

Efectos del tratamiento químico en las propiedades físicas y mecánicas de las fibras naturales como sustitutas de la fibra de vidrio en composites

Flores Manrique Nadia ⁽¹⁾, González Olga ⁽²⁾
Instituto de Ciencias Químicas y Ambientales
Escuela Superior Politécnica del Litoral (ESPOL)
Campus Gustavo Galindo, Km 30.5 vía Perimetral
Apartado 09-01-5863. Guayaquil-Ecuador
nadmflor@espol.edu.ec , omgonzal@espol.edu.ec

Resumen

Las fibras naturales del pseudotallo del plátano como refuerzo en compuestos poliméricos presentan muchas ventajas como baja densidad, bajo costo, menor contaminación ambiental, biodegradabilidad, etc., por sobre otras fibras sintéticas como la fibra de vidrio, sin embargo estas deben ser químicamente tratadas con el fin de mejorar la poca adhesión que existe entre la matriz polimérica (hidrófoba) y las fibras de carácter hidrofílicas.

El principal objetivo de este trabajo es caracterizar las fibras de plátano, compararlas con los datos de composición de las fibras naturales tradicionales utilizadas en los compuestos poliméricos y tratarlas químicamente para mejorar su adhesión matriz –refuerzo. La caracterización y el tratamiento realizado permiten determinar que la fibra estudiada es apta como refuerzo en un composite. La caracterización consiste en un análisis morfológico y estructural utilizando microscopía electrónica de barrido, la determinación de su composición se efectúa utilizando las normas TAPPI, el análisis del título, además del análisis de las modificaciones químicas realizadas.

Palabras Claves: *fibras naturales, compuestos poliméricos, matriz, plátano, refuerzo*

Abstract

The pseudostem`s platano`s natural fibers as reinforcement in polymeric composites presents a lot of advantages like: low density, low cost, lower environmental contamination than it is used to be necessary, biodegradability, etc., over synthetic fibers like the glass fiber. However these vegetables fibers need a chemical treatment to improve the low adhesion that exists between the matrix polymeric(hydrophobic) and the fibers that presents hydrophilic character.

The main objective of this work is present the characterization of the platano`s fibers, compare them with the composition data of the traditional natural fibers that are used in polymeric composites and the chemical treatment that will improve the matrix-reinforcement adhesion. The characterization performed determinates the fibers studied are suitable as enforcement in a composite. The characterization includes a morphological and structural analysis, composition analysis that was developed under the TAPPI norms, tensile test and the analysis of the chemical modification gotten.

Keywords: *natural fibers, polymeric composites, matrix, platano, reinforcement*

1. Introducción

El uso de las fibras naturales como refuerzo en composites con el fin de contrarrestar el uso de recursos no renovables y disminuir los efectos negativos que estos producen en el ambiente es un tema de gran interés actual. Numerosos estudios se han realizado con el fin de analizar el comportamiento mecánico y químico de dichas fibras y su influencia en las propiedades mecánicas y calidad final en los composites. Las principales limitantes que presentan son su baja resistencia térmica, su estructura inconsistente (no existe uniformidad) y su tendencia hidrofílica. Ya que la calidad del composite depende

en gran medida de la capacidad de adhesión que presente la matriz polimérica y la fibra (refuerzo), se necesita estudiar la rugosidad y la polaridad de la superficie de las fibras y el tratamiento químico adecuado para favorecer dicha adhesión. ^[1]

Las fibras naturales están formadas por microfibrillas de celulosa enlazadas entre sí por puentes de hidrógeno, incrustadas en una matriz de lignina (amorfa) e insertada en una red formada por hemicelulosa semicristalina y pectina. ^[2]

Algunos estudios resaltan que las microfibrillas de celulosa formadas por regiones de celulosa cristalina

presentan mejores características mecánicas que las de fibra de vidrio.^[3]

La extracción química de la celulosa de las fibras con álcali (NaOH) permite disolver la lignina en las mismas y mejora su tenacidad, a su vez que aumenta su resistencia a la ruptura.^[4]

Las fibras naturales son incompatibles con los polímeros (no polares), sin embargo estas pueden ser tratadas con anhídrido maleico como agente de acoplamiento, logrando así la adhesión deseada.

