compuestos llenos de fibra oxidada o comercial. El autor reporta que las propiedades físicas y mecánicas de estos NFPC se pueden mejorar aún más mediante el tratamiento químico, mientras que la absorción de humedad de los NFPC se puede reducir mediante la modificación de la superficie de las fibras, como la alcalinización y la adición de agentes de acoplamiento. [34]

En 2011, Mulinari y colaboradores estudiaron la modificación química de las fibras de coco por tratamiento alcalino para usarlas como refuerzo en resina de poliéster. Las fibras de coco se modificaron durante 1 hora con solución de hidróxido de sodio al 1% p / v. Las fibras modificadas se evaluaron mediante microscopía electrónica de barrido, difracción de rayos X, análisis térmico y espectroscopía infrarroja de transformada de Fourier. Los compuestos se prepararon por técnica de moldeo por compresión utilizando 10% en peso de fibras. Las propiedades mecánicas se evaluaron mediante pruebas de tracción y fatiga. Se examinaron las superficies de los especímenes fracturados para evaluar los mecanismos de fractura. El autor reporta que los resultados presentaron una disminución en la vida de fatiga de los compuestos cuando se aplicó una mayor tensión, debido a la unión interfacial, que no fue adecuada.[35]

En 2012 Michael A. Fuqua y colaboradores, abordaron la comprensión del uso de fibras de base biológica como refuerzo de compuesto. Se describen detalles sobre las variedades de fibras naturales y las propiedades resultantes de sus componentes y estructuras jerárquicas. Se revisan los métodos utilizados para mejorar la interfaz de estas fibras con una variedad de matrices de polímeros. Además, se aborda la influencia de las operaciones textiles en la creación de diversas

arquitecturas de fibra con capacidades de refuerzo resultantes, junto con los métodos en los que se consiguen procesar los compuestos reforzados con fibra natural. Finalmente, se brinda una discusión sobre la correlación entre la estructura, el procesamiento y las propiedades finales compuestas. [36]

En 2015 Layth Mohammed, M. N. M. Ansari, Grace Pua, Mohammad Jawaid, y M. Saiful Islam publicaron un artículo para proporcionar una revisión exhaustiva de los compuestos poliméricos reforzados con fibra natural (NFPC) más apropiados y ampliamente utilizados y sus aplicaciones. Además, presenta un resumen de varios tratamientos de superficie aplicados a fibras naturales y su efecto sobre las propiedades de los NFPC. Se estudiaron los efectos de diversos tratamientos químicos sobre las propiedades mecánicas y térmicas de los refuerzos de fibras naturales compuestos termoestables y termoplásticos. [1]

En 2016, Nirupama Prasad, Vijay Kumar Agarwal y Shishir Shinha, investigaron el efecto de la adición de fibra de coco junto con la fibra de plátano en polietileno de baja densidad (LDPE) para desarrollar material compuesto rentable y de alto rendimiento. Las muestras compuestas se prepararon con un contenido fijo de fibra (25 wt%) y con la fracción de peso relativo variable de la fibra de plátano y coco utilizando la técnica de moldeo por compresión. El efecto de la hibridación se analizó a través de las propiedades mecánicas (tensión, flexión e impacto), estabilidad térmica, comportamiento morfológico y comportamiento de absorción de agua. Además, se habían realizado estudios de microscopía electrónica de barrido en la superficie fracturada por tracción para todas las muestras compuestas para examinar el comportamiento de fractura de las muestras compuestas. Los resultados mostraron que la incorporación de fibra de coco en los compósitos de plátano hasta 50% en peso disminuye la capacidad de absorción de agua. [37]

En 2017, Ana Laura Hernández, propone una síntesis mediante impresión en tres dimensiones (3D) de un ecocompósito polimérico en base a ácido poliláctico (PLA), queratina de pluma de pollo y nanopartículas de dióxido de titanio (TiO₂) y la caracterización de sus propiedades térmicas, termomecánicas y de degradación. En la matriz PLA en la caracterización se identificaron los grupos funcionales que se modifican con el aumento de temperatura. Las pruebas de degradación hidrolítica mostraron un aumento de masa por el proceso de hidratación, en los espectros IR se lograron identificar los modos vibracionales y los corrimientos de bandas

producidos por la absorción de agua. La caracterización por IR de las muestras que se sometieron a fotodegradación durante 30 horas muestran intensidad en la banda correspondiente al grupo carbonilo, que indican la posible oxidación debido a que este grupo es sensible a la luz y genera radicales libre. [33]

En 2018, Maliha Rahman, Sangita Das & Mahbub Hasan reportaron el cambio en las propiedades mecánicas del polipropileno reforzándolo con hojas de piña picadas y fibra de plátano. También se estudió el efecto del contenido y la relación de la fibra, así como el tratamiento químico de la fibra sobre las propiedades mecánicas, la hoja de piña como la fibra de plátano fueron tratadas químicamente con hidróxido de sodio al 5%. Se prepararon compuestos de polipropileno híbrido reforzados con fibra de plátano y hojas de piña discontinuas y aleatorias utilizando la técnica de moldeo por compresión. La carga de fibra se varió a 2, 5, 10 y 15% en peso, mientras que la relación de hoja de piña y fibra de plátano se varió a 3:1, 1:1 y 1:3. En los resultados presentados por el autor se presentaron mejoras en las propiedades mecánicas al incorporar la fibra con tratamiento. [38]

En 2018 Sean Bolduc y colaboradores, evaluaron y caracterizaron compuestos reciclados de fibra de plátano / polietileno de baja densidad para aplicaciones de construcción ecológicas, el método de fabricación fue moldeo por compresión y fue caracterizado mediante Espectroscopia Infrarroja de Transformada de Fourier (FTIR), Calorimetría diferencial de barrido (DSC). En los resultados demostraron que la manipulación y la dispersión de las fibras se incrementaron cortando las fibras a longitudes de 20 cm, concluyendo que condujo a un aumento en la resistencia a la tracción debido a una fabricación más fácil. Se encontró que los paneles de lámina cruzada hechos con fibras picadas a una longitud de 20 cm eran los más fuertes que alcanzaban su punto máximo en torno al 40% en peso con una resistencia a la tracción de 32,8 MPa, un aumento cuádruple en comparación con un panel de polietileno de baja densidad en bruto (0 en peso). [39]

2. DESARROLLO EXPERIMENTACION

La metodología que se usara en este proyecto se muestra en la figura 2.1 la cual abarca desde la preparación de los compósitos de matriz polimérica SBS con PC extraídas de las fibras del mesocarpio del coco, las cuales fueron pulverizadas y tamizadas a un tamaño de $\sim 500 \mu\text{m}$, por otra parte, se aplicara un tratamiento con NaOH 0.1 molar a las partículas de coco. También se hace mención de las caracterizaciones DMA, TGA, espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), Pruebas de tensión elongación.

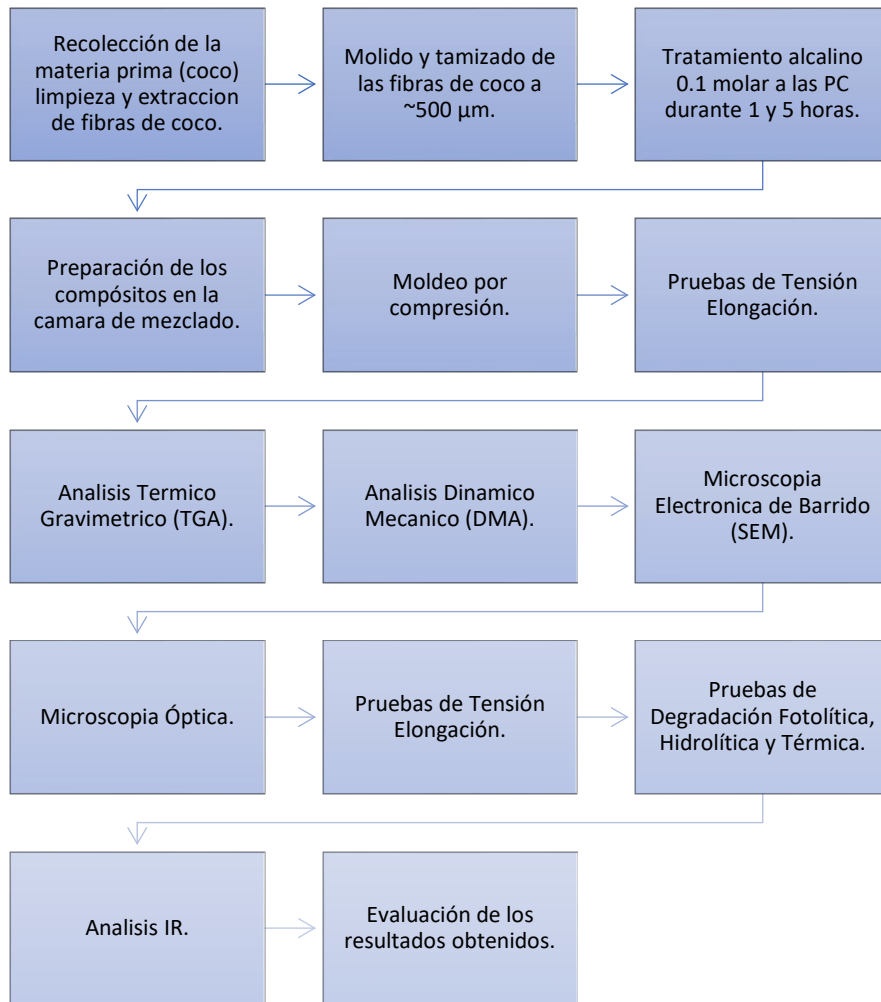


Figura 2.1 Diagrama general de la experimentación.

2.1 Materiales y Reactivos

Materiales

La matriz polimérica a utilizar es el SBS 416 un copolímero en bloque radial con un porcentaje de estireno total del 30%.

Los reactivos empleados para el tratamiento químico de las partículas de coco (PC), fueron hidróxido de sodio (NaOH) y agua desionizada.

Para la realización de los compósitos se utilizó partículas de coco obtenidas del mesocarpio de la fruta, llevando consigo un proceso de extracción el cual consta de la extracción manual de las fibras, para después deshidratarlas en un horno analítico a 30 °C durante 24 horas aproximadamente y así introducirlas a un molino industrial el cual reduce el tamaño de la fibra a un tamaño de partícula de ~500 µm.

Reactivos

- Partículas de coco tamizados en malla #35 con un tamaño de partícula de ~500 micras.
- Solución de hidróxido de sodio 0.1 M.
- Agua desionizada.

2.2. Equipos

Los análisis de formulación y caracterización de los compósitos de matriz polimérica SBS con PC con y sin tratamiento químico se realizaron en las instalaciones del Centro de Investigación de Petroquímica Secundaria del Instituto Tecnológico de Ciudad Madero (ITCM), las pruebas de tensión elongación y las micrografías se llevaron a cabo fuera del centro de Investigación. Mencionando a continuación los equipos usados a lo largo del proyecto:

- Cámara de mezclado, C.W. BRABENDER Intelli-Torque Plasti-Corder
- Prensa hidráulica caliente, DAKE
- Balanza Analítica, Adventurer Pro Modelo AV264C

- Agitador mecánico, IKA
- Parrilla de calentamiento, IKA RH DIGITAL
- Red Line Analytic Oven.
- TGA, TA Instruments modelo Q600 SDT
- DMA, TA Instruments modelo Q800
- Perkin Elmer Spectrum 100 FT-IR Spectrometer
- Maquina Universal de Pruebas Físicas, INSTRON modelo 5982
- Microscopio Óptico Carl Zeiss modelo Axio Lab.A1

2.3. Preparación de hidróxido de sodio

Para preparar 0.1 molar de hidróxido de sodio, Se utilizo agua desionizada y NaOH en forma de pellets, para una concentración de 0.1 molar de peso 4 g de hidróxido de sodio y con la ayuda de un agitador mecánico se programa con agitación constante de 1 hora a temperatura ambiente y 300 rpm, terminando la agitación se afora en 1 litro con agua desionizada.

2.4. Preparación de las partículas de fibras de coco

En la preparación de las partículas de fibras de coco. Las fibras de coco se cortan a un tamaño no mayor de 1 cm aproximadamente para después introducirlos en una licuadora convencional para reducir a un más el tamaño de la fibra, posteriormente se introducen en un molino analítico de la marca IKA, logrando un tamaño de partícula considerable para finalmente tamizarlas en una malla numero 35 (~500 μm) propuesto para este proyecto.

2.5. Tratamiento de las partículas de fibras de coco

Las partículas de coco se mezclan con la solución de hidróxido de sodio 0.1M a 50 °C con agitación constante a dos tiempos 1 hora y 5 horas, el método propuesto sugiere 2 g de partículas de coco por cada 100 ml, se realizaron 2 lavados con agua desionizada estabilizando el ph a 10

2.6. Preparación del compuesto SBS-partículas de coco

Previo a realizar el proceso de mezclado se analiza el material con un análisis termogravimétrico (TGA) para determinar las condiciones óptimas de procesamiento para este caso en particular son 100 °C, 60 rpm y un tiempo de mezclado de 15 min. El SBS se mezcla con las partículas de coco en el plastografo Brabender.

2.7. Moldeo por compresión

El compuesto obtenido con partículas de coco se prensa en diferentes moldes específicos para su posterior caracterización, esto se realiza a 150° C a diferentes presiones y tiempos para este caso en concreto se utiliza la rampa de calentamiento descrita en la Tabla 3, uno de los objetivos planteados en este trabajo es encontrar las condiciones adecuadas de calentamiento sin degradar térmicamente el material y así realizar las caracterizaciones sin afectar los resultados obtenidos.

Tabla 2.1 Rampa de compresión de compuestos poliméricos

Tiempo (Minutos)	Presión (Toneladas métricas)
5	0
3	5
2	10

En la figura 2.2a se muestra el resultado obtenido mediante la técnica de moldeo por compresión del material compuesto, la cual tiene unas dimensiones 10 cm x 15 cm x 0.26 cm. Las cuales posteriormente se cortan con una a la Norma ASTM D412-68.

las láminas se obtienen por moldeo por compresión realizadas en una prensa hidráulica caliente, bajo las mismas condiciones de la Tabla 3. Las cuales se realizaron sin un molde definido solo con el uso de unas placas de metal entre dos láminas de acetato, esto para evitar que el material se adhiriera a la superficie metálica, las láminas obtenidas cuentan con un grosor aproximado de 0.06 mm mostradas en la Figura 9b. Esto para poder cortarlas en pequeñas láminas de 1 mm x 1 mm para su posterior caracterización por FTIR mostradas en la figura 2.3.

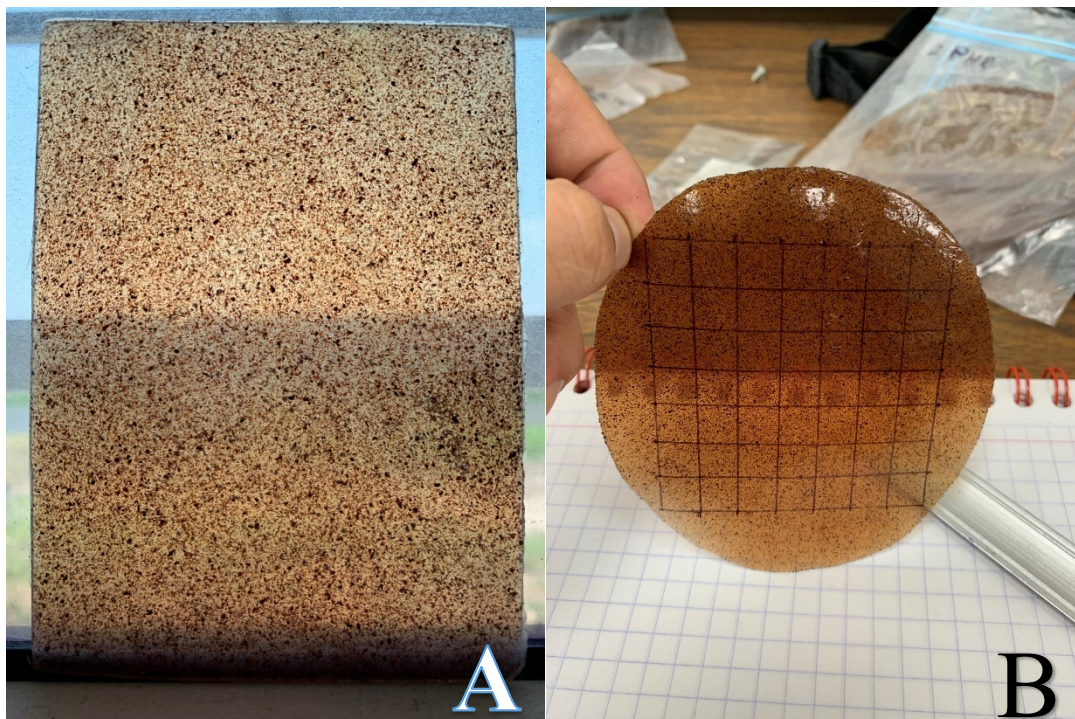


Figura 2.2 Laminas obtenidas de la técnica moldeo por compresión. A) con molde de 10 cm x 15 cm x 0.26 cm., B) sin molde utilizando dos placas metálicas con acetato.

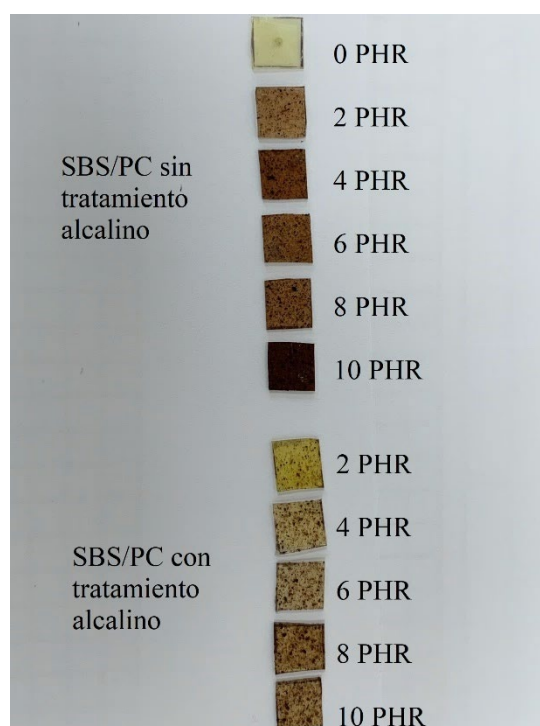


Figura 2.3 Láminas 1 cm x 1 cm x 0.06 cm, utilizadas para las caracterizaciones por IR, microscopía óptica y pruebas de termo degradación.

2.8. Análisis Dinámico Mecánico

La técnica de caracterización DMA (Dynamic Mechanical Analysis), definida en español como análisis dinámico mecánico, es determinada por la aplicación de una fuerza oscilante sobre una muestra, y se evalúa la respuesta del material a esa fuerza. En la figura 2.4 se describen las fuerzas que intervienen en el DMA, donde se aplica una fuerza oscilatoria (señal roja), generando una señal de deformación sinusoidal. Considerando la amplitud y la deformación se pueden determinar parámetros como el módulo elástico, módulo viscoso. Estas propiedades son descritas frecuentemente como la habilidad para perder energía en forma de calor (amortiguación) y la habilidad de recuperarse de la deformación (elasticidad). Para materiales puramente elásticos (el esfuerzo es proporcional a la deformación) el máximo esfuerzo ocurre a una máxima deformación, y ambos la señal de esfuerzo y la señal de la deformación se encuentran en fase. Para un material puramente viscoso (el esfuerzo es proporcional a la velocidad de deformación), el máximo esfuerzo ocurre cuando la velocidad de deformación es máxima (cuando la velocidad de flujo es la máxima) y el esfuerzo y la deformación están fuera de fase a 90° o $\pi/2$ radianes. Para los materiales viscoelásticos hay una diferencia de fase entre la señal de esfuerzo y la señal de deformación.



Figura 2.4 Relación entre la señal de esfuerzo y deformación para materiales puramente elástico (sólido ideal) y puramente viscoso (líquido ideal) y materiales viscoelásticos.

El análisis dinámico mecánico se realizó a todos los compósitos con el objetivo de identificar las propiedades viscoelásticas de los mismos, en respuesta ante impulsos y deformación en tiempo y frecuencia. El DMA se realizó en un equipo de TA Instruments de la serie Q800 utilizando una mordaza dual cantiléver, la muestra presenta unas dimensiones de $20 \times 15 \times 3 \text{ mm}^3$, la medición se realizó de -90°C a 150°C con una velocidad de calentamiento de $5^\circ/\text{min}$.

2.9. Análisis Termogravimétrico TGA

El análisis termogravimétrico (TGA) se usa para caracterizar las propiedades físicas y químicas de los materiales, en función de la temperatura en una atmósfera controlada de forma precisa. Este método proporciona información valiosa para el control de calidad, el desarrollo y la investigación. Esta prueba se realizó en un equipo de TA Instruments de la serie Q600 que analiza de manera simultánea DSC/TGA (STD). Esta prueba se realizó de 30 a 600°C con una velocidad de calentamiento de 10°C/min utilizando porta muestras de aluminio, considerando 10mg de muestra en una atmosfera de nitrógeno con una velocidad de flujo de 10 ml/min.

2.10 Análisis de las Pruebas Tensiles

El ensayo de tensión es uno de los métodos más importantes para determinar las propiedades mecánicas, ya que consiste en someter a una probeta normalizada a una carga axial de tensión hasta que se produce la rotura ver figura 2.5. Esta técnica de ensayo determina las propiedades mecánicas tales como la fuerza, módulo de elasticidad y el esfuerzo.

