

MATERIALES REFORZADOS DE POLIOLEFINAS RECICLADAS Y NANOFIBRAS DE CELULOSA DE HENEQUÉN

Ana B. Morales Cepeda, David Victoria Valenzuela, Marielli E. Ponce Medina, Tomás Lozano Ramírez

División de Estudios de Posgrado, Instituto Tecnológico de Ciudad Madero. Juventino Rosas y Jesús Urueta Col. Mangos Cd. Madero Tamaulipas, México. Correo electrónico: abmoralesc@prodigy.net.mx

Recibido: Junio 2011; Aceptado: Septiembre 2011

RESUMEN

En este trabajo se estudió el comportamiento de las propiedades mecánicas del polipropileno (PP) y el polietileno de baja densidad (PEBD) reciclado después de que ambos fueron reforzados con nanofibra celulósica. Los resultados muestran una disminución de la resistencia al impacto del compuesto en comparación con la muestra original. Además los materiales reforzados con 5% de nanofibra presentaron un aumento en las propiedades relacionadas con la tracción, mientras que los reforzados con 10% una disminución, esto último podría deberse a que la concentración de nanofibra fue excesiva lo que propicio una baja interacción entre la nanofibra y la matriz.

Palabras claves: Nanofibras de celulosa, materiales reforzados nanométricos, poliolefinas

ABSTRACT

This research studied the behavior of the mechanical properties of polypropylene (PP) and low density polyethylene (LDPE) recycled, after that they were reinforced with cellulose nanofiber. The results show a decrease in the composite impact resistance compared with the original sample. In addition, composites with 5% nanofiber showed an increase in the related properties traction, while reinforced with 10% a decrease, the last result mentioned could be due to the concentration of nanofiber was excessive and produced a low interaction between the nanofiber and matrix.

Keywords: cellulose nanofiber, nanocomposites, polyolefins

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales reforzados con fibras son el principal tipo de materiales compuestos comerciales. Como ejemplos pueden citarse los contrachapados que son laminados de madera pegados con una resina, normalmente amino resinas; los aglomerados son partículas de aserrín mezclado con la fibra de vidrio (*Giannelis et al.* 1997). Son los materiales compuestos más conocidos por sus altas prestaciones mecánicas y el alto valor añadido del material final. La fase dispersa consta de fibras que es una microestructura muy anisotrópica, hilos o cilindros de 2 a 10 μm de diámetro y 1 mm de longitud. Por tanto, tienen una longitud tres veces mayor que el diámetro. Mientras más estrechas sean las fibras los materiales reforzados presentan resistencias comparativamente más altas. La explicación se debe a que disminuye la probabilidad de encontrar defectos en la escala macro-microscópica que son principales responsables que aparezca la grieta y la fractura y a que un menor diámetro permitirá que la fase dispersa se ancle con mayor fuerza en la matriz (*Giannelis et al.* 1997). Hay una gama amplia de fibras orgánicas naturales que son potencialmente útiles para la elaboración de materiales reforzados nanométricos, como el algodón, lino, yute, henequén así como la madera de diversos árboles. Las propiedades de las fibras de

celulosa son muy buenas en comparación con las fibras artificiales, particularmente en relación a la densidad. Aunque la producción de compuestos a base de tales fibras actualmente está muy limitada, puede aumentar en el futuro (Soulestin et al. 2007).

Las fibras de plantas naturales o biofibras se han usado en el pasado como un material de reforzamiento de diferentes tipos de matrices. Recientemente la atención se ha puesto en el uso para un material de reforzamiento de termoplásticos. Particularmente la industria automotriz ha mostrado interés en las ventajas que este tipo de fibras reforzadas pueden presentar. Las ventajas de las biofibras sobre las fibras reforzantes tradicionales, como la fibra de vidrio son: bajo costo, baja densidad (con ello buenas propiedades específicas), menos equipo de procesamiento, alta suavidad, biodegradabilidad y “ecológicamente amigables” (ya que se produce a partir de recursos naturales). Las fibras naturales más usadas en la obtención de materiales reforzados son: el sisal, el yute, el lino y las fibras de madera (Bledzki y Gasan, 1999).

En las plantas, la celulosa se encuentra en forma de microfibras en la pared celular primaria, secundaria y terciaria, organizadas ya sea de manera unidireccional o como una malla entretrejida. Estas microfibras están asociadas a una matriz conformada principalmente de lignina y algo de hemicelulosa (Espitia, 2010). Las microfibras de celulosa tienen un diámetro desde 20 hasta 200 Å, mientras su longitud puede alcanzar varias decenas de micrones. Estas características son la causa de las interesantes propiedades mecánicas de las microfibras (Rondeau et al. 2003).

Para la elaboración de nanomateriales reforzados las microfibras son extraídas de la biomasa por un tratamiento químico seguido de un tratamiento mecánico, con el fin de obtener microfibras individuales. Como consecuencia, las microfibras de celulosa se desprenden del material que las rodea y mantiene unidas a otras microfibras para dar lugar a la formación de una estructura de red integrada por fibras de dimensiones nanométricas (Newman y Hemmingson, 1990).