El principal objetivo de la investigación es aportar información sobre el uso de la Musa Paradisiaca L para su posterior adición a una matriz polimérica con el fin de fabricar materiales compuestos, debido a su gran disponibilidad en el Ecuador y a que la gran cantidad de desecho del mismo sólo ha sido aprovechado para la producción de papel en estos últimos años.^[5]

La Musa Paradisiaca L pertenece a la Familia Musaceae es una herbácea perenne gigante, con rizoma corto y tallo aparente o pseudotallo. Cada Tronco con sus respectivas hojas y flores solo puede producir un racimo en su vida (lo cual se considera el único valor de la planta), por lo que generalmente se desecha la planta vieja para generar espacio y aprovechar los nutrientes, además del gran potencial de reutilización que no ha sido considerado.

2. Materiales y Métodos

La muestra de la planta fue obtenida de la zona rural de la ciudad de Daule, en la provincia del Guayas. Se secciona 1 metro del pseudotallo de cada planta seleccionada sin signos de descomposición. Se efectuaron diferentes tipos de extracción, a fin de encontrar el más adecuado para la experimentación.

Extracción manual de la fibra húmeda

Este proceso se realizó retirando la chanta (capas de pseudotallo) y sacando manualmente cada fibra, se utilizó la fibra muy fresca antes de que la masa de la chanta comience a oscurecer.



Figura 1. Fibra extraída manualmente

Extracción mecánica mediante el uso de un rodillo

Este proceso se utilizó para extraer la mayor cantidad de agua de la chanta, para lo cual se colocó la chanta dentro de una tela de liencillo y se la pasó por los rodillos (Figura No. 2A, 2B, 2C y 2D) con altura regulada hasta que la chanta tenga una menor carga de agua.

Después del prensado se retira la fibra, lo sin embargo aún presenta impurezas adheridas a la fibra.

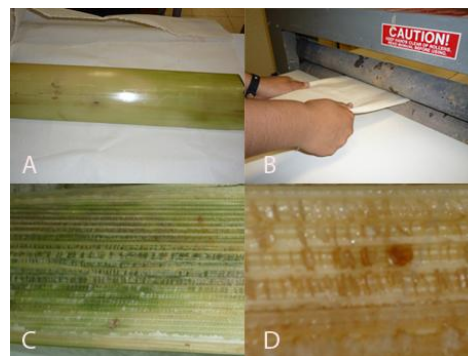


Figura 2A. Chanta fresca
Figura 2B. Prensado
Figura 2C. Chanta prensada
Figura 2D. Chanta para desfibrado

Extracción manual de la fibra seca

A la fibra seca con impurezas sobre la superficie se la sometió a un tratamiento con agua caliente a 40 grados Celsius, una vez ablandadas, las impurezas fueron retiradas.



Figura 3. Fibra tratada con agua caliente

Caracterización

La caracterización de las fibras realizó mediante los métodos estandarizados de la Norma TAPPI, entre ellos: análisis de humedad (Tappi T412 su-69) y análisis de humedad que permiten determinar la estabilidad de las fibras a la temperatura y su higroscopia. También se determinó el contenido de Ceras y Resinas (Tappi T6 os-59), el porcentaje de lignina que presentaban (Tappi T13 os-54) y la cantidad de Celulosa (Tappi T17 m-55).