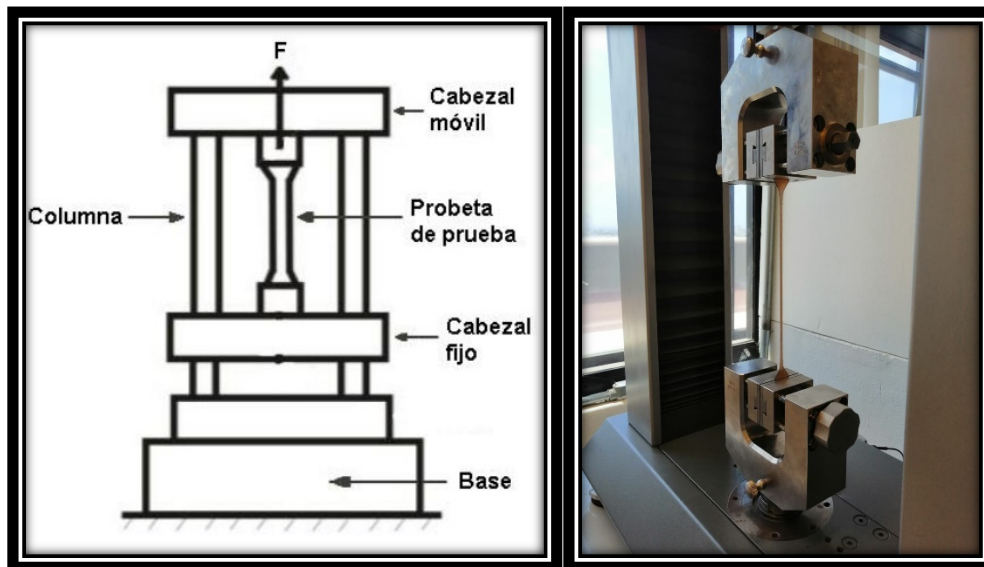


Figura 2.5 Ensayo de Tensión

Las pruebas de tensión se evaluaron en los compósitos utilizando una maquina universal INSTRON modelo 5982 con una celda de 100 kN a condiciones controladas. Las pruebas se realizaron por la metodología D412-68 ASTM donde las probetas presentaban las siguientes dimensiones de 140 mm x 15 mm x 2.6 mm, mostrada en la figura 2.6. La mordaza empleada fue

crosshead y se evaluó a una velocidad de 20 in/min, el promedio de la evaluación fue realizado por el resultado de prueba de 5 especímenes.

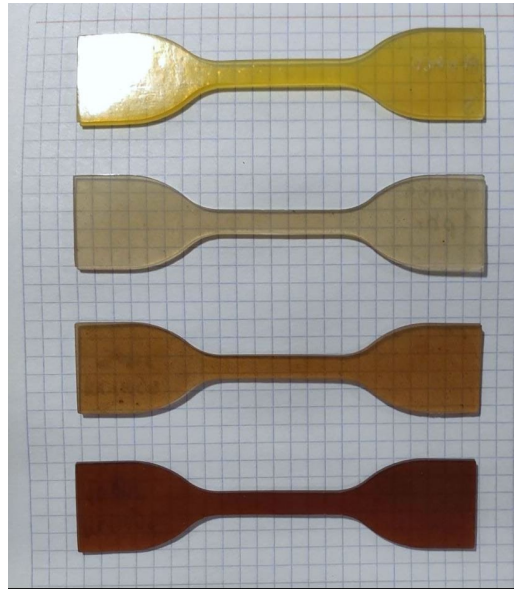


Figura 2.6 Probetas cortadas de acuerdo a la norma ASTM D412-68

2.10. Pruebas de Fotodegradación.

Las pruebas de fotodegradación se realizaron con el objetivo de analizar si existe alguna degradación por la exposición a luz UV de los compósitos de SBS que contienen diferentes proporciones de partículas de sargazo PS. Debido a que la resistencia al envejecimiento puede resultar beneficioso para aplicaciones al aire libre, o bien el aumento del grado de envejecimiento puede resultar positivo para la degradación de los polímeros. La fotodegradación crea un ambiente artificial acelerado de las condiciones de radiación solar, las condiciones para que pueda ser inducida la fotodegradación debe contener alguno de los siguientes factores:

- 1) Distribución de la longitud de onda de luz incidente.
- 2) Presencia de oxígeno
- 3) Nivel de humedad
- 4) Procesamiento de material

La fotodegradación conduce a la disminución de propiedades mecánicas y a la biodegradabilidad por la disminución de peso molecular. Las condiciones de la fotodegradación

utilizadas en esta experimentación se desarrollaron con una lámpara de 254nm y 25 watts (figura 14 a), la irradiación de luz UV se estableció en películas flexibles de dimensiones de 1 cm x 1 cm x 0.06 cm de los diferentes compósitos de SBS con diferentes proporciones de PC mostrado, cada compósito se expuso a (1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40) horas de exposición.

La figura 2.7 a, 2.7 b y 2.7 c. Se muestra las diferentes partes de la cámara de fotodegradación donde se acomodaron las laminas sujetadas con unas pinzas de madera en una esquina de la muestra para no cubrir toda el area del material, en instancia se acomodaron de tal forma que la radiacion sea dirigida uniformemente a toda la pelicula asi que se decidio a separar las muestras un centimetro aproximadamente unas de otras.



Figura 2.7 a) vista lateral de la cámara de fotodegradación, b) vista superior de la cámara de fotodegradación, c) cubierta de la cámara de fotodegradación.

2.11. Pruebas de degradación hidrolítica.

Las pruebas de degradación hidrolítica se desarrollaron con el objetivo de analizar si el efecto de hidratación en los compósitos, incrementa o disminuye la masa y que enlaces se ven afectados o no en el proceso, para lo cual se analizaron con espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), cada compósito se expuso a (1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40) horas de exposición de hidratación. La degradación hidrolítica se desarrolló en un tiempo de exposición de 8 días distribuidos en sesiones de 4 días durante 2 periodos, al término de cada periodo se realizó el análisis por FTIR para registrar el cambio en grupos funcionales. El primer día se recolecto las muestras de (1, 2, 3, 4, 5) horas estas para evaluar su comportamiento, en la figura 2.8 a y 2.8 b se muestra el antes y durante el proceso de hidrodegradación.

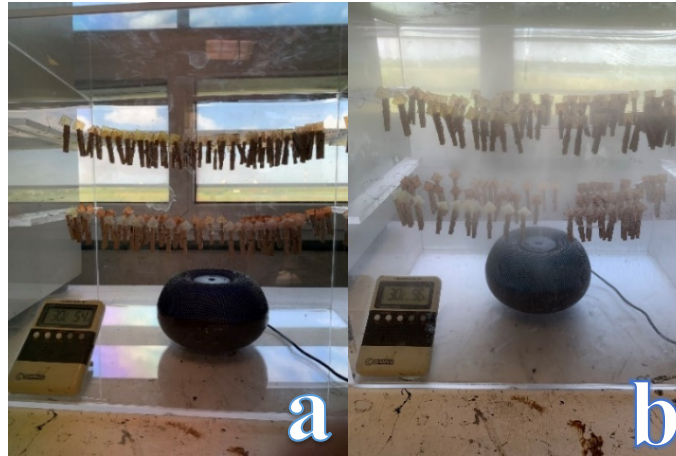


Figura 2.8 Proceso de hidródegradación.

2.12. Pruebas de degradación térmica.

Las pruebas de degradación térmica se desarrollaron con el objetivo de analizar el efecto cinético de degradación por exposición a temperaturas de (140, 150, 160) °C en los compósitos y por consiguiente evaluar los cambios de los grupos funcionales utilizando la técnica del área bajo la curva de las señales representativas del copolímero, para lo cual se analizaron con espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), cada compósito se expuso a (1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40) horas de exposición de termodegradación. La degradación térmica se desarrolló en un tiempo de exposición de 8 días distribuidos en sesiones de 4 días durante 2 periodos, al término de cada periodo se realizó el análisis por FTIR para registrar el cambio en grupos funcionales. El primer día se recolecto las muestras de (1, 2, 3, 4, 5) horas estas para evaluar su comportamiento, en la figura 2.9 a y 2.9 b se muestra el equipo usado y la colocación de las muestras.

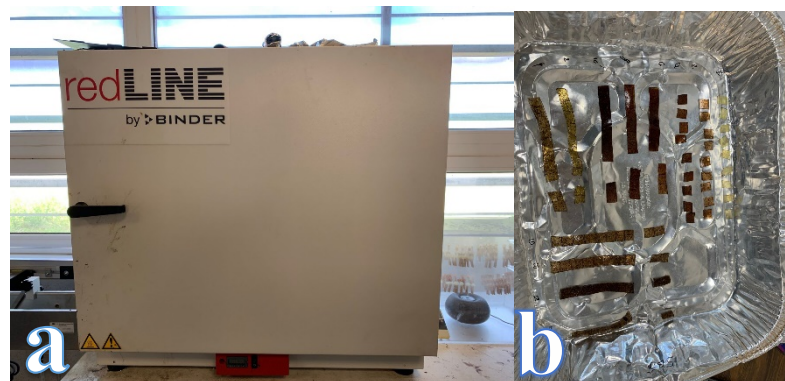


Figura 2.9. Representación del proceso de termodegradación.

2.13. Análisis Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

La técnica de microscopía electrónica de barrido conocida como SEM por sus siglas en inglés, esta técnica determina las características morfológicas de la superficie que barre el haz. La superficie debe ser eléctricamente conductora, independientemente de que esté o no pulida y atacada. Los posibles aumentos que puede alcanzar esta técnica son de 10 a 50 000 diámetros, con gran profundidad de campo. El funcionamiento del SEM inicia en la aceleración de electrones en un campo eléctrico, estos electrones viajan a través de un cañón, donde se produce un haz de electrones de alta energía (electrones incidentes) y con apoyo de un sistema de lentes (condensador y objetivo) se logra reducir la imagen del filamento, de manera que incida en la muestra un haz de electrones lo más pequeño posible para mejorar la resolución. El haz de electrones incide sobre la muestra y genera interacciones, como respuesta al impacto electrónico la energía que pierden los electrones al incidir produce electrones llamados secundarios y retro dispersados, estos electrones que salen de la muestra son detectados mediante dispositivos que registran cada uno la cantidad de electrones detectados y lo convierten en una señal digital que se interpreta como intensidad de color, para construir una imagen.

2.14. Análisis de FTIR

La técnica de espectroscopia de infrarrojo (IR) identifica las vibraciones de los enlaces químicos (orgánicos) y proporciona información de los grupos funcionales presentes. Un rayo de luz IR atraviesa la muestra que puede ser sólida, líquida o gaseosa, cuando la frecuencia de excitación de un enlace o grupo de enlaces coinciden con las frecuencias inducidas por la luz IR se produce la absorción energética. La absorción de radiación en el infrarrojo se limita en gran parte a especies moleculares, para las cuales existen pequeñas diferencias de energía entre los distintos estados vibracionales y rotacionales. Para absorber radiación en el infrarrojo, una molécula debe sufrir un cambio neto en el momento dipolar, como consecuencia de su movimiento de vibración o rotación. La prueba de caracterización para los compósitos se realizó por espectroscopia infrarroja, utilizando un equipo de la marca Perkin Elmer Spectrum 100 con un accesorio ATR, en un rango de 4000 a 600 cm^{-1} , con 12 escaneos y una resolución de 4 cm^{-1} .

3. Resultados y discusión

En la siguiente sección se muestran los resultados obtenidos de las caracterizaciones correspondientes de los compósitos con modificación química y sin modificación de las partículas de coco.

3.1. Análisis Dinámico Mecánico (DMA) de los compósitos de SBS/PC

En la Figura 19 se muestran los espectros de análisis termo mecánico dinámico (DMA) para SBS puro y compósitos reforzadas con diferentes proporciones de partículas de coco (0, 2, 4, 6, 8, 10 PHR), medido a una frecuencia de 1 Hz y una rampa de $5\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ en un rango de $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $150\text{ }^{\circ}\text{C}$. La región vítrea de los compósitos basados en SBS se encuentra a una temperatura baja de aproximadamente $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$, donde el movimiento de la cadena se congela en una red rígida y el SBS posee un módulo de almacenamiento alto. A medida que aumenta la temperatura, el módulo de almacenamiento se reduce gradualmente debido a la liberación del movimiento de la cadena.[40]

En la figura 3.1 A, el módulo de almacenamiento de SBS mejora sustancialmente mediante la incorporación de PC en el rango de temperatura escaneada. Al comparar el módulo de almacenamiento a temperatura ambiente (figura 3.1 B), se observa que el módulo de almacenamiento aumenta en relación a la concentración de PC, obteniendo un incremento máximo del módulo de almacenamiento en la concentración de 8 phr, mejorando casi 2.4 veces. Este efecto se atribuye principalmente a la concentración de las PC, la dispersión, morfología (forma, tamaño y relación de aspecto), área superficial, orientación, obteniendo una mayor densidad de reticulación y módulo de almacenamiento [41]. El gráfico de $\tan \delta$ de SBS y sus compósitos se representan en la figura 3.1C, y la tabla 3.1 resume los datos de T_g y su valor máximo. En la figura 3.1 C, SBS y las diferentes concentraciones con PC tienen dos procesos de relajación característicos uno a baja temperatura (alrededor de $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$) está relacionado con la temperatura de T_g (transición vítrea) del bloque PB (polibutadieno) (T_{g1}). El otro a unos $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ pertenece a la T_g de PS (poliestireno) (T_{g2}). A medida que incrementa la concentración, la posición de T_{g1} se mueve hacia una temperatura más alta, mientras que la posición de T_{g2} se desplaza hacia una temperatura más baja.

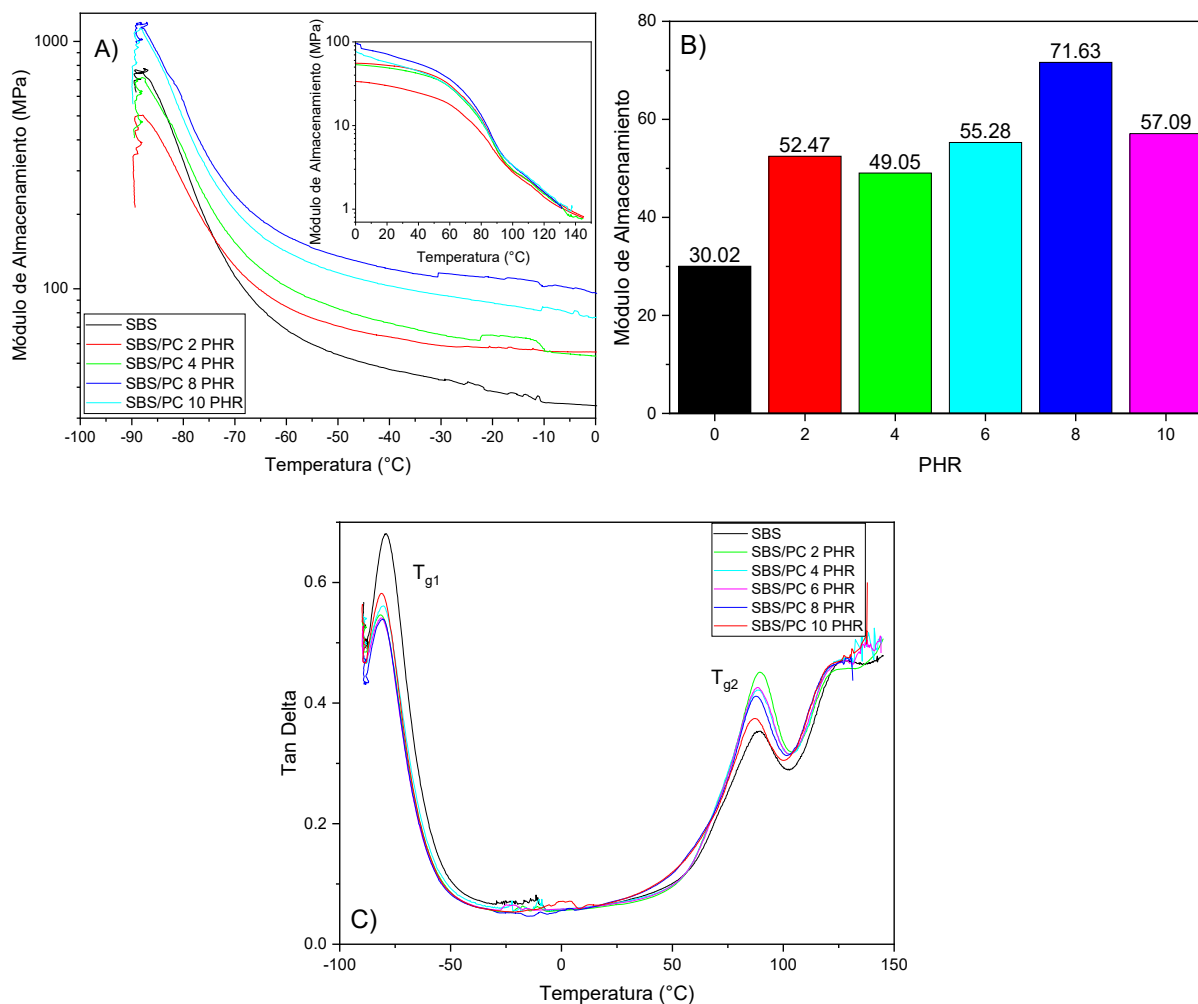


Figura 3.1 (A) Curvas del Módulo de almacenamiento de los compósitos SBS/PC, (B) módulo de almacenamiento de los compósitos a temperatura ambiente, (C) curvas tan δ de los compósitos.

Tabla 3.1 Datos DMA de los compósitos sin tratamiento alcalino

CONTENIDO DE PC	T_{g1} (°C)	Pico Tan $\delta 1$	T_{g2} (°C)	Pico Tan $\delta 2$	Módulo de Almacenamiento
					a Temperatura Ambiente (MPa)
0 (SBS)	-79.19	0.68	89.53	0.35	30.02
2 PHR	-81.53	0.54	89.16	0.45	52.47
4 PHR	-80.28	0.56	88.36	0.42	49.05
6 PHR	-81.25	0.54	88.71	0.43	55.28
8 PHR	-80.52	0.54	87.67	0.41	71.63
10 PHR	-80.98	0.58	87.21	0.37	57.09

3.1.1. Refuerzo de partículas de coco (PC) con tratamiento alcalino durante 5hr

En la Figura 3.2A se muestra el comportamiento reológico de los compuestos SBS/PCT5H, donde los materiales de refuerzo PC tuvieron un tratamiento alcalino con hidróxido de sodio por un periodo de 5 horas, se observa que el módulo de almacenamiento presenta un aumento significativo del parámetro específicamente de la muestra SBS/PCT5H_6PHR de un 57% con respecto a la referencia, el tratamiento químico de las fibras genera un cambio en su área superficial generando una mejor interacción de las PC con la matriz polimérica [43]. En la figura 3.2B se expone el módulo de almacenamiento de los diferentes compósitos con tratamiento alcalino a temperatura ambiente obteniendo un aumento de 1.9 veces del módulo de almacenamiento para el compósito SBS/PCT5H 8 PHR en comparación con la referencia. En la figura 20C se evalúa el parámetro $Tan \delta$, observado con la incorporación de las fibras tratadas una concentración de esfuerzos de tensión junto con las características viscoelástica de la disipación de energía de la matriz, la $Tan \delta$ representa la adhesión entre la matriz y la fibra, si existe una pobre interacción entre estas se presentarán valores altos de $Tan \delta$, por otro lado, una mayor adhesión reduce el movimiento de las moléculas del polímero, reduciendo su valor. En la Figura 20C el compuesto con menor valor de $Tan \delta$ es la identificada como SBS/PCT5H 8phr, la temperatura a la cual el compuesto alcanzó su máximo es referida como la T_{g2} del Poliestireno [38]. La tabla 3.2 resume los datos de T_g del copolímero y su valor máximo de $Tan \delta$.

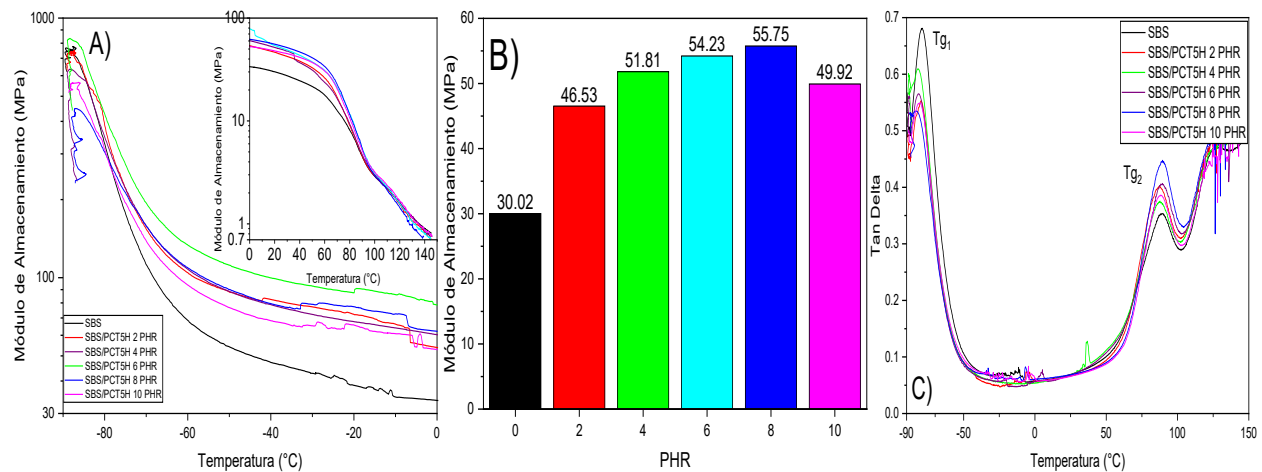


Figura 3.2 (A) Curvas del Módulo de almacenamiento de los compósitos SBS/PCT5H, (B) módulo de almacenamiento de los compósitos a temperatura ambiente, (C) curvas $Tan \delta$ de los compósitos.

Tabla 3.2 Datos DMA de los compósitos con tratamiento alcalino por 5 horas

CONTENIDO DE PC	T _{g1} (°C)	Pico Tan δ1	T _{g2} (°C)	Pico Tan δ2	Módulo de Almacenamiento
					a Temperatura Ambiente (MPa)
0 (SBS)	-79.19	0.68	89.53	0.35	30.02
2 PHR	-79.98	0.55	87.46	0.40	46.53
4 PHR	-82.05	0.61	87.74	0.38	51.81
6 PHR	-81.60	0.56	89.37	0.41	54.23
8 PHR	-83.38	0.53	89.40	0.45	55.75
10 PHR	-80.56	0.55	88.16	0.39	49.92

3.2. Análisis termogravimétrico (TGA) de los compósitos SBS/PC

De acuerdo con los termogramas de la Figura 3.3 se aprecian pérdidas de peso en tres regiones. La pérdida de peso por debajo de 150 °C atribuye a la evaporación de humedad adsorbida; adicionalmente se presenta en todos los compuestos una etapa de degradación alrededor de 250 °C correspondiente a la matriz polimérica; donde el inicio de la degradación observada en el termograma es atribuido a la degradación de la celulosa, por el inicio del rompimiento de los enlaces glicosídicos [44].

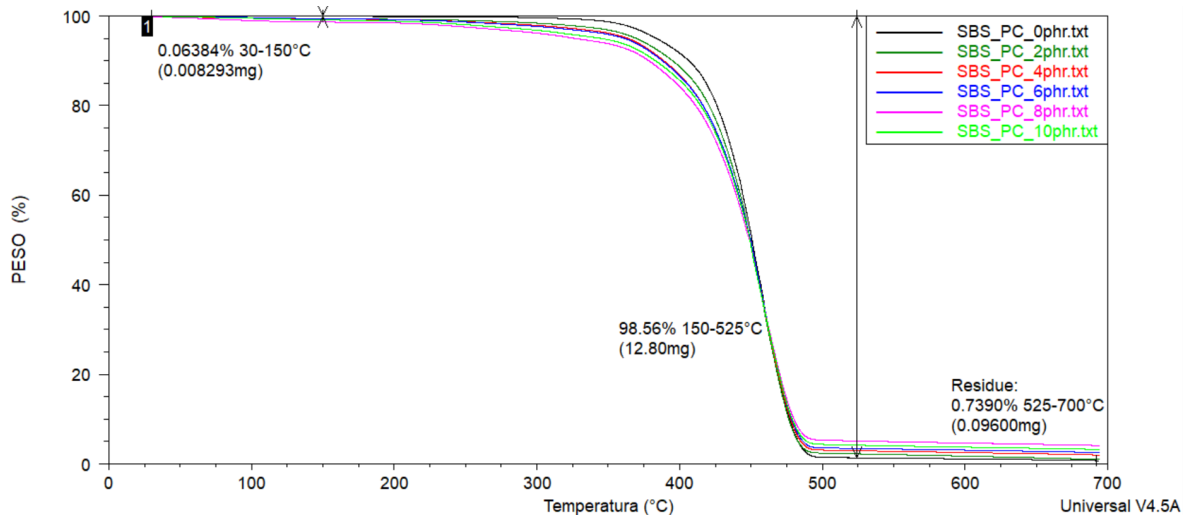


Figura 3.3 Termogramas TGA de los compósitos SBS/PC sin modificación alcalina

Por otro lado, en la Figura 3.4 el tratamiento alcalino en las PC tuvo un efecto insignificante en el inicio de la degradación térmica con respecto a las partículas sin tratamiento químico. Se infiere que la presencia de la concentración de las PC facilita la degradación inducida térmicamente [2]. Adicionalmente, se puede apreciar que el residuo carbonoso al final de la prueba es mayor para los compuestos modificados con PC, posiblemente debido al contenido de iones metálicos y la lignina [45]. No obstante, las curvas obtenidas por análisis termogravimétrico no aportan mucha información sobre la química molecular de las partículas de coco tratadas químicamente PCT, donde la superficie de las PC presentó un tratamiento alcalino.

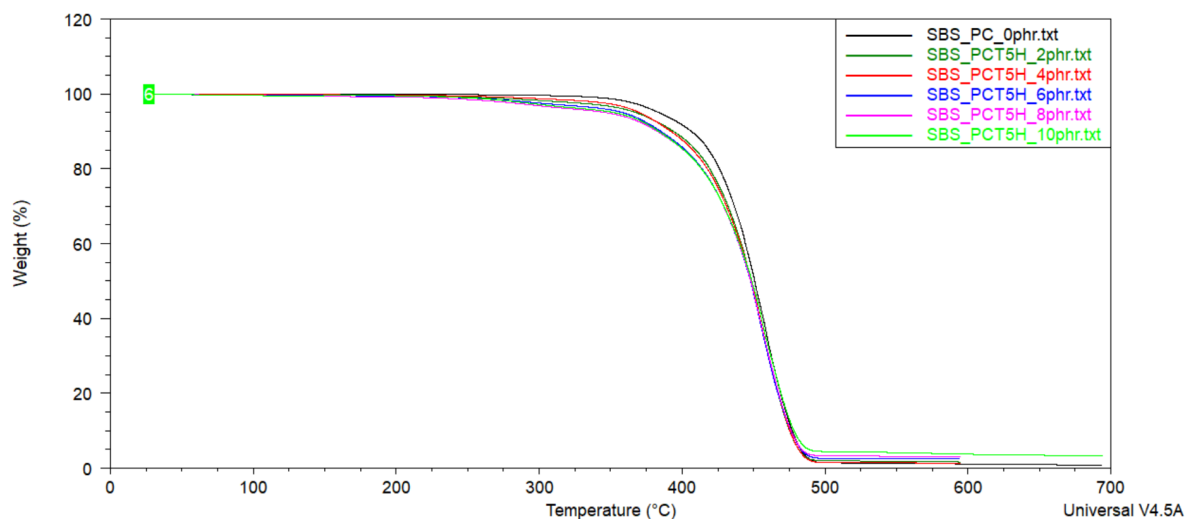


Figura 3.4 Termogramas TGA de los compuestos SBS/PC con modificación alcalina.

La Tabla 3.4 muestra las temperaturas de inicio de degradación, las temperaturas máximas de degradación (es decir, los picos en las curvas de derivadas presentadas en la Figura 22 y el residuo que presentan cada uno de los compuestos modificados con PC y PCT. En el apéndice A2 se exponen los gráficos individuales correspondientes a cada composición en el cual se detalla la pérdida de peso porcentual y el pico de temperatura máxima de degradación mencionado anteriormente en la tabla 6.

Tabla 3.4 Datos térmicos obtenidos a partir de los Termogramas de TGA

Muestra	Inicio de Temp. de degradación (°C)	Temp. de degradación max. de pico (°C)	Residuo a 700°C (%)
SBS_PC_0PHR	290.5	459.8	1.5
SBS_PC_2PHR	152.3	454.5	2.4
SBS_PC_4PHR	114.2	453.2	3.1
SBS_PC_6PHR	100.3	454.5	3.6
SBS_PC_8PHR	84.9	453.2	5.3
SBS_PC_10PHR	77.5	451.8	4.4
SBS_PCT5H_2PHR	152.8	451.0	2.0
SBS_PCT5H_4PHR	138.0	456.1	1.5
SBS_PCT5H_6PHR	80.6	453.3	2.6
SBS_PCT5H_8PHR	85.9	454.4	3.3
SBS_PCT5H_10PHR	77.5	457.2	4.4

En las figuras 3.5 y 3.6, la velocidad de degradación de los compósitos SBS/PC y SBS/PCT es un poco más lenta con respecto a la referencia, la muestra SBS/PC_0phr se degrada térmicamente a la temperatura más alta y presenta la velocidad de degradación máxima a la temperatura cercana a 459°C. La velocidad de degradación alta favorece a procesos rápidos de pirolisis a altas temperaturas produciendo productos volátiles. Por otro lado, los compuestos realizados con las PC con tratamiento alcalino PCT presentan la misma tendencia solo que a temperaturas ligeramente más bajas, además que los porcentajes en peso alcanzados en las temperaturas indicada para el cálculo de residuo, relacionado con la celulosa y hemicelulosa de las PCT, disminuye a consecuencia de los tratamientos alcalinos ver Tabla 1 [46].

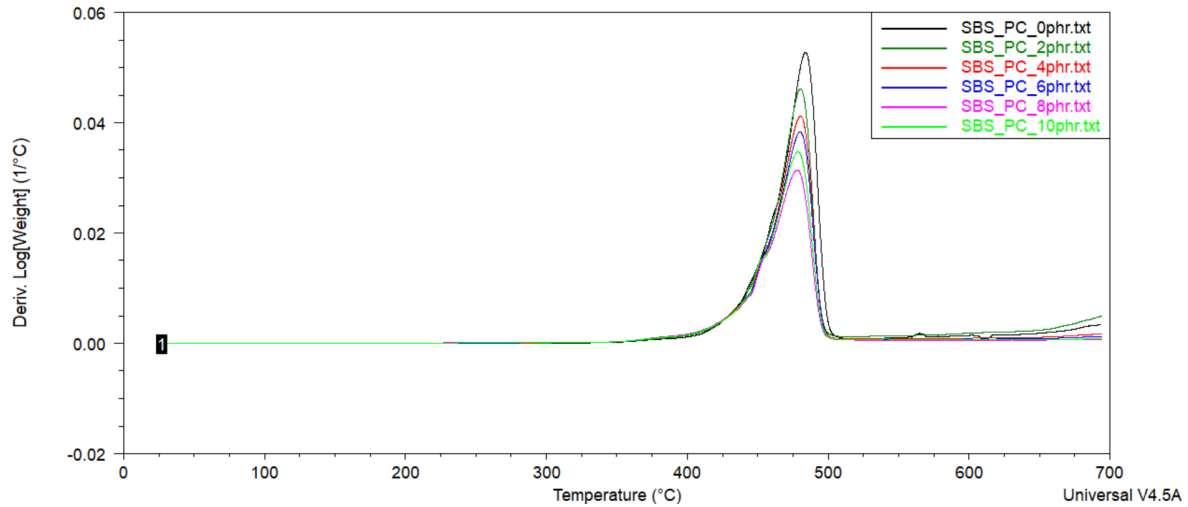


Figura 3.5 Termograma diferencial en función de la temperatura para compuestos SBS/PC y su comparación con el SBS puro.

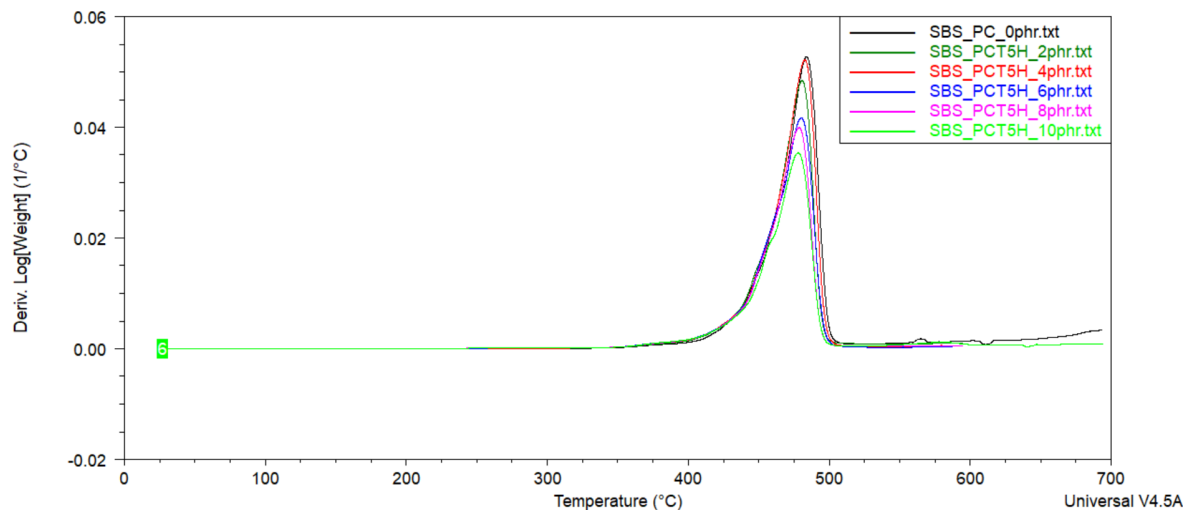


Figura 3.6 Termograma diferencial en función de la temperatura para compuestos SBS/PCT y su comparación con el SBS puro.

En la Figura 3.7 se presenta un comparativo de los compuestos con 8phr de PC y PCT respectivamente comparadas con la referencia y se puede observar que el tratamiento alcalino realizado a las PC no genera una mejora en la temperatura de degradación, sin embargo, los porcentajes de peso determinados para el residuo a 700°C disminuye por el efecto del tratamiento alcalino. El compuesto SBS/PC_8phr presenta el mayor % de residuo lo cual es indicativo de la fuerte interacción interfacial entre la fibra de coco y la matriz SBS [47].

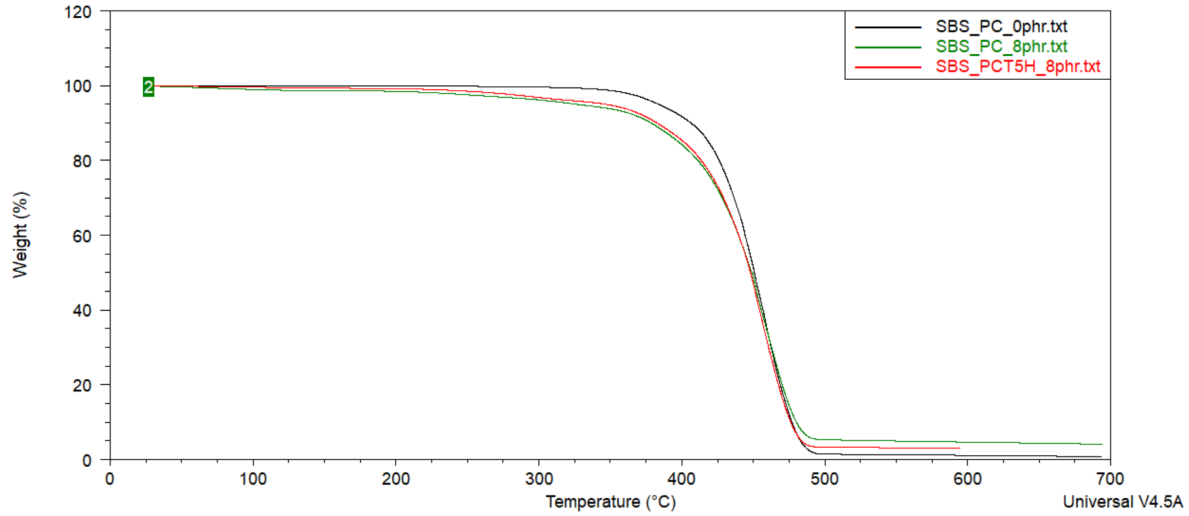


Figura 3.7 Termogramas TGA de los compuestos SBS con PC y PCT a 8PHR en comparación con la referencia

En la Figura 3.8 se muestra la velocidad de degradación de los compuestos, siendo la muestra SBS/PC_8phr más lenta con respecto a la referencia, la muestra SBS/PC_0phr se degrada térmicamente a la temperatura más alta y presenta la velocidad de degradación máxima a la temperatura cercana a 459°C.

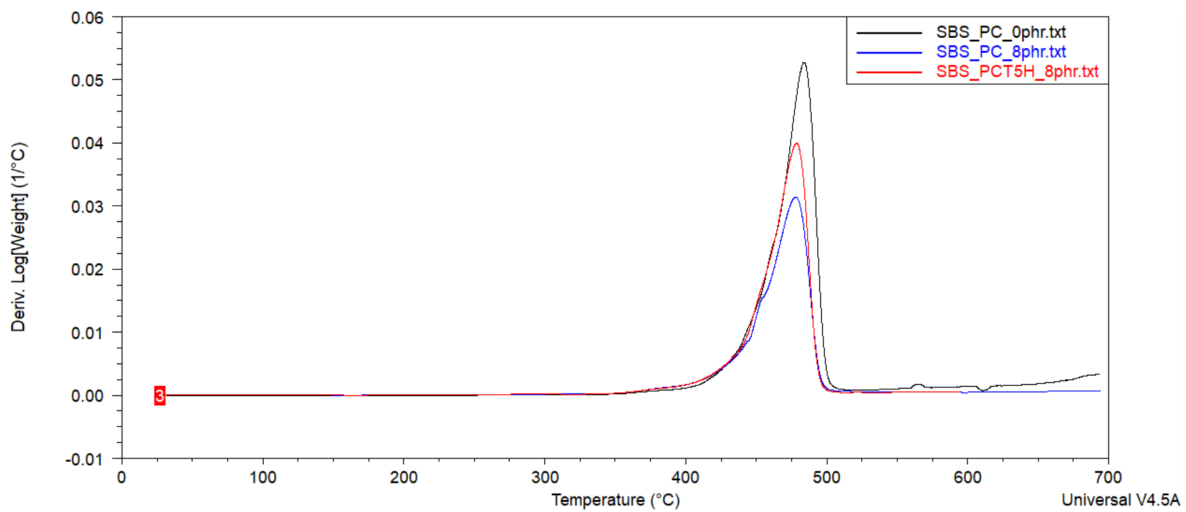


Figura 3.8 Velocidad de pérdida de masa de muestra con respecto a la temperatura, para compuestos SBS/PCT y SBS/PC prístinos

3.3. Pruebas tensión elongación

En las tablas de 3.5 a 3.10 se muestra el reporte estadístico de los ensayos a los que se sometieron las probetas (0, 2, 4, 6, 8, 10) PHR sin tratamiento alcalino. El comportamiento estadístico que presentan los compósitos sometidos a procesos de tensión elongación a una velocidad de 200 mm/min, utilizando mordazas 10KN con un número de repeticiones de 5 por cada espécimen. Los resultados mostrados en la figura 3.9 corresponden a los compósitos sin tratamiento alcalino, muestran un aumento del 38.47 % de elongación para el espécimen a 4 PHR en comparación con la referencia (SBS). En las tablas de 3.11 a 3.15 se incluye el reporte estadístico de cada espécimen (2, 4, 6, 8, 10) PHR, en el cual se plasma los resultados correspondientes a los compósitos con tratamiento alcalino por 5 horas, en la cual se observa una disminución en cuanto al porcentaje de elongación y la tensión presentada en dichos compósitos plasmada en la figura 3.10. En la figura 3.11 se muestra el gráfico comparativo de el compósito SBS/PC con tratamiento alcalino por 1 hora, en la cual se plasma una disminución tanto en porcentaje de elongación y tensión aplicada a la probeta.