Se determinó el Título de las fibras luego de ser tratados con hidróxido utilizando la norma ASTM 3822-96

$$\text{Título (T)} = \frac{\text{Masa de la fibra}}{\text{Longitud de la fibra}}$$

Se efectuó un análisis Termogravimétrico (TGA): Equipo Shimadzu SDT, modelo Q600 desde 25 °C hasta 800 °C a 10 °C/min bajo atmósfera de nitrógeno para prevenir reacciones termo-oxidativas, este análisis permite determinar la estabilidad química de las fibras y evidenciar los cambios en su estructura química luego del tratamiento.

Tratamiento con álcali

Se trataron las fibras extraídas de plátano por separado con soluciones de hidróxido de sodio [0,1N], [1N] y [4N] en una instalación compuesta por la camisa de calentamiento, balón de 1000 ml. y un condensador de reflujo durante una hora. Luego de secar las fibras, se procede a calcular la pérdida de peso después del tratamiento.

$$\% \text{ pérdida de peso} = \frac{\text{masa}_{\text{inicial}} - \text{masa}_{\text{final}}}{\text{masa}_{\text{inicial}}} \times 100$$

Tratamiento con Anhídrido Málico

Una vez tratadas con álcali y secas, se agrega la solución de anhídrido málico en acetona en una proporción de 10 g de anhídrido málico por cada 100 g de fibra y bajo condiciones de reflujo se lo deja durante 24 horas. Se secan las muestras y finalmente se pesa.

3. Resultados

El tipo de extracción de la fibra empleado es de gran importancia en la calidad de la fibra obtenida. La extracción manual con la fibra húmeda nos permite obtener las fibras sin maltratarlas en el proceso, sin embargo demanda mayor tiempo y esfuerzo en comparación con la extracción mecánica que daña visiblemente las fibras. La extracción de las fibras secas y su posterior tratamiento con temperatura no sólo evidencia una mayor dificultad de limpiar las fibras de las impurezas sino que a su vez oscurece las fibras disminuyendo su calidad. (Figura 3)

Tabla 1. Composición de la fibra de Plátano

Componentes	Porcentaje
Humedad	9.86 %
Ceras, Grasas y Resinas*	11.79 %
Lignina *	12.99%
Celulosa*	73.5%

* Porcentaje expresado sobre la muestra seca

Los análisis químicos pertinentes a la composición de las fibras de plátano se muestran en la Tabla 1. y en comparación con otras fibras (Tabla 2.) se evidencia que el contenido de celulosa es alto, al igual que el de lignina, sin que esto signifique un problema ya que puede ser retirada haciéndola reaccionar con álcali.

Tabla 2. Composición Química de otras fibras naturales

Fibra	% Celulosa	% Hemicelulosa	% Ceniza	% Lignina
Banana	60 – 65	6 – 8	6 – 8	5 – 10
Okra	60 – 70	15 – 20		5 – 10
Sisal	50 – 74	10 – 14		8 – 11
Piña	70 – 82			5 – 12

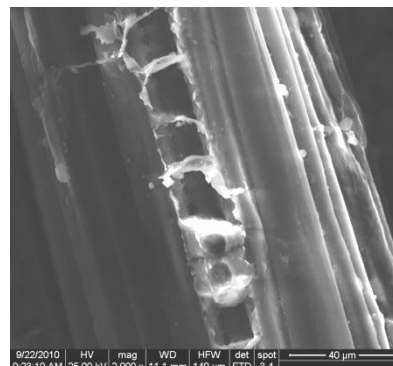


Figura 4. Microscopía electrónica de barrido de las muestras de fibra de plátano sin tratamiento

La fibra de plátano al igual que las demás fibras vegetales está compuesta de materiales celulósicos y no celulósicos.

Una sola fibra se encuentra conformada por varias celdas, y estas a su vez por microfibrillas de ligno-celulosa que se mantienen unidas por pectina, lignina y pentosanos.

El tratamiento con las soluciones alcalinas debilitan los enlaces de las cadenas celulares y favorecen el rompimiento del enlace hemicelulosa-celulosa.