Tabla 3.5 Reporte estadístico de tensión para SBS

Blanco								
Series n = 5	Esp. mm	Ancho mm	Long trab mm	Área mm ²	M Elast. MPa	σ Cedencia MPa	σ Tensión MPa	Elong. %
x	2.293	6.342	65.00	14.54	69.38	1.64	5.26	399.20
s	0.06861	0.04665	0.00	0.3327	29.08	0.47	2.00	143.07
v	2.99	0.74	0.00	2.29	41.92	28.61	38.00	35.84

Tabla 3.6 Reporte estadístico de tensión para SBS/PC 2 PHR

2 phr								
Series n = 5	Esp. mm	Ancho mm	Long trab mm	Área mm ²	M Elast. MPa	σ Cedencia MPa	σ Tensión MPa	Elong. %
x	2.008	6.436	65.00	12.75	61.30	1.62	6.27	437.67
s	0.1399	0.02702	0.00	0.6312	27.47	0.52	0.94	59.49
v	6.97	0.42	0.00	4.95	44.81	32.17	15.00	13.59

Tabla 3.7 Reporte estadístico de tensión para SBS/PC 4 PHR

4 phr								
Series	Esp.	Ancho	Long trab	Área	M Elast.	σ Cedencia	σ Tensión	Elong.
n = 5	mm	mm	mm	mm ²	MPa	MPa	MPa	%
x	1.932	6.41	65.00	12.38	81.78	1.91	6.04	449.75
s	0.06221	0.06083	0.00	0.3713	45.86	0.55	0.89	98.83
v	3.22	0.95	0.00	3.00	56.07	28.82	14.69	21.97

Tabla 3.8 Reporte estadístico de tensión para SBS/PC 6 PHR

6 phr								
Series	Esp.	Ancho	Long trab	Área	M Elast.	σ Cedencia	σ Tensión	Elong.
n = 5	mm	mm	mm	mm ²	MPa	MPa	MPa	%
x	2.182	6.386	65.00	13.93	85.62	1.86	4.93	363.88
s	0.06648	0.04278	0.00	0.4553	16.24	0.22	0.75	51.99
v	3.05	0.67	0.00	3.27	18.96	11.76	15.21	14.29

Tabla 3.9 Reporte estadístico de tensión para SBS/PC 8 PHR

8 phr								
Series	Esp.	Ancho	Long trab	Área	M Elast.	σ Cedencia	σ Tensión	Elong.
n = 5	mm	mm	mm	mm ²	MPa	MPa	MPa	%
x	2.198	6.432	65.00	14.14	64.13	1.54	4.01	329.39
s	0.1268	0.03271	0.00	0.8526	32.68	0.35	0.54	27.09
v	5.77	0.51	0.00	6.03	50.96	22.45	13.49	8.22

Tabla 3.10 Reporte estadístico de tensión para SBS/PC 10 PHR

10 phr								
Series	Esp.	Ancho	Long trab	Área	M Elast.	σ Cedencia	σ Tensión	Elong.
n = 5	mm	mm	mm	mm ²	MPa	MPa	MPa	%
x	2.092	6.398	65.00	13.39	82.19	1.93	4.84	354.69
s	0.1252	0.04087	0.00	0.8295	18.09	0.14	0.38	30.88
v	5.98	0.64	0.00	6.20	22.01	6.98	7.91	8.71

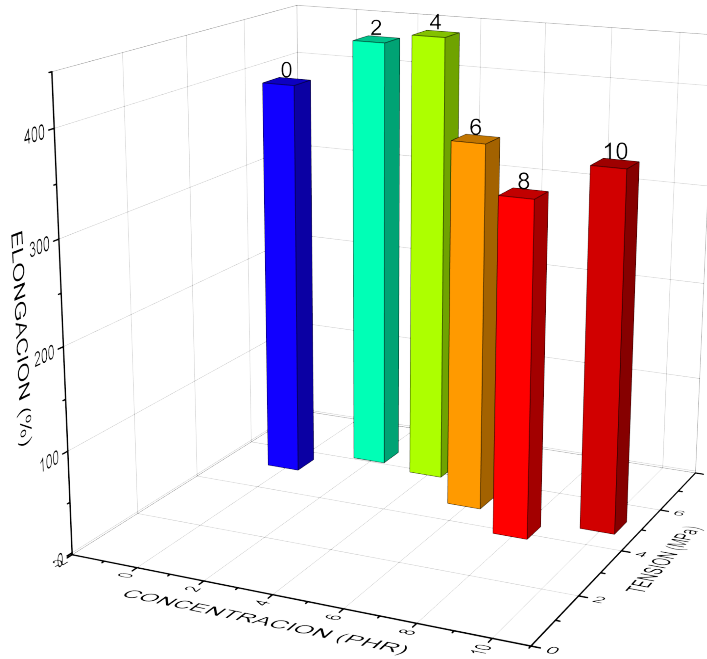


Figura 3.9 Gráfico de tensión vs elongación de los compósitos en función de la concentración para los compósitos SBS/PC

Tabla 3.11 Reporte estadístico de tensión para SBS/PCT5H 2 PHR

2 phr								
Series	Esp.	Ancho	Long trab	Área	M Elast.	σ Cedencia	σ Tensión	Elong.
n = 5	mm	mm	mm	mm ²	MPa	MPa	MPa	%
x	2.252	6.414	65.00	14.45	59.70	1.83	4.17	309.08
s	0.07596	0.0313	0.00	0.5346	22.21	0.34	0.53	51.20
v	3.37	0.49	0.00	3.70	37.21	18.68	12.73	16.57

Tabla 3.12 Reporte estadístico de tensión para SBS/PCT5H 4 PHR

4 phr								
Series	Esp.	Ancho	Long trab	Área	M Elast.	σ Cedencia	σ Tensión	Elong.
n = 5	mm	mm	mm	mm ²	MPa	MPa	MPa	%
x	2.148	6.434	65.00	13.82	66.43	1.66	2.83	206.57
s	0.06611	0.02966	0.00	0.3895	15.77	0.42	1.30	124.60
v	3.08	0.46	0.00	2.82	23.74	25.46	46.02	60.32

Tabla 3.13 Reporte estadístico de tensión para SBS/PCT5H 6 PHR

6 phr								
Series	Esp.	Ancho	Long trab	Área	M Elast.	σ Cedencia	σ Tensión	Elong.
n = 5	mm	mm	mm	mm ²	MPa	MPa	MPa	%
x	2.296	6.388	65.00	14.67	56.15	1.67	3.29	255.02
s	0.1172	0.03493	0.00	0.788	13.67	0.25	0.67	65.13
v	5.10	0.55	0.00	5.37	24.35	14.78	20.38	25.54

Tabla 3.14 Reporte estadístico de tensión para SBS/PCT5H 8 PHR

8 phr								
Series	Esp.	Ancho	Long trab	Área	M Elast.	σ Cedencia	σ Tensión	Elong.
n = 5	mm	mm	mm	mm ²	MPa	MPa	MPa	%
x	2.216	6.374	65.00	14.12	66.49	1.73	4.47	358.10
s	0.09317	0.01817	0.00	0.5782	18.14	0.23	0.99	84.63
v	4.20	0.29	0.00	4.09	27.28	13.17	22.22	23.63

Tabla 3.15 Reporte estadístico de tensión para SBS/PCT5H 10 PHR

10 phr								
Series	Esp.	Ancho	Long trab	Área	M Elast.	σ Cedencia	σ Tensión	Elong.
n = 5	mm	mm	mm	mm ²	MPa	MPa	MPa	%
x	2.212	6.386	65.00	14.13	71.10	1.80	3.49	245.45
s	0.04207	0.02881	0.00	0.2795	6.55	0.07	0.37	30.58
v	1.90	0.45	0.00	1.98	9.22	3.68	10.59	12.46

Tabla 3.16 Reporte estadístico de tensión para SBS/PCT1H 8 PHR

10 phr								
Series	Esp.	Ancho	Long trab	Área	M Elast.	σ Cedencia	σ Tensión	Elong.
n = 5	mm	mm	mm	mm ²	MPa	MPa	MPa	%
x	2.25	6.368	65.00	14.33	71.89	1.92	3.45	175.43
s	0.04301	0.03421	0.00	0.3002	11.39	0.18	0.41	39.14
v	1.91	0.54	0.00	2.10	15.84	9.21	11.86	22.31

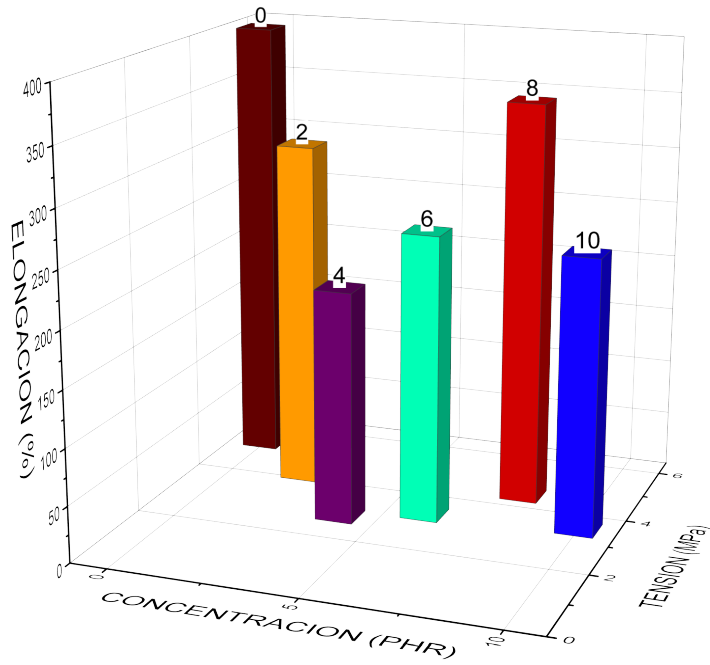


Figura 3.10 Gráfico de tensión vs elongación en función de la concentración para compósitos SBS/PC con tratamiento alcalino por 5h

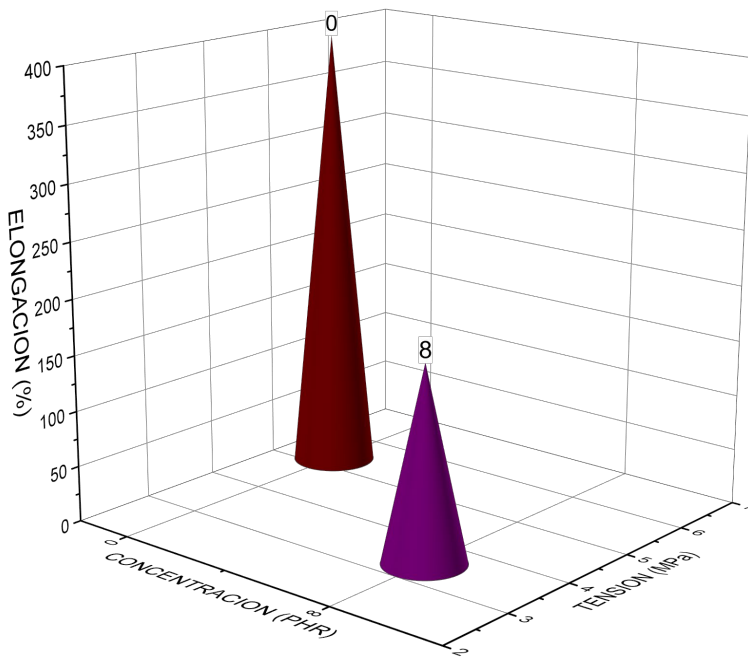


Figura 3.11 Gráfico de tensión vs elongación en función de la concentración para el compósito SBS/PC con tratamiento alcalino durante 1h en comparación con la referencia

3.4. Caracterización por FTIR

Los espectros por FT-IR de las muestras fueron corridas en el equipo PerkinElmer Spectrum 100, para las muestras de los compósitos fueron evaluados en forma de láminas para facilitar la lectura en el equipo, por otro lado, para el espectro de las partículas de coco se improvisó y se colocó una cantidad de partículas en el ATR para facilitar su lectura. Ambos espectros se evaluaron de un rango de 600 cm^{-1} y 4000 cm^{-1} , con una resolución de 4 cm^{-1} y muestreos de 12 barridos para optimizar la calidad de la imagen. En la figura 3.12 se pone en contraste el espectro de las partículas de coco con un tamaño de partícula de $\sim 500\text{ }\mu\text{m}$ contra el SBS 416

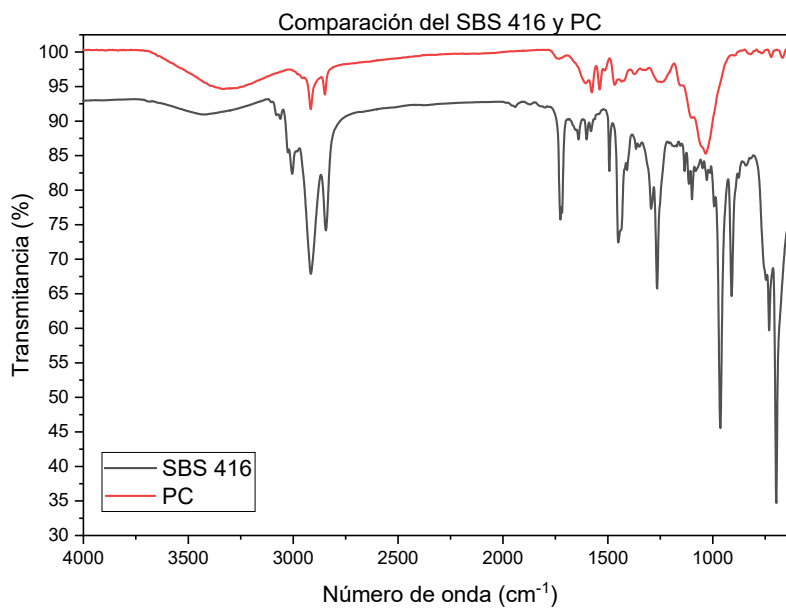


Figura 3.12 Comparación de los espectros SBS y PC

En la figura 3.13 se muestra el espectro de IR con las señales más importantes característicos de los bloques de polibutadieno y poliestireno las cuales se describen a continuación:

Aproximadamente entre $696\text{-}699\text{ cm}^{-1}$ corresponden a flexiones fuera del plano de los grupos CH del anillo aromático, los 5 carbonos oscilando en fase, es una vibración característica de anillos monosustituídos, por lo que una clara evidencia de la presencia de copolímeros de poliestireno. En 731 cm^{-1} aparecen señales que corresponden a vibraciones CH en unidades de poliestireno. A 910 cm^{-1} corresponden a flexiones fuera del plano del grupo CH_2 cercanos al doble enlace de las unidades de polibutadieno, evidencia fuerte y conocida en todos los copolímeros que contienen este bloque. A 964 cm^{-1} vibraciones de los grupos CH cercanos al doble enlace de unidades de trans-

polibutadieno. Entre 992-994 cm^{-1} aparecen vibraciones fuera del plano de los grupos $-\text{CH}=\text{}$ en las unidades vinílicas de polibutadieno. De 1028-1181 cm^{-1} , se presentan vibraciones características de los bloques de poliestireno. Entre 1266-1310 cm^{-1} torsiones de PS ó CH_2 en unidades de trans-PB o cis-PB. A 1450 cm^{-1} es una fuerte evidencia en la identificación de copolímeros, esta puede ser atribuida a vibraciones de deformación de los grupos CH_2 en unidades de cis-polibutadieno y trans-polibutadieno, esta banda puede estar también asignada los grupos vinil-PB en $\text{CH}_2=\text{CH}$, además esta banda en conjunto con otra a 1493 cm^{-1} . Otras señales en la región entre 2844-2920 cm^{-1} estas bandas están atribuidas a las vibraciones de estiramiento de los grupos CH_2 en polibutadieno y grupos CH de anillos aromáticos. Por últimos otra señal más a 3080 cm^{-1} correspondiente a las vibraciones de estiramientos simétricos de las unidades vinil-PB.

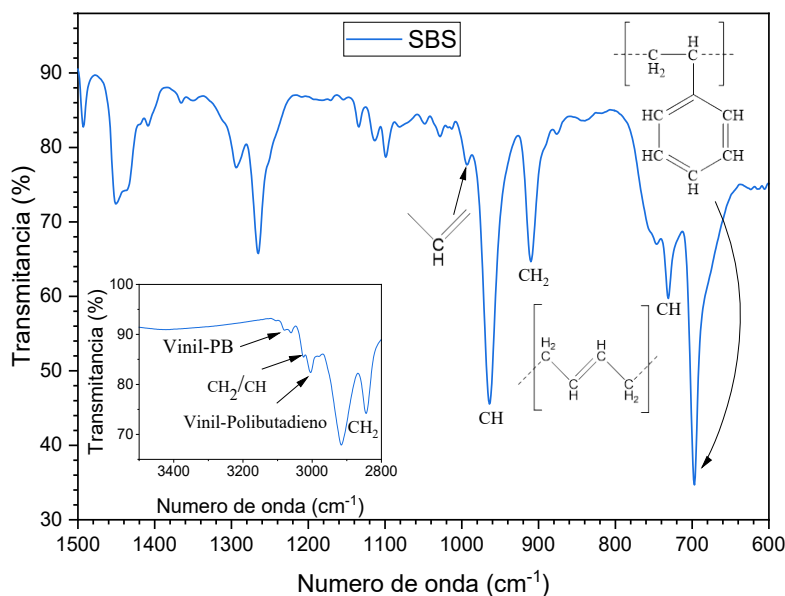


Figura 3.13 Espectro del polímero en bloque radial SBS.

En la imagen 3.14 se expone el espectro característico de las PC don de la más evidente es la señal en los 3300 perteneciente a grupos OH presuntamente ligados a la estructura de la celulosa, y en la tabla 3.17 se da mención de los demás grupos y su posible asignación.

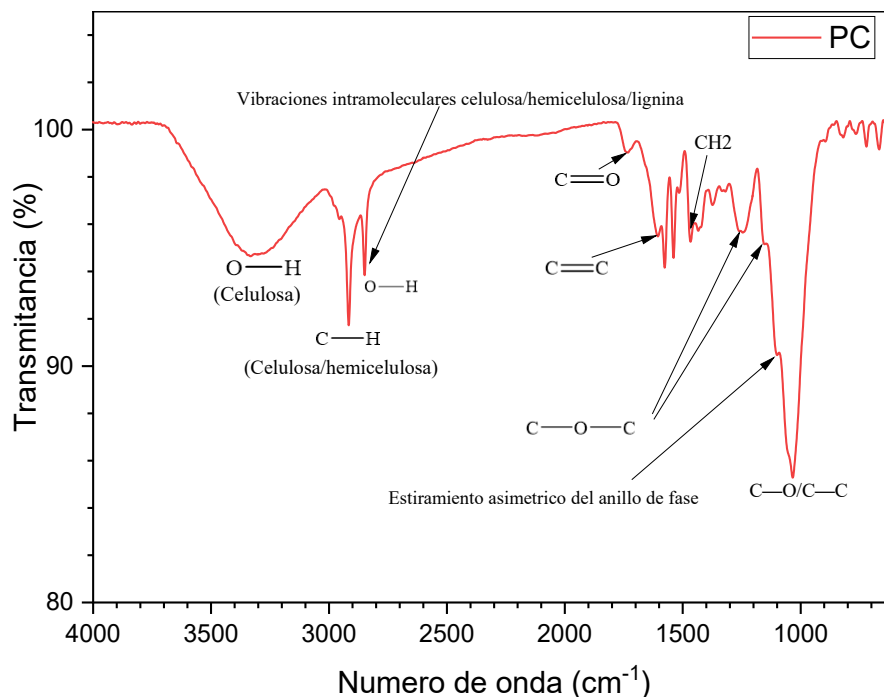


Figura 3.14 Espectro de las partículas de coco por medio del ATR

Tabla 3.17. Espectro FTIR de PC

Núm. De onda	Posible asignación
3332	Vib. Ten. O — H
2916	Vib. Ten. C — H
2849	Est. Vib. Intramolecular O — H de Celulosa/Hemicelulosa/Lignina y enlaces intramoleculares unidas a H haciendo que toda la estructura sea una red.
1734	Vib. Ten. C = O de 4-metilol glucuronoxilano correspondiente a la hemicelulosa.
1605	Vib. Ten. C = O aromático del componente de la lignina
1466	Vibración de Torsión CH ₂ del residuo de la glucopiranososa.
1245	Tensión Asimétrica C — O — C
1154	
1100	Tensión Asimétrica del anillo de fase
1034	Vib. Ten. C — O/ C — C

Vib. Ten., Vibración de tensión

3.4.1. Análisis de fotodegradación

De acuerdo a los resultados obtenidos en los análisis térmico-mecánicas se plantó por analizar los compósitos a 8 PHR que fueron los compósitos con mejor rendimiento. En la figura 3.15 y 3.16 se evalúa el compósito SBS/PC 8 PHR y SBS/PCT5H respectivamente en función del tiempo de fotodegradación, a priori se puede observar el desvanecimiento de una señal en 1750 la cual corresponde a grupos carbonilos que presenta el SBS 416 atribuida posiblemente a un aditivo del polímero, también se presenta la disminución de la intensidad de los picos en 900 cm^{-1} correspondiente al bloque estireno.

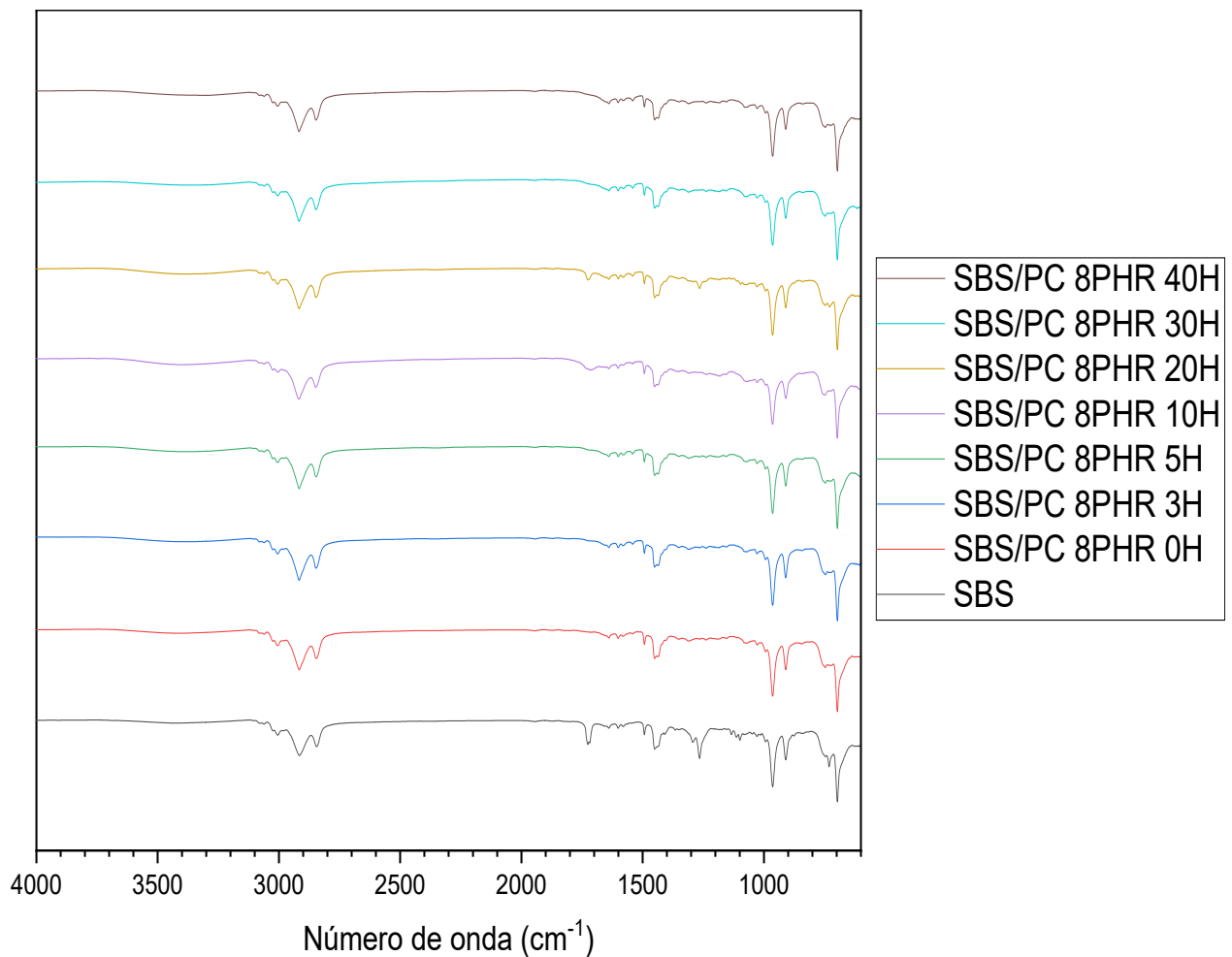


Figura 3.15 Espectros de los compuestos sin tratamiento alcalino en función del tiempo de degradación.

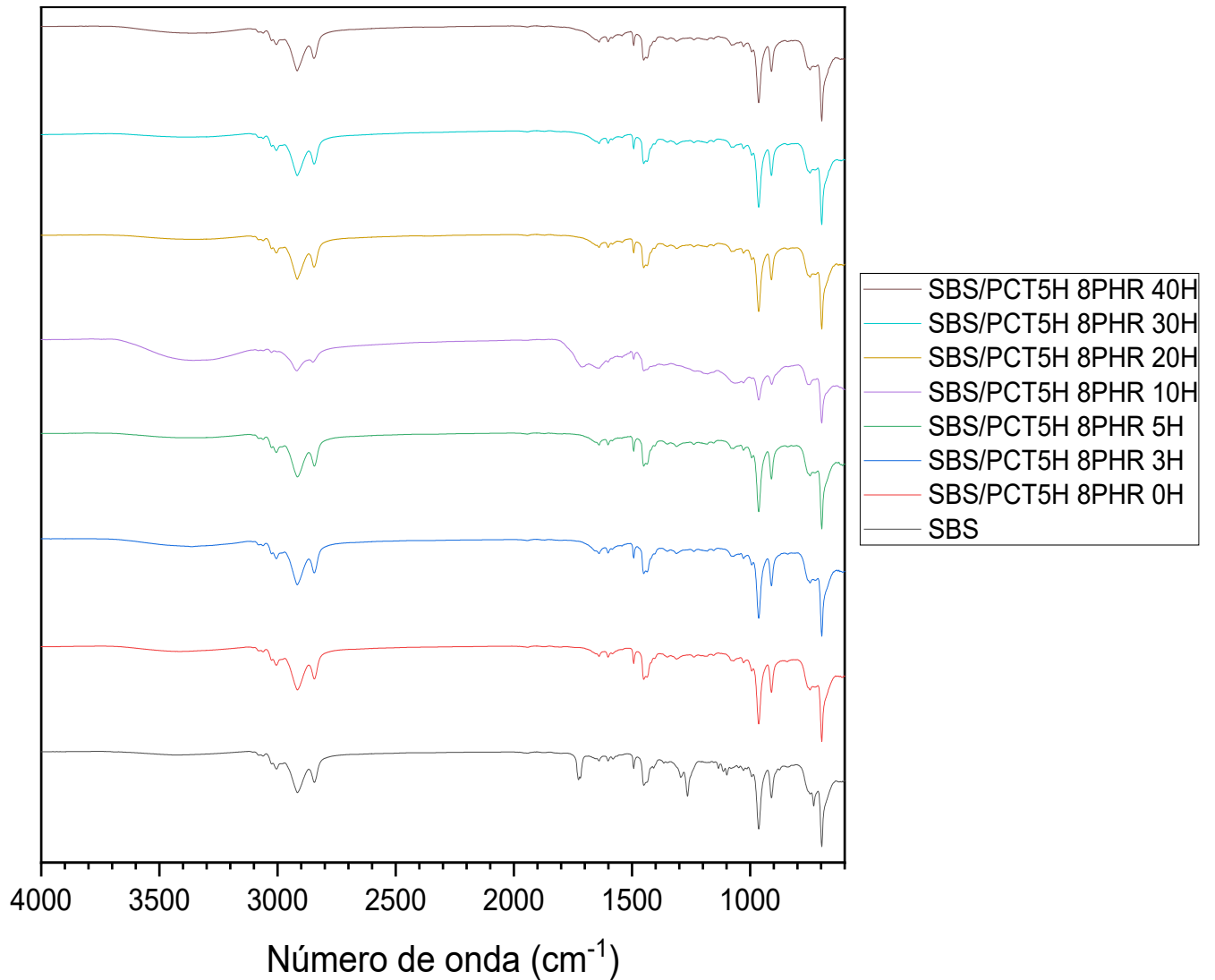


Figura 3.16 Espectro de los compuestos con tratamiento alcalino por 5 horas en función del tiempo de degradación.

En la figura 3.17 se presenta la comparación a 40 horas de fotodegradación en función de la concentración, la cual la referencia (SBS) presento una notable degradación en comparación con los compósitos con PC, lo cual lleva a concluir que a mayor concentración el efecto de degradación disminuye.

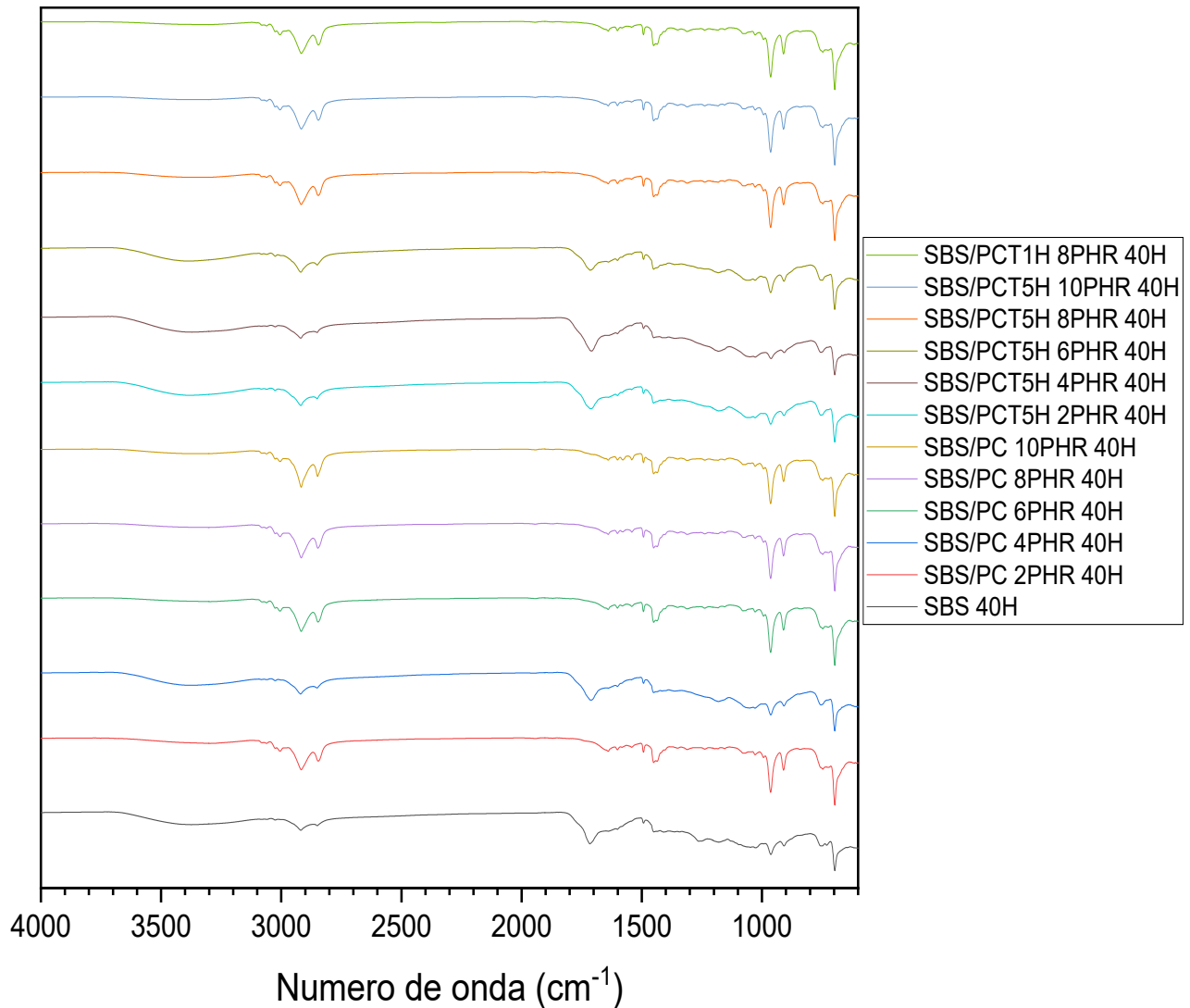


Figura 3.17 Comparación de los espectros a 40 horas de fotodegradación en función de la concentración.

3.4.2 Análisis de hidrotdegradación

En la figura 3.18, 3.19, 3.20 se evalúa el compósito SBS/PC 8 PHR y SBS/PCT5H respectivamente en función del tiempo de hidrotdegradación, de acuerdo a la comparación de los espectros no se presenta ningún cambio considerable en cuando a la intensidad de las señales, en cambio se presentó un cambio en la tonalidad del material presentando un desvanecimiento o decoloración atribuida a la oxidación del material figura 3.21.

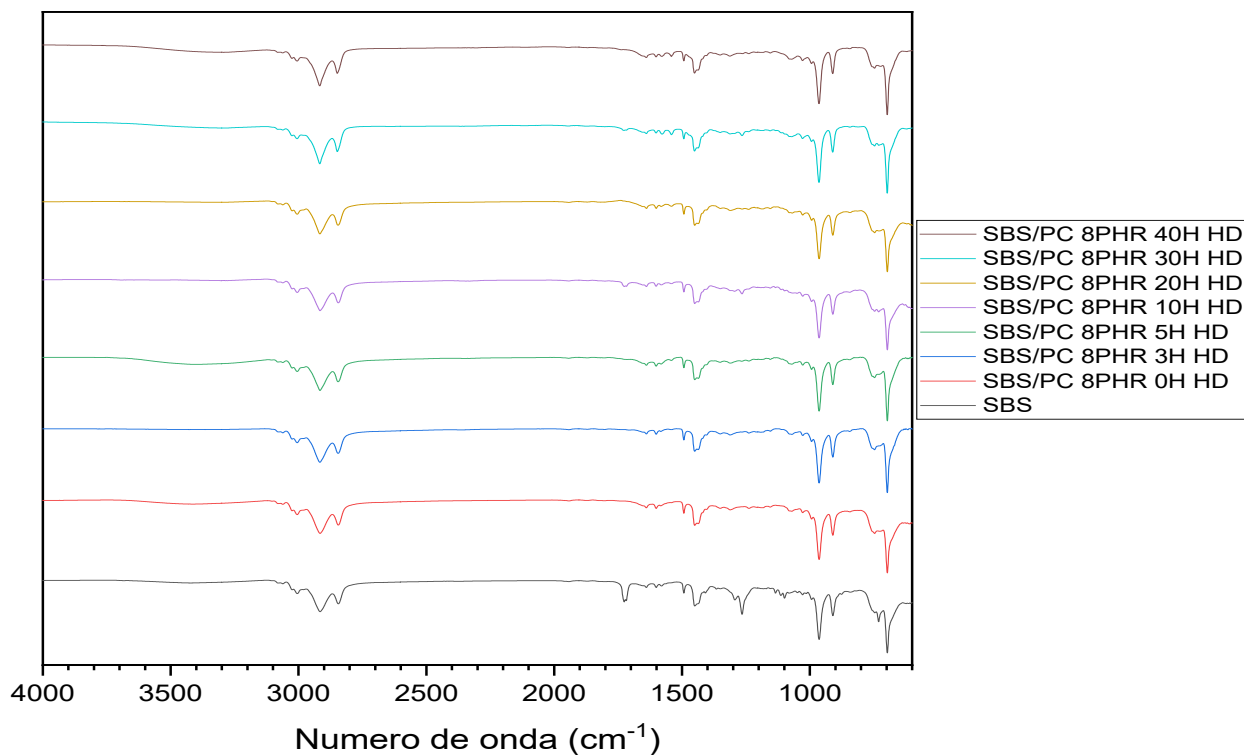


Figura 3.18. Espectros de los compuestos sin tratamiento alcalino sometidos a hidrotdegradación, en función del tiempo de degradación.

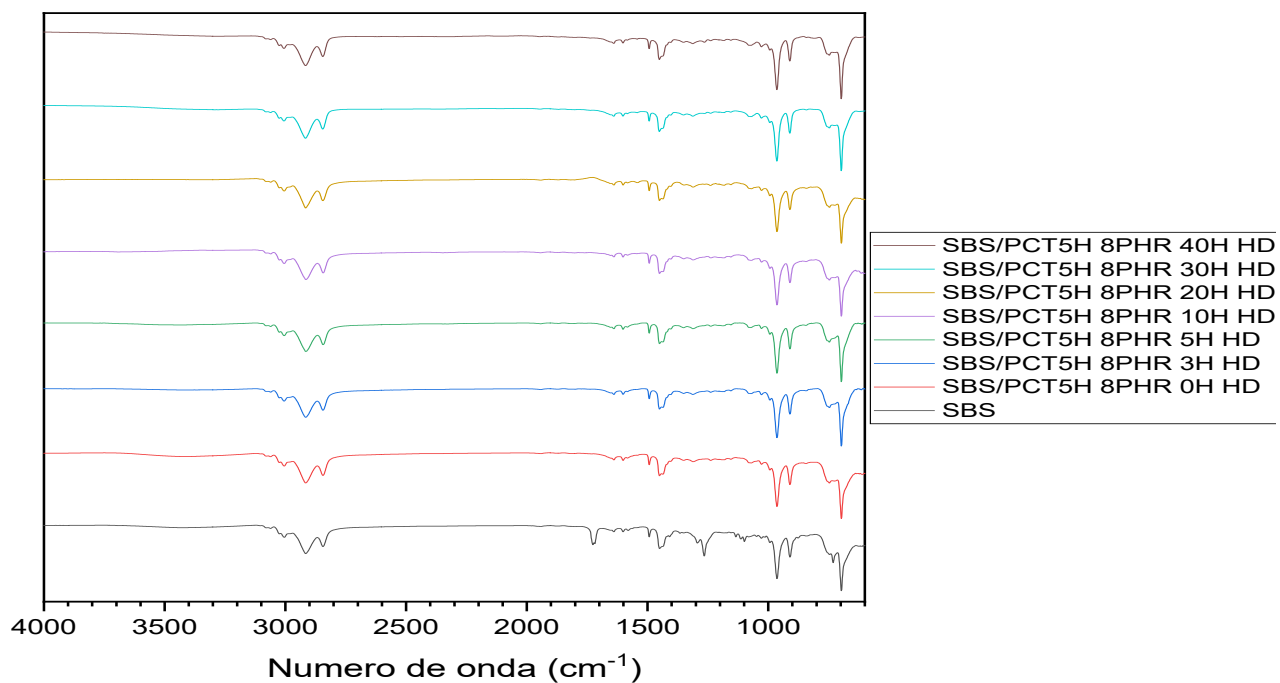


Figura 3.19 Espectro de los compuestos con tratamiento alcalino por 5 horas, sometidos a hidrotdegradación en función del tiempo de degradación.

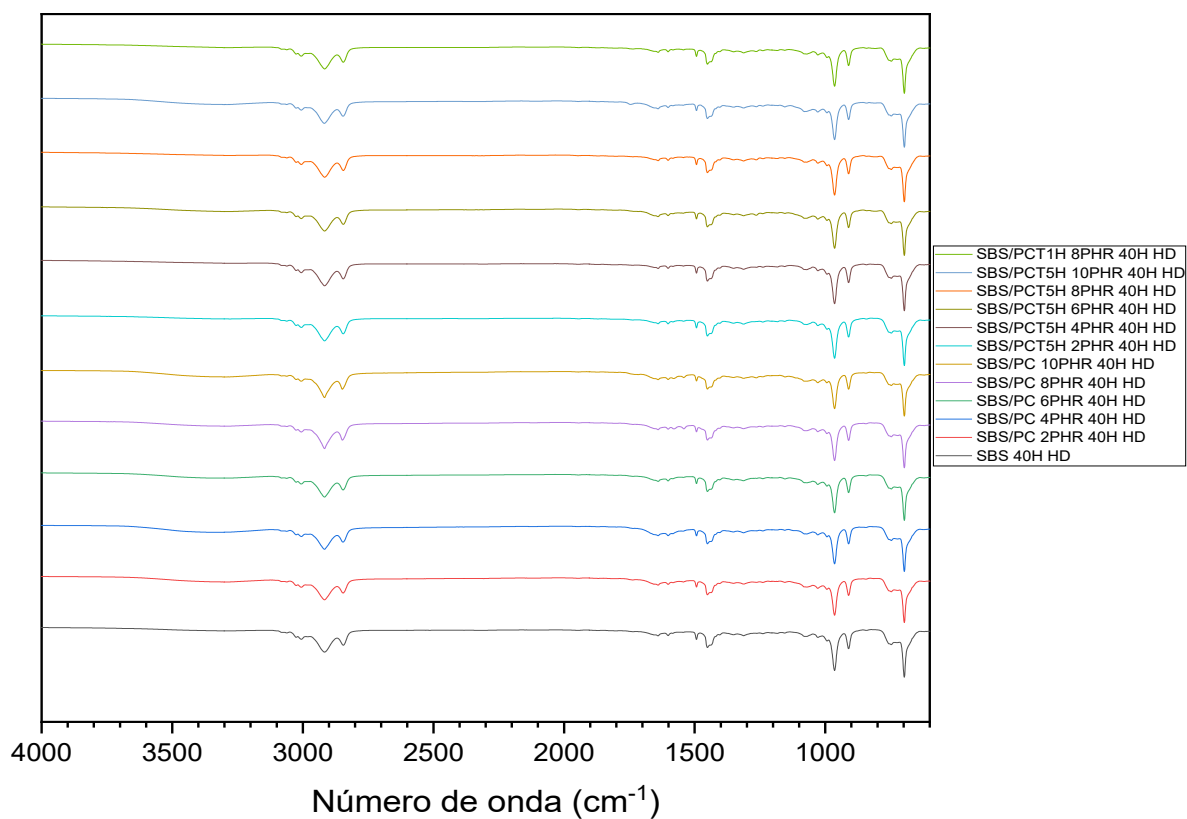


Figura 3.20 Comparación de los espectros a 40 horas de hidrotdegradación en función de la concentración.

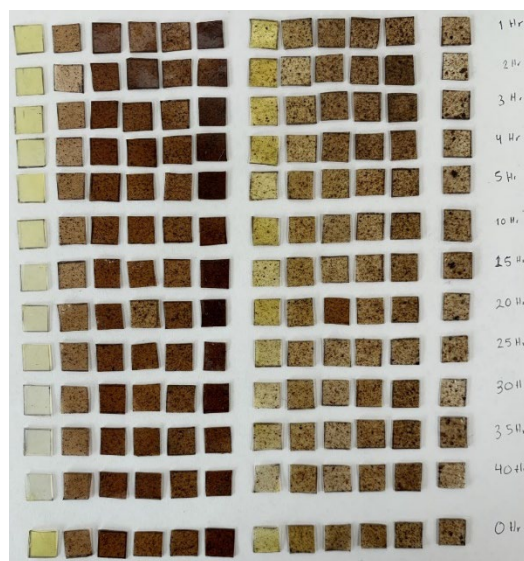


Figura 3.21 Comparación de las láminas expuestas a hidrotdegradación en función del tiempo de exposición a degradación.

3.4.3 Análisis de Termodegradación

En la figura 3.22 se observa la comparación del compuesto SBS/PC 8 PHR a diferentes horas de degradación a 140°C la cual se evaluó el comportamiento de degradación, permaneciendo la señal del anillo aromático, aunque con menor intensidad, a diferencia de los demás picos característicos de los dos bloques estireno y polibutadieno.