La pérdida de masa que se obtiene del tratamiento químico con hidróxido de sodio es el resultado de la

reacción de la hemicelulosa con el álcali. El tratamiento a diferentes concentraciones también resulta en un hinchamiento de las fibras lo que disminuye la densidad de las mismas. Sin embargo, esta reacción no afecta los enlaces lignina- celulosa.

También se observa que el mejor tratamiento es el que se obtiene con la solución de NaOH [1N], las fibras se blanquean y se eliminan grasas y ceras, pectina y hemicelulosa de manera más eficiente (Figura 5) sin dañar las celdas celulósicas.



Figura 5. Fibra de Plátano tratada con NaOH a [0,1N], [1N] y [4N] respectivamente

Tabla 4. Porcentaje de la pérdida de masa de la fibra de plátano del Tratamiento con NaOH

M	Concentración de las soluciones	Masa inicial [g]	Masa final [g]	% pérdida de masa
A	0,1 N	5,400	4,17	22, 78
B	1 N	4,785	2,896	39,50
C	4 N	4,925	3,18	35,43

El cambio de concentración en el tratamiento alcalino produce la destrucción de la red celulósica y al desaparecer los compuestos que mantienen unidas las microfibrillas se crean huecos en la estructura y el hinchamiento que se observó (mayor volumen), además se separan las fibras en finos filamentos (Figura 8).

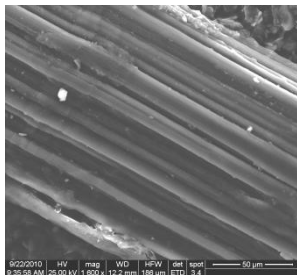


Figura 6. Microscopía electrónica de barrido de fibra de plátano tratadas (0,1 N NaOH) aumento a 50 μ m

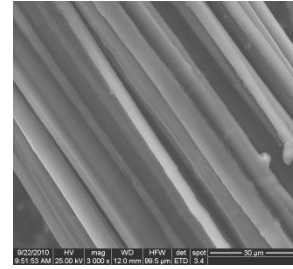


Figura 7. Microscopía electrónica de barrido de fibra de plátano tratadas (1 N NaOH) aumento a 30 μ m

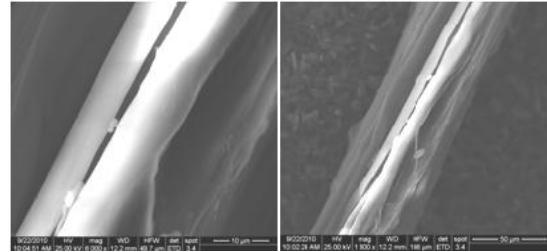


Figura 8. Microscopía electrónica de barrido de las muestras de fibra de plátano tratadas (4 N NaOH) aumento a 10 y 50 μ m

El tratamiento utilizando anhídrido maleico como agente de acople se realiza con el fin de aumentar la energía de superficie y asegurar la humectación para su posterior acople con la matriz polimérica, este tratamiento permite que la superficie de la fibra adquiera propiedades mecánicas intermedias entre la fibra y la matriz.

Nuevamente, se observa mejores resultados en la fibra tratada primero con NaOH [1N], que se mostró más flexible y en mejores condiciones (Figura 9)

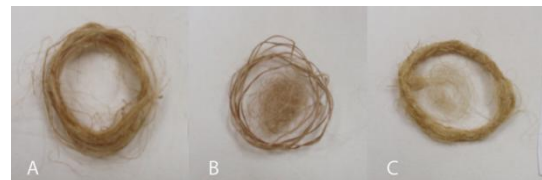


Figura 9. Fibra de Plátano tratada con [0,1N], [1N] y [4N] NaOH respectivamente y luego con Anhídrido Maleico

En la Tabla 6, se observa un aumento de masa luego del tratamiento con el agente de acople en la tratada con NaOH [1N] ya que se logra un acople de esta sustancia en la superficie (Figura 10), mientras que las fibras tratadas con NaOH [0.1N] y [4N] y luego con anhídrido maleico, pierden masa y esta fibra se presenta quebradiza.