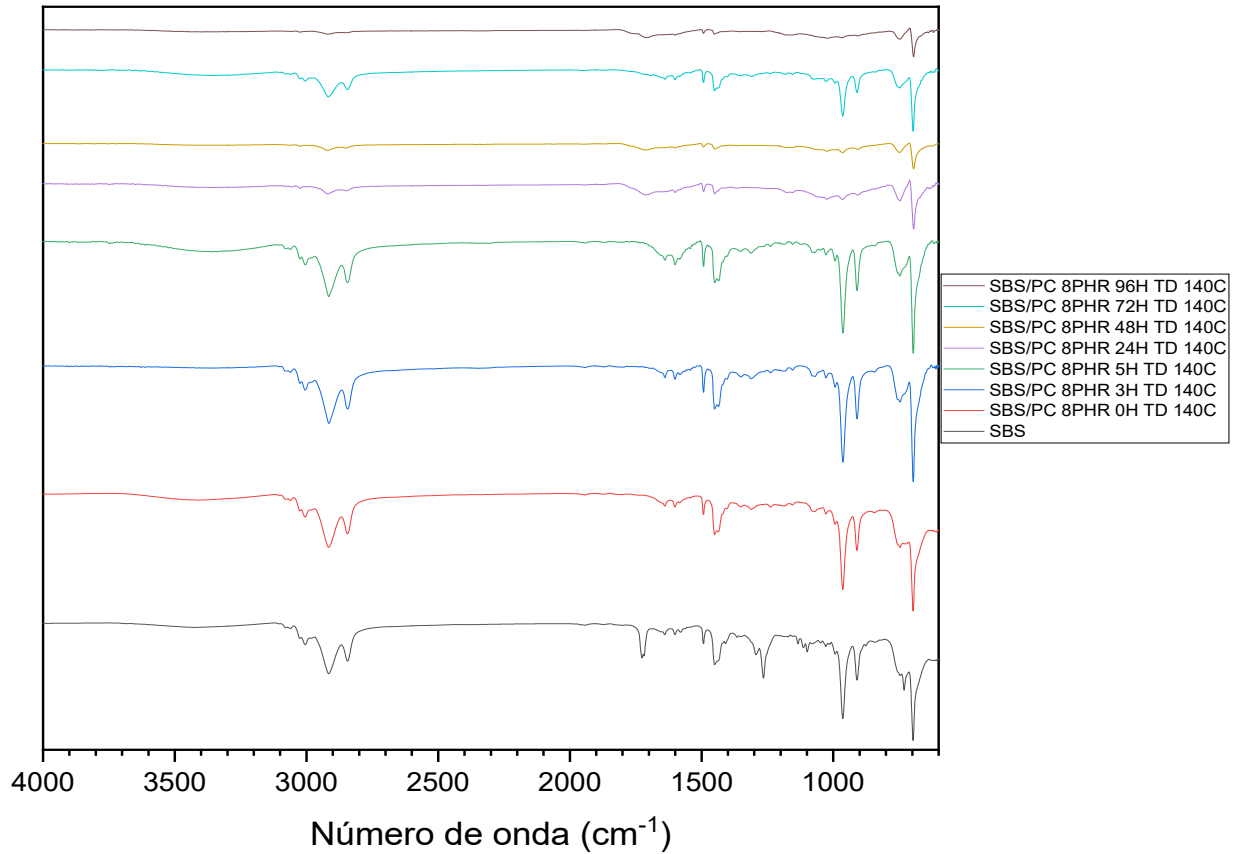


Figura 3.22 Espectros de los compuestos sin tratamiento alcalino sometidos a termo degradación, en función del tiempo de degradación.

En la figura 3.23 se evalúa el comportamiento del compuesto SBS/PCT5H a 150C en función del tiempo de degradación, presentando un efecto claro de degradación el cual se manifiesta en la intensidad de los picos característicos.

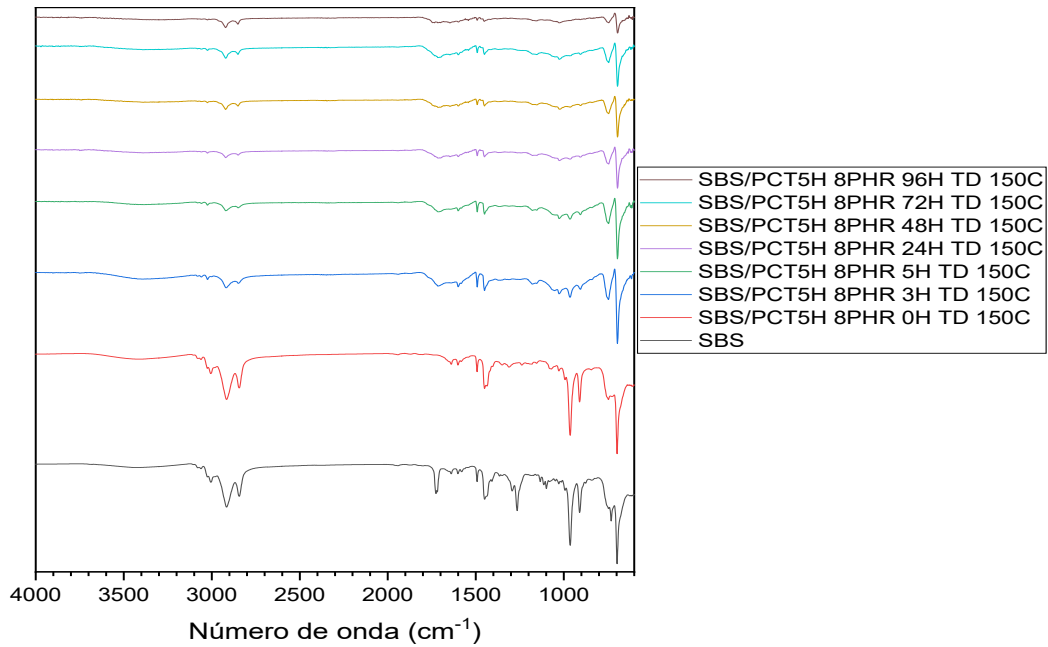


Figura 3.23 Espectro de los compuestos con tratamiento alcalino por 5 horas, sometidos a termo degradación en función del tiempo de degradación.

En la figura 3.24, 3.25 y 3.26 se hace la comparación de las diferentes composiciones a 96 horas de Termodegradación sometidas a (140, 150 y 160) °C respectivamente. Las compósitos con mayor susceptibilidad a degradarse fueron los compósitos tratados químicamente

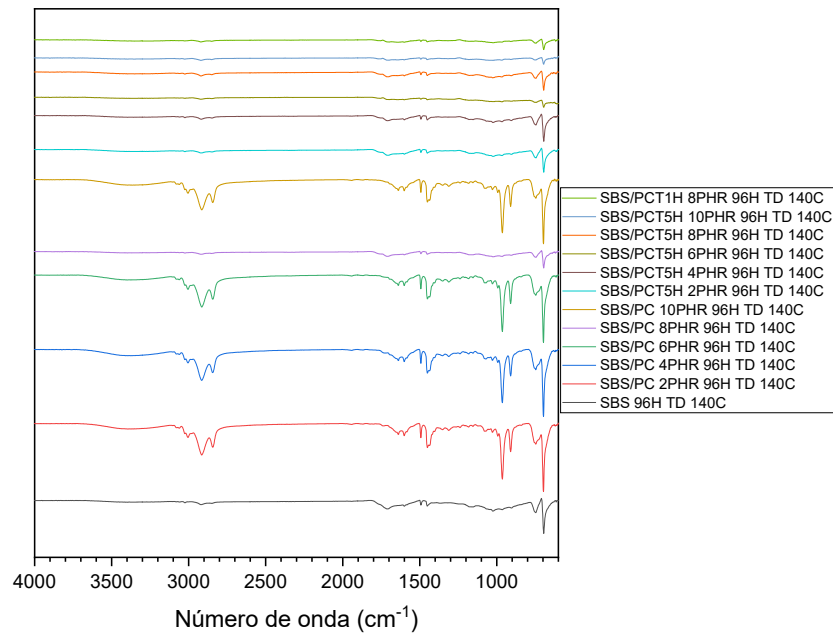


Figura 3.24 Comparación de los espectros a 140 horas de Termodegradación en función de la concentración.

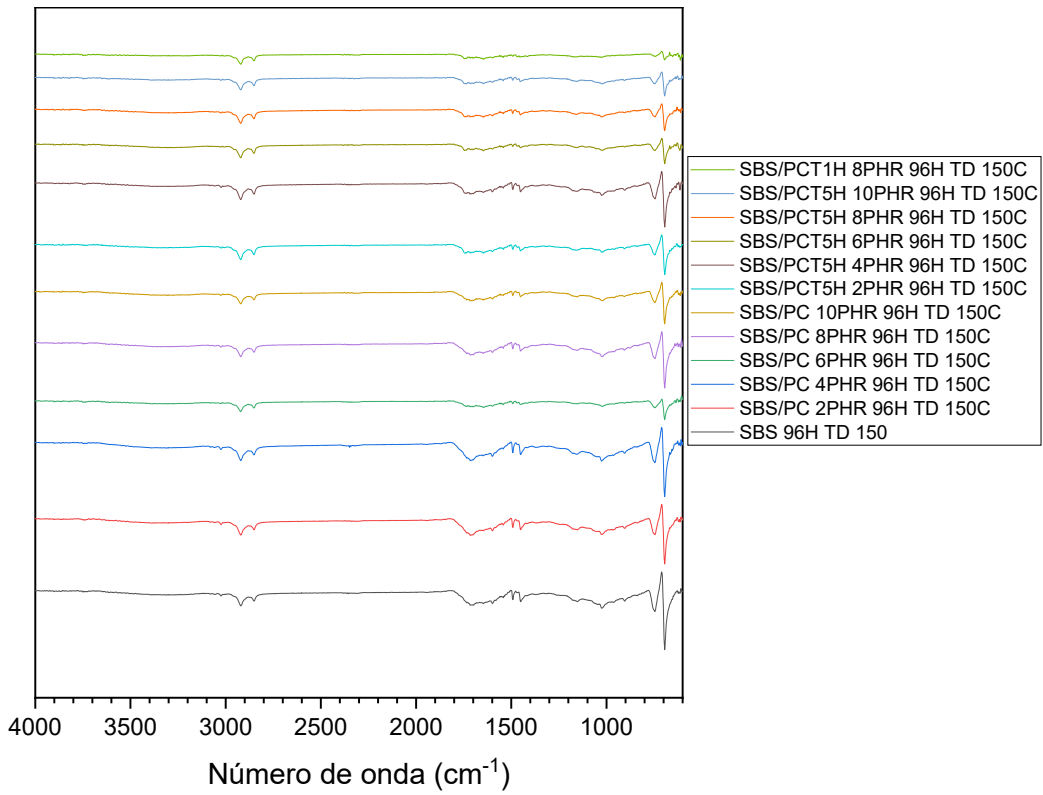


Figura 3.25 Comparación de los espectros a 150 horas de Termodegradación en función de la concentración.

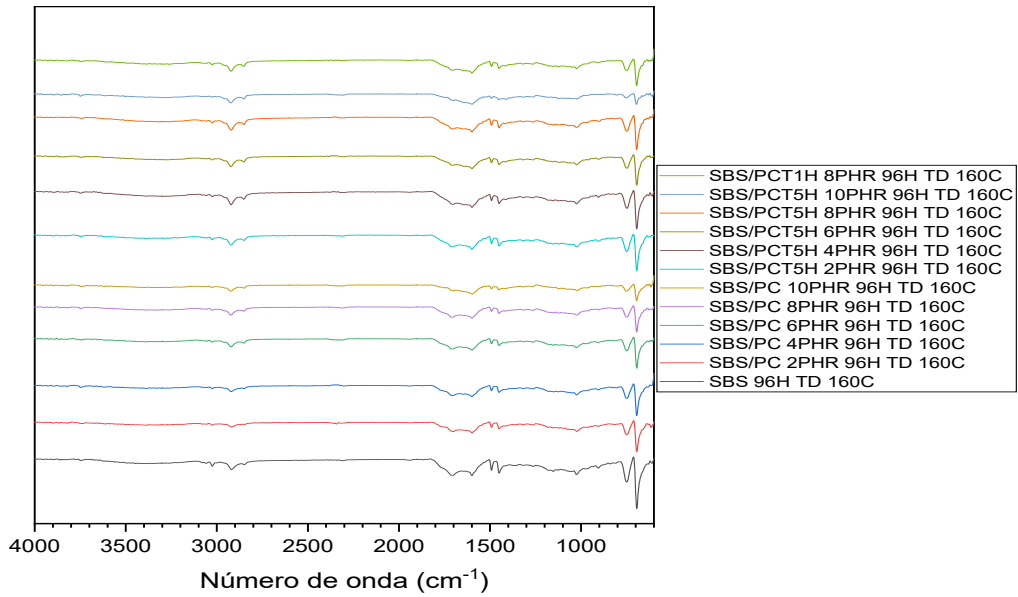


Figura 3.26 Comparación de los espectros a 160 horas de Termodegradación en función de la concentración.

3.4.4. Cinética de degradación

En la cinética de degradación de planteo evaluar 3 señales características del compuesto SBS/PC con tratamiento y sin tratamiento químico. La señal a 697 cm^{-1} corresponde a flexiones del anillo aromático del estireno, a 910 cm^{-1} flexiones del grupo CH_2 cercanos al doble enlace del PB, y a 964 cm^{-1} vibraciones de CH correspondientes del bloque PB.

En la figura 3.27, 3.28 y 3.29 se evaluó el comportamiento cinético del SBS 416 a (140, 150 y $160\text{ }^\circ\text{C}$, bajo la técnica del área bajo la curva de los picos mencionados con anterioridad.

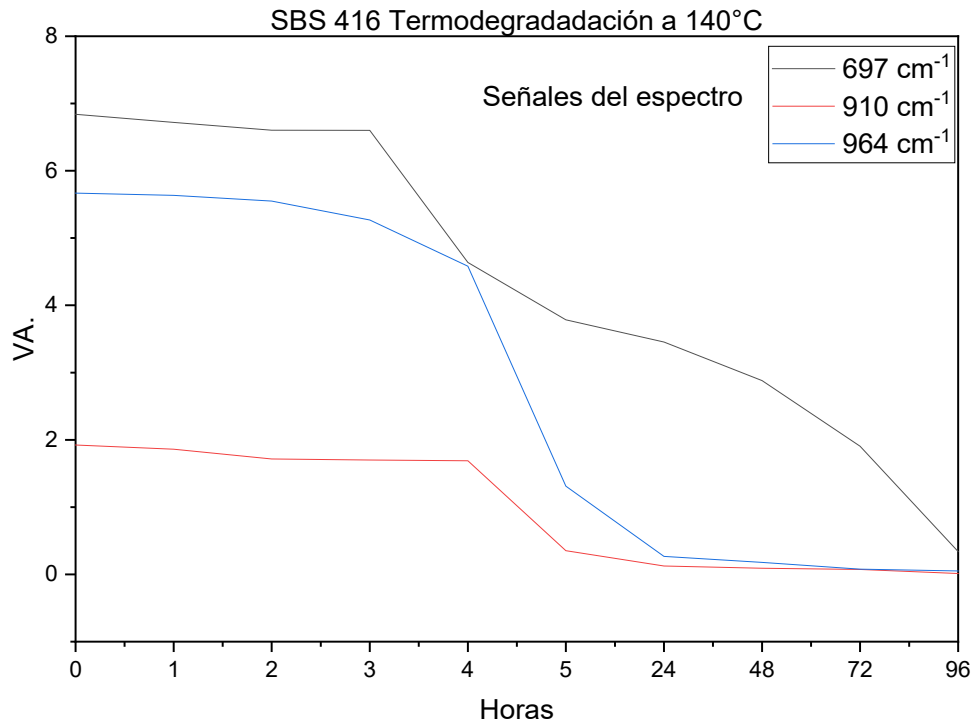


Figura 3.27 Cinética de termo degradación del SBS a $140\text{ }^\circ\text{C}$

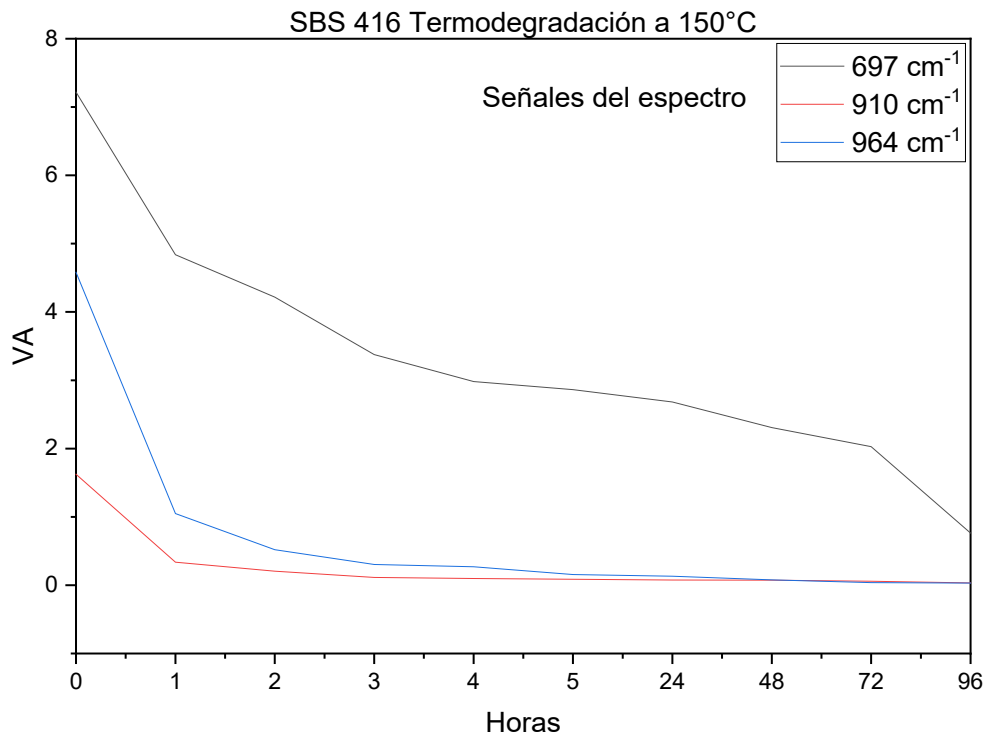


Figura 3.28 Cinética de termo degradación del SBS a 150 °C

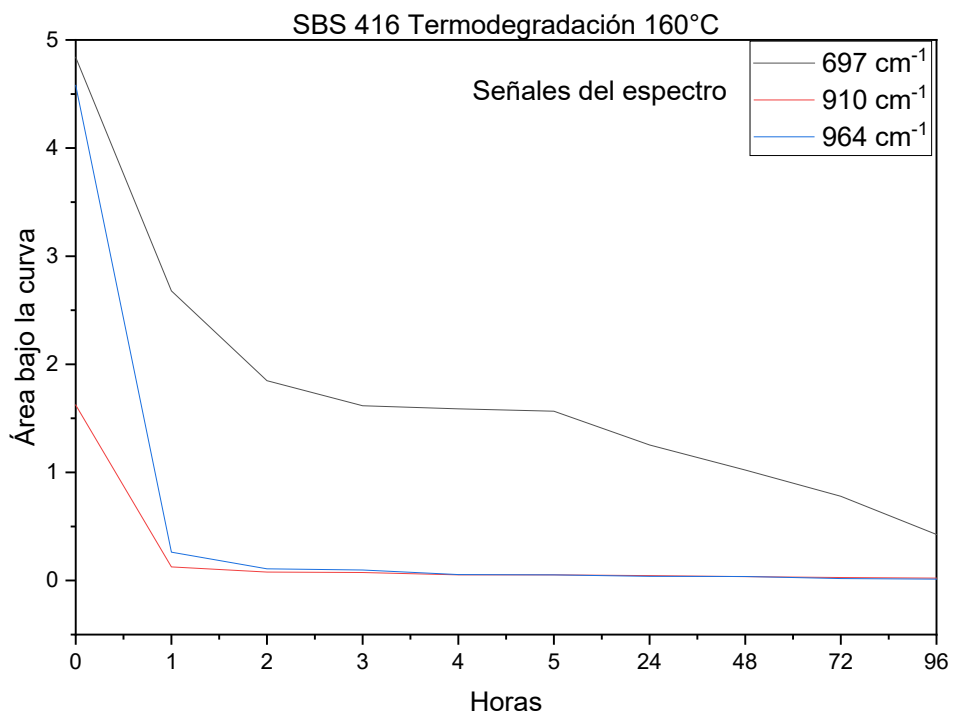


Figura 3.29 Cinética de termo degradación del SBS a 160 °C

3.5. Análisis por microscopía electrónica de barrido (SEM)

En la figura 3.30 se reportan las imágenes tomadas bajo la técnica SEM a diferentes aumentos (x100, x250, x500, x1000) (A, B, C, D) respectivamente, de la muestra PC en la cual dicho análisis es identificar la morfología de las PC. Las imágenes muestran el corte que sufren al pulverizar las fibras de coco llevándolas a un tamaño de partícula de ~500 micrómetros

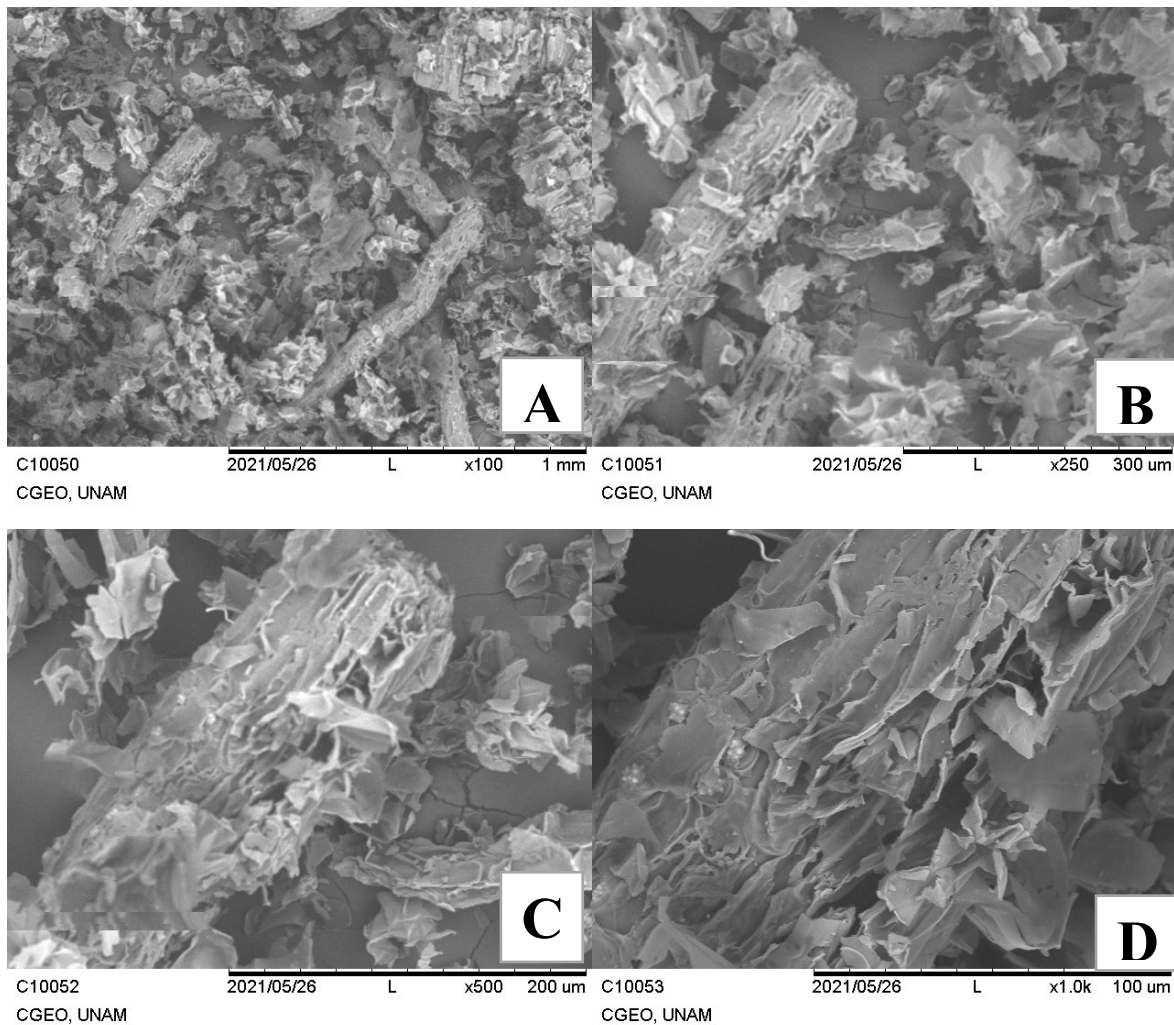


Figura 3.30 Micrografía SEM de Partículas de coco

En la figura 3.31 se reportan las imágenes tomadas bajo la técnica SEM a diferentes aumentos (x100, x250, x500, x1000) (A, B, C, D) respectivamente, de la muestra SBS/PC 8 PHR en la cual dicho análisis muestra el desprendimiento de la corteza (pared primaria) de una fibra de coco la cual logro pasar por el tamiz esto por lo delgado que es la estructura.