Tabla 6. Masas de las muestras de la fibra de plátano después de las reacciones de acoplamiento

Concentración de las soluciones alcalinas del tratamiento	Masa inicial [g]	Masa final [g]	Diferencia de masa [g]
0,1 N NaOH	2,540	2,430	0,11
1 N NaOH	2,383	2,388	-0,005
4 N NaOH	2,445	2,357	0,088

La microscopía electrónica de barrido permite observar el cambio morfológico que presenta la fibra de plátano luego del tratamiento, donde se muestra al agente acople adherido a la superficie de la fibra de celulosa producto de una reacción de esterificación entre el anhídrido y la celulosa. Esto ocurre de manera parcial en el caso de la tratada con NaOH [1N] y completa con NaOH [4 N].

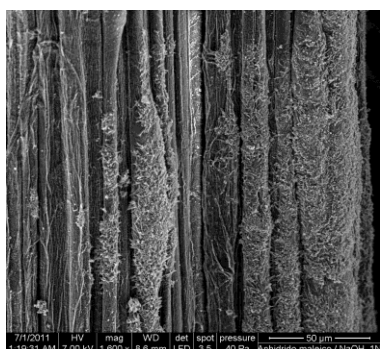


Figura 10. Microscopía electrónica de barrido de fibra de plátano tratadas (0,1 N NaOH y anhídrido maleico) aumento a 50 µm

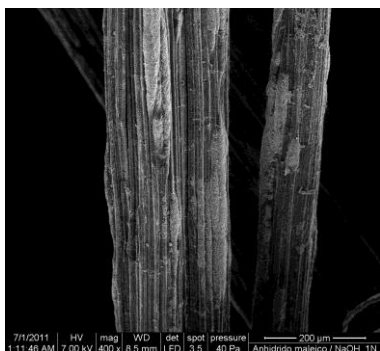


Figura 11. Microscopía electrónica de barrido de fibra de plátano tratadas (0,1 N NaOH y anhídrido maleico) aumento a 200 µm

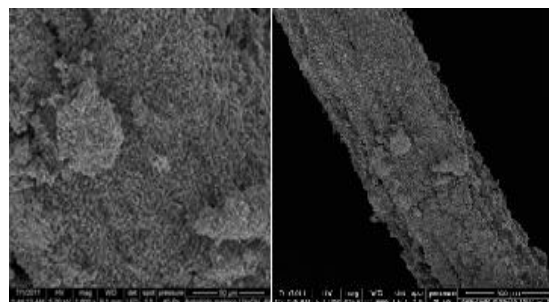


Figura 12. Microscopía electrónica de barrido de las muestras de fibra de plátano tratadas (4 N NaOH y anhídrido maleico) aumento a 50 y 200 µm

Se analiza los resultados del Análisis Termogravimétrico (TGA) de la fibra de plátano sin tratamiento y la tratada con hidróxido de sodio para determinar la eficiencia del tratamiento químico a través de la verificación de la presencia de lignina en estas fibras.

En la Figura 13, se muestra la descomposición de la fibra de plátano sin tratamiento donde la principal descomposición ocurre en el rango de 200-370°C, con una pérdida de masa del 65%, producto de la degradación térmica de la celulosa, que ocurre en dos etapas: la primera ocurre por la ruptura de enlaces y generación de radicales libres y grupos carboxilos y carbonilos, además de carbón provocando la reducción de la longitud de la cadena. Y la segunda etapa consiste en la depolimerización de la celulosa por ruptura de unidades glucosídicas y formación de levoglucosano.^[6]

La evaporación de la humedad así como a la descomposición de compuestos de bajo peso molecular, se evidencia como una pequeña pérdida de masa en el rango de 25-150 °C, y se presenta en ambas figuras (Figura 13 y Figura 14).

Se observa que a temperaturas mayores a 800°C. existen no menos del 15% de residuos sólidos.

Mientras que en la Figura 14, la descomposición principal ocurre 225-330°C, con una pérdida de masa del 45%, producto de la degradación térmica de la celulosa y la remoción de la lignina original.

La degradación de la lignina que ocurre a más de 370°C, en la figura 14, ocurre como una descomposición lenta y mínima, producto de la eliminación de esta especie.

A temperaturas mayores a 500°C, observamos el porcentaje de residuos sólidos remanentes (35%).

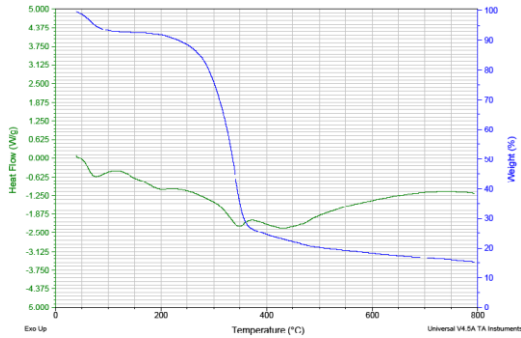


Figura 13. Análisis Termogravimétrico (TGA) de la fibra de plátano sin tratamiento

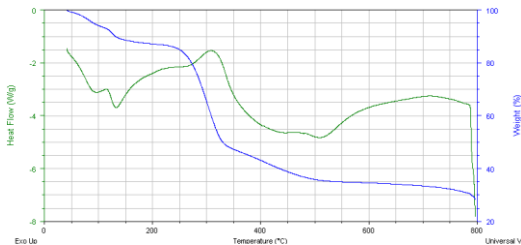


Figura 14. Análisis Termogravimétrico (TGA) de la fibra de plátano tratada con 1 N NaOH y Anhídrido Maleico

4. Conclusiones

Las fibras del pseudotallo de la musa paradisíaca L, presentan una composición química adecuada para considerarlas una fuente importante de celulosa ya que el contenido de celulosa que se encuentra en la misma en ellas, existe en la misma proporción que la del sisal, fibra ya utilizada como refuerzo en composites resínicos.

Al someter las fibras a un tratamiento químico, la estructura morfológica de éstas se altera, así como su aspecto físico.

El tratamiento más eficiente para liberar las microfibrillas celulósicas de la red en la que se encuentra originalmente es el realizado con NaOH [1N], mientras que el tratamiento con anhídrido maleico mejora el acople de la fibra de plátano con una matriz hidrófoba y aumenta su flexibilidad.

5. Referencias

[1] Mata F., *Utilización de composites de matriz polimérica en la fabricación de automóviles*, 2004.
 [2] Vignon MR, Heux L, Malainine ME, Mahrouz M. *Arabinan-cellulose composite in Opuntia ficus-indica prickly pear spines Carbohydrate Research*. 2004

[3] S.V. Joshia, L.T. Drzalb, A.K. Mohanty, S. Arora, *Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites*, 2003 Rong MZ, Zhang MQ, Lui Y et al, *The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites*. Composites Science and Technology. 2001;61
 [4] Dipa Ray, B. K. Sarkar, *Characterization of Alkali-Treated Jute Fibers for Physical and Mechanical Properties*, 2000
 [5] Corpei, INFOPEX-02-2009-Vol 3-No.2
 [6] Cantero G., Arbelaiz A., Llano-Ponte R., Mondragon I., *Effects of fibre treatment on wettability and mechanical behavior of flax/polypropylene composites*, ScienceDirect, p 1247–1254, 2003.

Ing. Olga González

Visto bueno del Director de Tesis
 Fecha: 30/08/2011

Nadia Flores Manrique
 Tesista ICQA