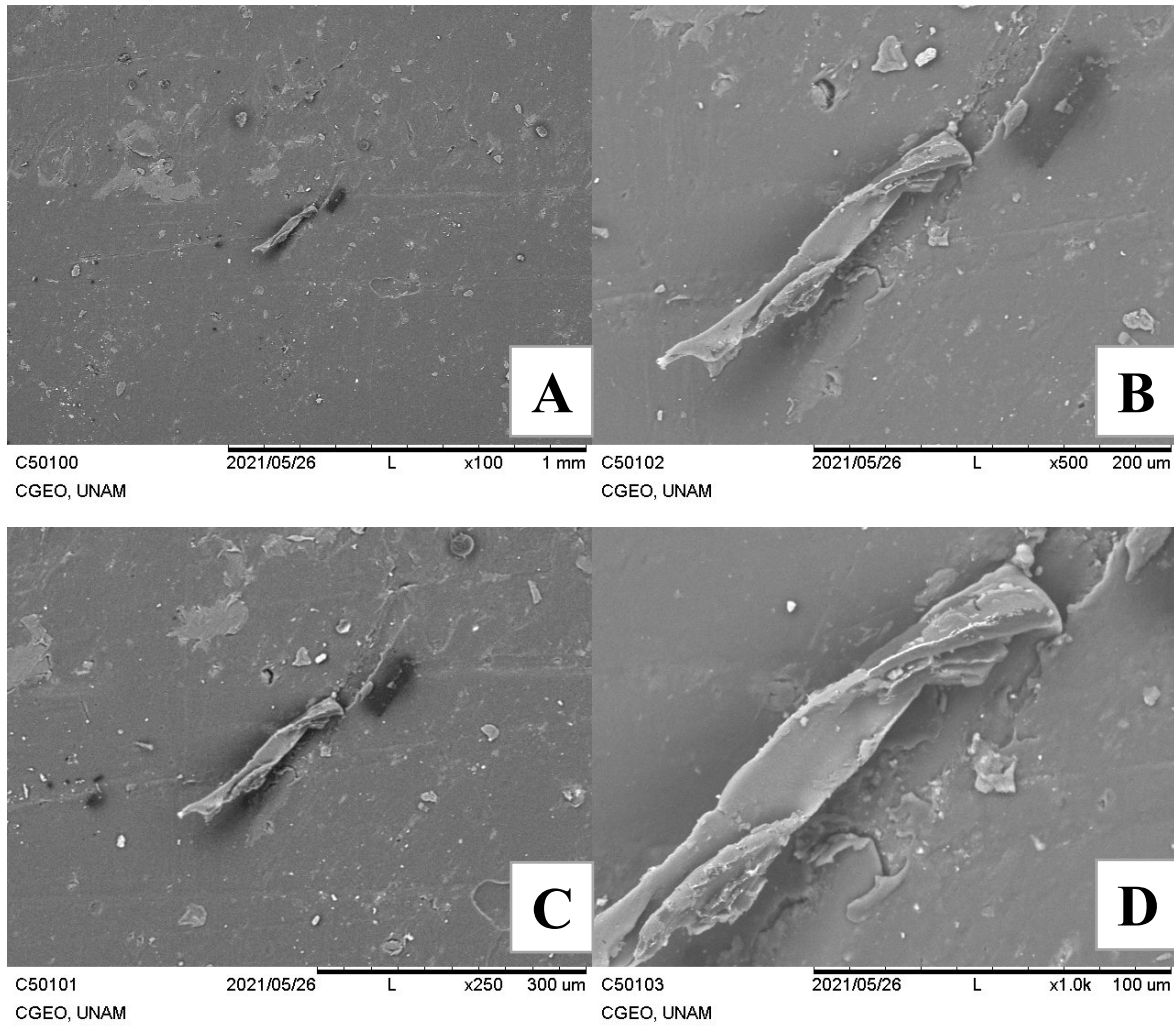


Figura 3.31 Micrografía SEM del compuesto SBS/PC 8 PHR

En la figura 3.32 se aprecia perfectamente una partícula de coco adherida a la matriz polimérica SBS, las microscopias se enfocaron en un mismo plano e incrementaron el aumento del lente de (x100, x250, x500, x1000) (A, B, C, D) respectivamente, la partícula aparentemente tiene un tamaño aproximado de 200 a 300 micrómetros

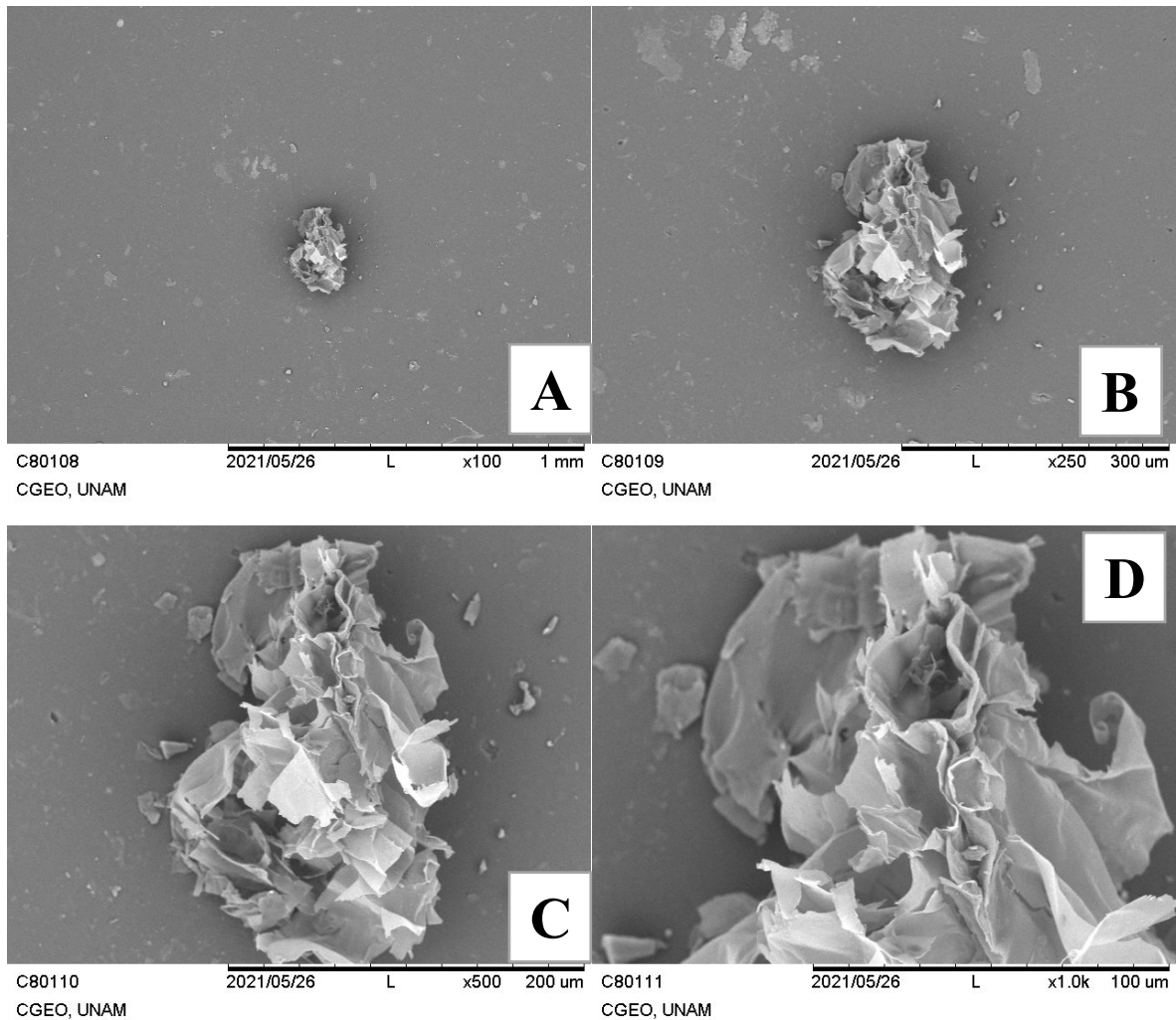


Figura 3.32 Micrografía SEM del compuesto SBS/PC 10 PHR

3.6. Análisis por microscopía óptica.

En la figura 48a. Se muestra la microscopía de las PC en la muestra SBS/PC 8 PHR donde se puede apreciar la interacción del material ligno-celulósico con la matriz polimérica SBS y el aparente desprendimiento de cristales de lignina que le dan el color característico marrón al compósito esto debido al proceso de mezclado en el plastografo el cual produce un calor constante al material conforme se mezclan los componentes. En la figura 48b. se muestra la morfología de la PC en la cual se aprecia el corte producido por las cuchillas del molino industrial.

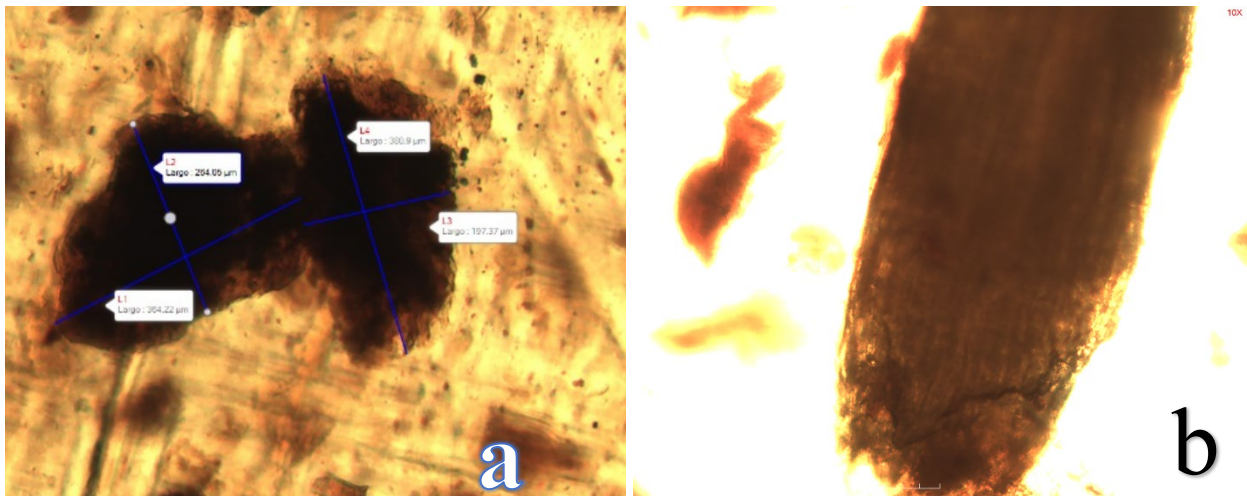


Figura 3.33. a) dimensiones de las PC en la muestra SBS/PC 8 PHR, b) microscopía SBS/PC 8PHR aumentado x10

En la figura 49a. se muestra la microscopía óptica con un aumento de x5 del compósito SBS/PCT5H 8 PHR en la cual se aprecian cristales de lignina así como PC en diferentes dimensiones esto debido al tamiz el cual tiene una apertura de malla de ~500 micrómetros. en la figura 49b y 49c se expone la morfología de las PC con un aumento de x10 y x40 respectivamente, en estas micrografías está claro el efecto que produce el tratamiento alcalino y en el cual contrastándolas con la figura 48b, el cambio evidente es la estructura de la PC; la presencia de poros dilatados y el cambio de la estructura a una con canales más pronunciados, esto debido a la reducción del contenido de lignina producidas por el efecto del NaOH sobre la estructura.

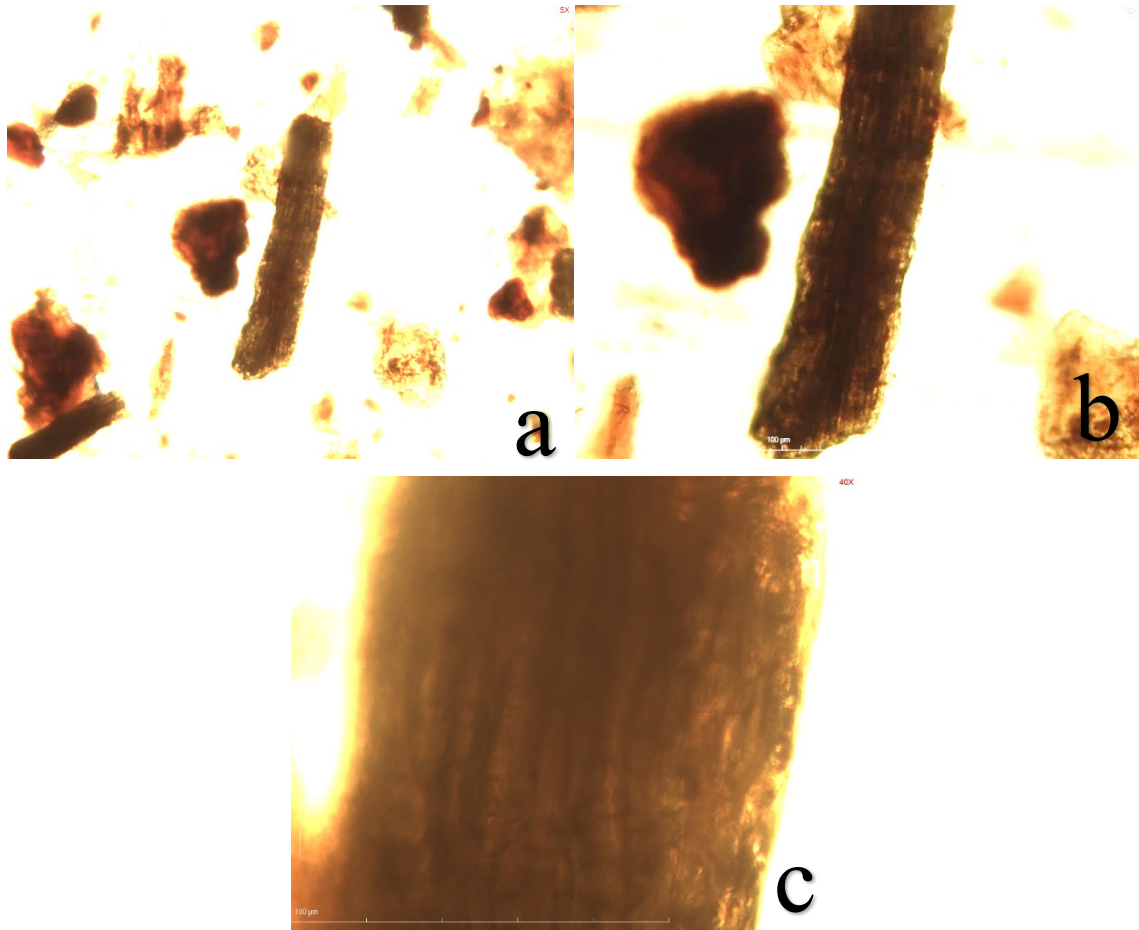


Figura 3.34. Microscopia óptica de la muestra SBS/PCT5H 8 PHR a) aumentado x5 b) con aumento de x10 c) aumento de x40

En la imagen 50 se muestra el efecto alcalino de las PC sobre la muestra SBS/PCT5H 6 PHR y a su vez los cortes ocasionados por el molino industrial, cabe mencionar que todas las imágenes se le realizó un aumento de contraste y brillo para poder apreciar los poros y canales de la estructura.

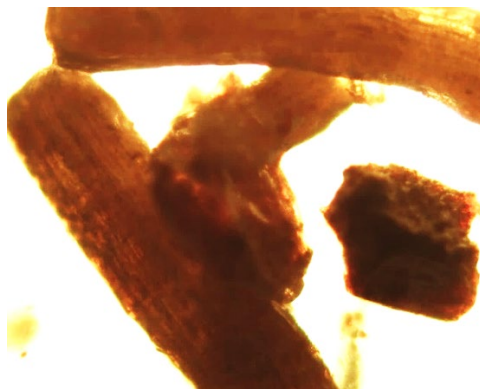


Figura 3.35. Estructura de las PC en el compuesto SBS/PCT5H 6 PHR

4. Conclusiones

De acuerdo a los resultados obtenidos y en base a los cambios del módulo de almacenamiento existe una mejora siendo más notable en el compuesto SBS/PC 8 PHR en el cual en contraste con los demás compósitos con PC sin tratamiento química fue el que presento un mayor módulo de almacenamiento dando una tendencia de incremento y bajando nuevamente en la concentración de 10 PHR.

El efecto de la compatibilidad de las PC con la matriz polimérica fue acertado permitiendo eliminar problemas comunes que presentaban los compósitos por uso de fibra corta o larga la cual era la fractura y por ende el material no tenía buena sinergia de acuerdo a diversos autores.

Los análisis de IR permitieron diferenciar la señal en 1750 cm^{-1} atribuida principalmente a grupos carbonilos y de acuerdo a diversos autores lo manifiestan como degradación de la cadena de la glucosa, aunque es posible que sea un aditivo en la formulación del SBS.

La concentración de 0.1 molar a 1 hora y 5 horas realizo el efecto deseado en las partículas de coco, la dilatación de los poros y agrietamientos en la morfología fueron evidentes debido a la remoción de la lignina por efecto del tratamiento químico, esto se logra corroborar con la ayuda de la microscopia óptica la cual permitió evaluar la efectividad del tratamiento alcalino permitiendo confirmar los reportes de diversos autores.

En el apartado de la degradación fotolítica, hidrolítica y termológica los cambios más notables fueron en hidrodegradación, la oxidación del material por la exposición prolongada a una humedad constante y una temperatura dada dieron como resultado un cambio de tonalidad en las láminas de los diferentes compósitos. En la termodegradación se presentó un fenómeno el cual mejora las propiedades térmicas ya que el SBS a determinada exposición térmica el material se volvía rígido y quebradizo lo contrario a los compósitos con PC los cuales mantenían la flexibilidad y elasticidad característicos de los hules durante mas horas de exposición prolongada.

El apartado de la microscopia SEM y microscopia óptica se logró ver los diferentes tamaños de partícula que en un principio se creía que eran uniformes pero la morfología de las fibras permitió que filamentos más diminutos pasaran por el tamiz.

Bibliografía

- [1] Mohammed, L., Ansari, M. N. M., Pua, G., Jawaid, M., & Islam, M. S. (2015). A Review on Natural Fiber Reinforced Polymer Composite and Its Applications. En *International Journal of Polymer Science* (Vol. 2015, pp. 1-15). <https://doi.org/10.1155/2015/243947>.
- [2] Wang, R.-M., Zheng, S.-R., & Zheng, Y.-P. (2011). Introduction to polymer matrix composites. En *Polymer Matrix Composites and Technology* (pp. 1-548). <https://doi.org/10.1533/9780857092229.1>.
- [3] Islam, S., Kovalcik, A., Hasan, M., & Thakur, V. K. (2015). Natural Fiber Reinforced Polymer Composites. En *International Journal of Polymer Science* (Vol. 2015). <https://doi.org/10.1155/2015/813568>
- [4] Malkapuram, R., Kumar, V., & Yuvraj Singh Negi. (2008). Recent Development in Natural Fiber Reinforced Polypropylene Composites. En *Journal of Reinforced Plastics and Composites* (Vol. 28, Número 10, pp. 1169-1189). <https://doi.org/10.1177/0731684407087759>.
- [5] Mwaikambo, L. Y., & Ansell, M. P. (2002). Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization. En *Journal of Applied Polymer Science* (Vol. 84, Número 12, pp. 2222-2234). <https://doi.org/10.1002/app.10460>
- [6] Swamy, R. P., Kumar, G. C. M., Vrushabhendrapa, Y., & Joseph, V. (2004). Study of Areca-Reinforced Phenol Formaldehyde Composites. En *Journal of Reinforced Plastics and Composites* (Vol. 23, Número 13, pp. 1373-1382). <https://doi.org/10.1177/0731684404037049>
- [7] Ludueña, L., Vázquez, A., & Alvarez, V. (2012). Effect of lignocellulosic filler type and content on the behavior of polycaprolactone based eco-composites for packaging applications. En *Carbohydrate Polymers* (Vol. 87, Número 1, pp. 411-421). <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.07.064>.
- [8] John, M. J., & Anandjiwala, R. D. (2008). Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. En *Polymer Composites* (Vol. 29, Número 2, pp. 187-207). <https://doi.org/10.1002/pc.20461>.
- [9] Topalovic, T., Nierstrasz, V. A., Bautista, L., Jovic, D., Navarro, A., & Warmoeskerken, M. M. (2007). XPS and contact angle study of cotton surface oxidation by catalytic bleaching.

En *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* (Vol. 296, Número 1, pp. 76-85). <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2006.09.026>.

[10] Bledzki, A. K.; Gassan, J. “Composites reinforced with cellulose-based fibres,” *Progress in Polymer Science*. 1999, 24, 221–274.

[11] John, M. J., & Anandjiwala, R. D. (2008). Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. En *Polymer Composites* (Vol. 29, Números 2, pp. 187-207). <https://doi.org/10.1002/pc.20461>.

[12] Hori, R., & Wada, M. (2005). The Thermal Expansion of Wood Cellulose Crystals. En *Cellulose* (Vol. 12, Números 5, pp. 479-484). <https://doi.org/10.1007/s10570-005-5967-5>.

[13] Yamamoto, H., Horii, F., & Odani, H. (1989). Structural changes of native cellulose crystals induced by annealing in aqueous alkaline and acidic solutions at high temperatures. En *Macromolecules* (Vol. 22, Números 10, pp. 4130-4132). <https://doi.org/10.1021/ma00200a058>.

[14] Zhang, Q., Bulone, V., Ågren, H., & Tu, Y. (2011). A molecular dynamics study of the thermal response of crystalline cellulose I β . En *Cellulose* (Vol. 18, Números 2, pp. 207-221). <https://doi.org/10.1007/s10570-010-9491-x>.

[15] Mohanty, A. K., Misra, M., & Hinrichsen, G. (2000). Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview. En *Macromolecular Materials and Engineering* (Vol. 276, Número 1, pp. 1-24). [https://doi.org/10.1002/\(sici\)1439-2054\(20000301\)276:1<1::aid-mame1>3.0.co;2-w](https://doi.org/10.1002/(sici)1439-2054(20000301)276:1<1::aid-mame1>3.0.co;2-w).

[16] Sun, R., M. Fang, J., Goodwin, A., M. Lawther, J., & J. Bolton, A. (1998). Fractionation and characterization of polysaccharides from abaca fibre. En *Carbohydrate Polymers* (Vol. 37, Números 4, pp. 351-359). [https://doi.org/10.1016/s0144-8617\(98\)00046-0](https://doi.org/10.1016/s0144-8617(98)00046-0).

[17] Fang, J., sun, R., & Tomkigson, J. (2000). Isolation and characterization of hemicelluloses and cellulose from rye straw by alkaline peroxide extraction. En *Cellulose* (Vol. 7, pp. 97-107). <https://doi.org/https://doi.org/10.1023/A:1009245100275>.

[18] Martí-Ferrer, F., Vilaplana, F., Ribes-Greus, A., Benedito-Borrás, A., & Sanz-Box, C. (2005). Flour rice husk as filler in block copolymer polypropylene: Effect of different coupling agents.

En *Journal of Applied Polymer Science* (Vol. 99, pp. 1823-1831).
<https://doi.org/https://doi.org/10.1002/app.22717>.

[19] Liu, W., Mohanty, A. K., Askeland, P., Drzal, L. T., & Misra, M. (2004). Influence of fiber surface treatment on properties of Indian grass fiber reinforced soy protein based biocomposites. En *Polymer* (Vol. 45, Números 22, pp. 7589-7596).
<https://doi.org/10.1016/j.polymer.2004.09.009>.

[20] Doherty, W. O., Mousavioun, P., & Fellows, C. M. (2011). Value-adding to cellulosic ethanol: Lignin polymers. En *Industrial Crops and Products* (Vol. 33, Números 2, pp. 259-276).
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.10.022>.

[21] Boyce, C. K., Zwieniecki, M. A., Cody, G. D., Jacobsen, C., Wirick, S., Knoll, A. H., & Holbrook, N. M. (2004). Evolution of xylem lignification and hydrogel transport regulation. En *Proceedings of the National Academy of Sciences* (Vol. 101, Números 50, pp. 17555-17558).
<https://doi.org/10.1073/pnas.0408024101>.

[22] Bismarck, A., Mishra, S., & Lampke, T. (2005). Plant Fibers as Reinforcement for Green Composites. En *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites*.
<https://doi.org/10.1201/9780203508206.ch2>.

[23] K.G. Satyanarayana, K. Sukumaran, A.G. Kulkarni, S.G.K. Pillai, P.K. Rohatgi, Fabrication and properties of natural fibre-reinforced polyester composites, *Composites*, Volume 17, Issue 4, 1986, Pages 329-333.

[24] Hornsby, P., Hinrichsen, E., & Tarverdi, K. (1997). Preparation and properties of polypropylene composites reinforced with wheat and flax straw fibres. Part II: Analysis of composite microstructure and mechanical properties. En *Journal of Materials Science* (Vol. 32, pp. 1009-1015). <https://doi.org/10.1023/A:1018578322498>

[25] Satyanarayana, K., Sukumaran, K., Kulkarni, A., Pillai, S., & Rohatgi, P. (1986). Fabrication and properties of natural fibre-reinforced polyester composites. En *Composites* (Vol. 17, Números 4, pp. 329-333). [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(86\)90750-0](https://doi.org/10.1016/0010-4361(86)90750-0)

- [26] Holbery, J., & Houston, D. (2006). Natural-fiber-reinforced polymer composites in automotive applications. En *JOM* (Vol. 58, Números 11, pp. 80-86). <https://doi.org/10.1007/s11837-006-0234-2>
- [27] Rong, M. Z.; Zhang, M. Q.; Liu, Y.; Yang, G. C.; Zeng, H. M. “The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites,” *Composites Science and Technology*. 2001, 61, 1437–1447.
- [28] John, M.; Thomas, S. “Biofibres and biocomposites,” *Carbohydrate Polymers*. 2008, 71, 343–364.
- [29] Mohanty, A.; Misra, M.; Hinrichsen, G. “Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview,” *Macromolecular Materials and Engineering*. 2000, 276–277, 1–24.
- [30] Akhila Rajan & T. Emilia Abraham PhD (2007) Coir Fiber–Process and Opportunities, *Journal of Natural Fibers*, 3:4, 29-41, DOI: 10.1300/J395v03n04_03
- [30] Quintanilla, M. (2010). *Industrialización de la Fibra de Coco* (I ed., Vol. I). San Salvador, El Salvador: Universidad de El Salvador.
- [31] K.G. Satyanarayana, K. Sukumaran, A.G. Kulkarni, S.G.K. Pillai, P.K. Rohatgi, Fabrication and properties of natural fibre-reinforced polyester composites, *Composites*, Volume 17, Issue 4, 1986, Pages 329-333.
- [32] Bocchini, S., Fukushima, K., Di Blasio, A., Fina, A., Frache, A., & Geobaldo, F. (2010). Poly(lactic Acid) and Poly(lactic Acid)-Based Nanocomposite Photooxidation. *Biomacromolecules*, 11, 2919–2926.
- [33] Hernández, A. (2017). *Desarrollo de materiales compuestos en tres dimensiones en base a polímeros verdes: matriz ácido-poliláctico, reforzados con queratina y óxido de titanio nanométrico*. [Tesis de maestría, Instituto Tecnológico de Querétaro].
- [34] Ibarra, L., Macías, A., & Palma, E. (1995). Viscoelastic properties of short carbon fiber thermoplastic (SBS) elastomer composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 57(7), 831–842.

- [35] Mulinari, D., Baptista, C., Souza, J., & Voorwald, H. (2011). Mechanical Properties of Coconut Fibers Reinforced Polyester Composites. En *Procedia Engineering* (Vol. 10, pp. 2074-2079). <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2011.04.343>.
- [36] Fuqua, M. A., Huo, S., & Ulven, C. A. (2012). Natural Fiber Reinforced Composites. En *Polymer Reviews* (Vol. 52, Número 3, pp. 259-320). <https://doi.org/10.1080/15583724.2012.705409>
- [37] Prasad, N., Agarwal, V. K., & Sinha, S. (2018). Hybridization effect of coir fiber on physico-mechanical properties of polyethylene-banana/coir fiber hybrid composites. En *Science and Engineering of Composite Materials* (Vol. 25, Número 1, pp. 133-141). <https://doi.org/10.1515/secm-2015-0446>
- [38] Maliha Rahman, Sangita Das & Mahbub Hasan, Mechanical properties of chemically treated banana and pineapple leaf fiber reinforced hybrid polypropylene composites. *Advances in Materials and Processing Technologies*. 2018; DOI: 10.1080/2374068X.2018.1468972.
- [39] Sean Bolduc, Banana fiber/low-density polyethylene recycled composites for third world eco-friendly construction applications – Waste for life project Sri Lanka, *Journal of Reinforced Plastics and Composites* (2018).
- [40] Lizeth G. Martínez Aguilar, “Técnicas de análisis dinámico mecánico”, Tesis de especialización de Química aplicada, CIQA, Saltillo, Coah, 2006.
- [41] Berenice Vargas Reyes, “Análisis de compuestos con fibra natural de agave en piezas moldeadas por inyección”, Tesis de Maestría en Tecnología de polímeros, CIQA, Saltillo, Coah, 2014.
- [39] Laly A. Pothan, Sabu Thomas, G. Groeninckx, “The role of fibre/matrix interactions on the dynamic mechanical properties of chemically modified banana fibre/polyester composites”, *Composites: Part A* 37 (2006) 1260–1269.
- [40] Habib Awais, Yasir Nawab, Adnan Amjad, A. Anjang, Hazizan Md Akil, M. Shukur Zainol Abidin, “Environmental benign natural fibre reinforced thermoplastic composites: A review”, *Composites Part C: Open Access* 4, (2021), 100082.

- [41] Ediberto Guzmán Núñez, “Desarrollo de nanocompuestos a base de ABS (Acrilonitrilo-Butadieno-Estireno) reforzados con nanocristales de celulosa modificados por plasma”, Tesis de maestría en tecnología de polímeros, CIQA, Saltillo, Coah, 2020.
- [42] Invirg Skeist, Handbook of adhesives, third Edition, impreso en EU ed. Van Nostrand Reinhold, 239-269, 1990.
- [43] Cynthia G. Flores-Hernández, Arturo Colin-Cruz, Carlos Velasco-Santos, Víctor M. Castaño, Armando Almendarez-Camarillo, Imelda Olivas-Armendariz, Ana L. Martínez-Hernández, “Chitosan–Starch–Keratin Composites: Improving Thermo Mechanical and Degradation Properties Through Chemical Modification”, Journal of Polymers and the Environment, volume 26, 2182–2191, (2018).
- [44] Vanderfleet OM, Reid MS, Bras J, Heux L, Godoy-Vargas J, Panga MKR, et al. Insight into thermal stability of cellulose nanocrystals from new hydrolysis methods with acid blends. Cellulose [Internet]. 2019 Jan 8;26(1):507–28. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s10570-018-2175-7>.
- [45] Soares S, Camino G, Levchik S. Comparative study of the thermal decomposition of pure cellulose and pulp paper. Polym Degrad Stab [Internet]. 1995 Jan;49(2):275–83. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0141391095870091>.
- [46] Berenice Vargas Reyes, “Análisis de compuestos con fibra natural de agave en piezas moldeadas por inyección”, Tesis de Maestría en Tecnología de polímeros, CIQA, Saltillo, Coah, 2014.
- [47]. J. Royo, “Manual de tecnología del caucho”, Consorcio Nacional de Industriales del caucho, 1985.

ANEXOS

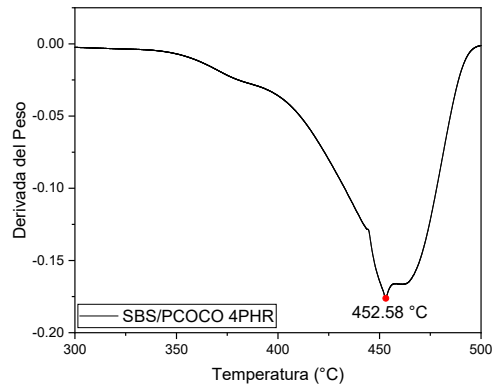
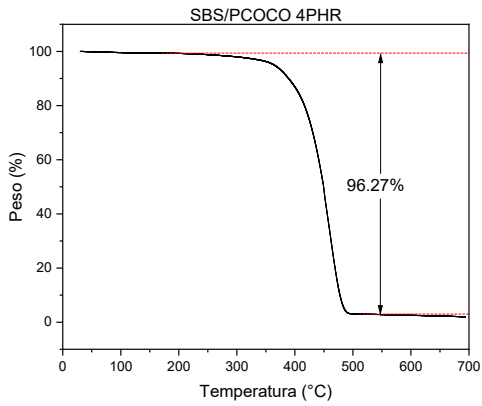
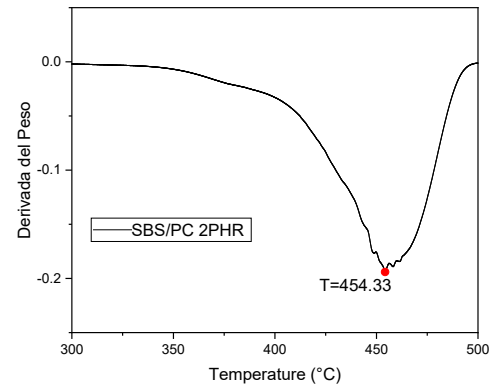
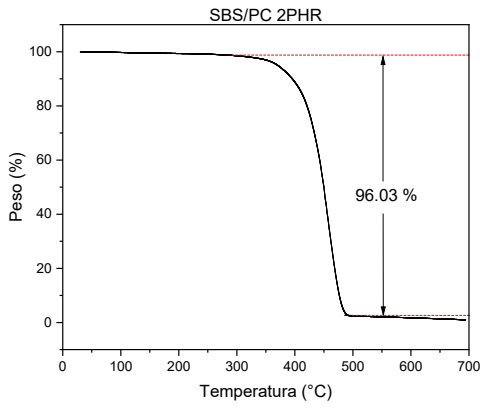
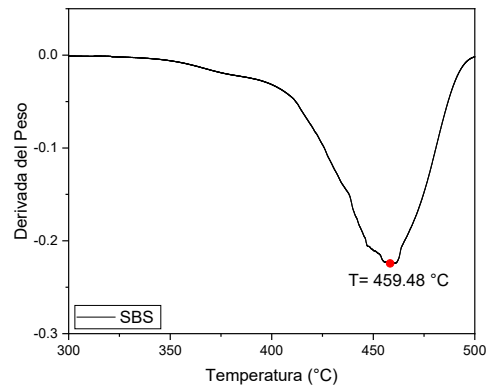
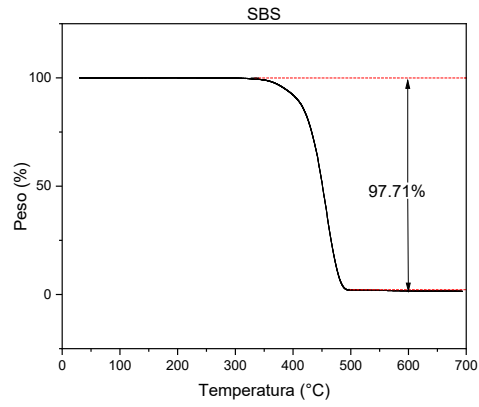
A1. Especificaciones técnicas del copolímero SBS

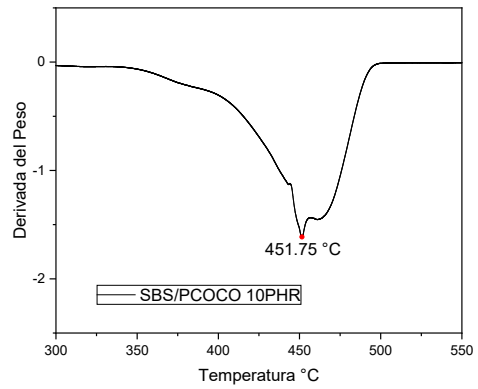
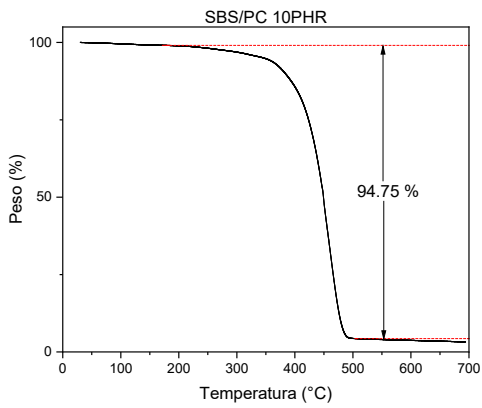
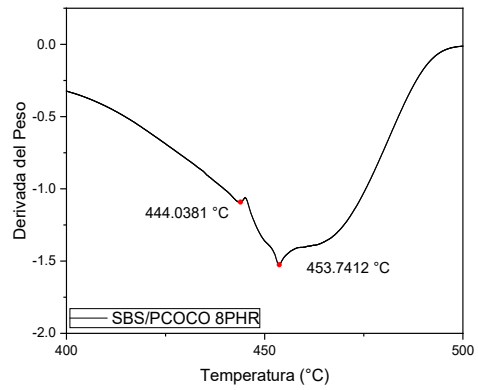
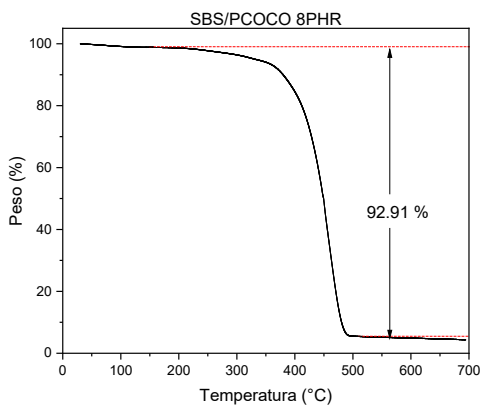
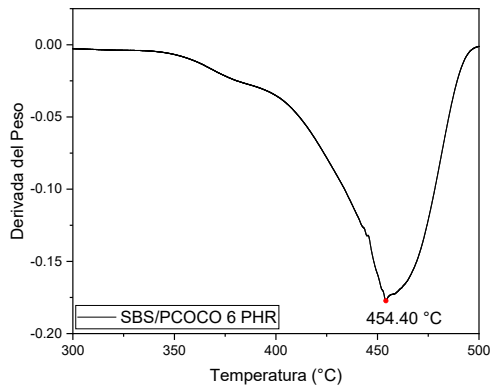
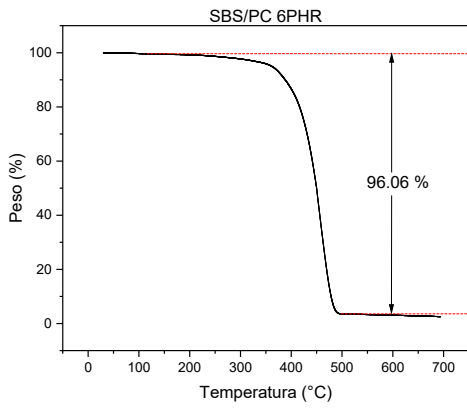
Solprene 416 es un copolímero termoplástico con bloques de estireno-butadieno, radial, con 30% de estireno total, la mayor parte de él formando un bloque de poliestireno que proporciona al polímero un comportamiento termoplástico. Este grado desarrolla propiedades de caucho vulcanizado sin requerir del proceso de vulcanización. A continuación, su hoja técnica.

Tabla A.1. Hoja técnica del copolímero SOLPRENE 416

Propiedades del Polímero	Método de prueba	Valor
Materia volátil, % máx.	ASTM D5668	0.75
Estireno total (sobre Polímero), %	ASTM D5775	30
Estireno bloque, % mín.	NM 202-07	28
Índice de fluidez, g/10' (200°C, 5 kg)	ASTM D1238	< 0.5
Viscosidad en tolueno 5.23%, cSt	NM 300-11	11
Dureza, ° Shore A	ASTM D2240	78
Carga de rotura, MPa	ASTM D412	17
Módulo 300%, MPa	ASTM D412	2.7
Alargamiento, %	ASTM D412	800
Gravedad específica	DIN-53479	0.94

A2. Termogramas TGA SBS/PC





A3. Termogramas TGA SBS/PC Con tratamiento alcalino