El henequén tiene un color desde casi blanco hasta el amarillento rojizo; se considera inferior a la fibra de *Agave Sisal* en resistencia, limpieza, textura y longitud. Un típico análisis de la fibra de henequén es el siguiente: humedad 4,6, cenizas 1,1, sustancias solubles en alcohol y benceno 3,6, lignina 13,1 y celulosa 77,6%.

La producción mundial se calcula en 200.000 toneladas por año de fibra. El único país que produce henequén en gran escala es *México*. Su producción anual es de unas 175.000 toneladas. El segundo país productor es *Cuba*, con 10.000 toneladas, seguido por *El Salvador* con 2.000 toneladas.

A pesar de que la planta de henequén crece más lentamente que la de sisal, aquella tiene más longevidad; en *México* puede vivir de 20 a 30 años. Esta planta produce cerca de 230 hojas durante su vida. Las células de las fibras son largas, con lumen grande.

La resistencia de los haces de fibras es menos que la del sisal. La longitud de la fibra de henequén varía de 60 a 150 cm y tiene de 0,13 a 0,5 mm de diámetro. Cada fibra comercial consta de uno o generalmente más hacecillos fibrovasculares compuestos de células alargadas de paredes gruesas, de 1,5 a 4 mm de largo. El promedio del diámetro mayor de las células es de 22,2 μ y del menos 1,6 μ , la célula es mayor que la de sisal, tiene ángulos redondeados y mucho menor uniformidad (Koeslag, 1991).

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Materiales.

Las fibras del henequén se compraron, en *Ciudad Madero, Tamaulipas*, las matrices de polipropileno y de polietileno de baja densidad fueron compradas en forma de granza (*pellets*) al Grupo Reciclador Mexicano-Reciclaje de plásticos, de *Monterrey Nuevo León, México*. El polietileno de baja densidad es de color blanco y el polipropileno negro debido a la presencia de aditivos con lo que fue tratado con anterioridad. Los pesos moleculares de los polímeros fueron: para el polipropileno 37.000 g/mol y polietileno de baja densidad 14.000 g/mol.

Las características de los reactivos utilizados se muestran a continuación: tolueno, marca *Baker ACS*, NaOH marca *Fermont* 98.9% de pureza, alcohol etílico absoluto marca *Fermont* 99,9% de pureza, 1-Octanol marca *Sigma Aldrich* 99% de pureza, compatibilizante comercial *Polybond* 3002 con 1% anhídrido maleico, marca *Chemtura*.

2.2. Purificación de las fibras de henequén. Se purificaron 5 gramos de fibra con extracción *Soxhlet*, con una solución de 300 mL con volúmenes iguales de etanol/benceno durante 24 horas a 90 °C, seguidas de un lavado con etanol y agua, para posteriormente secarlas a 60 °C durante 24 horas.

2.3. Mercerización de las fibras. Después de purificar las fibras, 5 gramos estas se sometieron a un proceso de mercerización en 10 mL de una solución acuosa de NaOH 40% en volumen con 400 mL de 1-octanol, aplicándoles agitación con la finalidad de homogeneizar la distribución del disolvente en las fibras por un periodo de cuatro horas. Posteriormente, fueron lavadas con etanol y agua hasta eliminar el aroma a octanol y secadas a 60 °C durante otras 24 horas, con el fin de eliminar la mayor cantidad de humedad posible.

2.4. Obtención de las nanofibras de celulosa de henequén. Una vez secas las fibras, fueron introducidas en un reactor con presurización de 3 kg·m⁻² con aire en reactor de alta durante 12 horas para disminuir el diámetro de las fibras, de acuerdo a *Hui Wang et al.* (2009).

2.5. Elaboración de materiales reforzados. Se elaboraron materiales reforzados de las polioléfinas con 5 y 10% de nanofibra recortada finamente para cada tipo de polímero

(polipropileno o polietileno de baja densidad), adicionando 5% del peso total del material reforzado de un compatibilizante comercial de anhídrido maleico (*Polibond 3002, Chemtura*) en un mezclador en fundido tipo *Brabender* a 180 °C y 70 rpm durante diez minutos.

2.6. Técnicas de caracterización.

2.6.1. Microscopía de fuerza atómica. Los análisis de este tipo se realizaron con la finalidad de conocer el tamaño del diámetro que poseían las fibras utilizadas en la elaboración de los materiales reforzados, para ello se utilizó un microscopio de fuerza atómica marca *Veeco*.

2.6.2. Pruebas de tracción. Para observar las variaciones de los materiales elaborados se elaboraron las muestras de acuerdo a la norma ASTM D638, se empleó la máquina Universal *Shimadzu* y los resultados fueron analizados con el software *Trapezium2*.

2.6.3. Pruebas de impacto. Para realizar este tipo de pruebas se utilizó el medidor de Impacto *Gardner* también el cual se utiliza para establecer estándares de calidad para resistencia al impacto y penetración de superficies de muchos materiales de construcción como lo son los plásticos, resinas, fibra de vidrio, chapa, madera contrachapada, etc.

2.6.4. Calorimetría diferencial de barrido (DSC). En este trabajo se utilizó un calorímetro diferencial de barrido *Perkin Elmer Pyris 1* en donde se midieron muestras encapsuladas en células de aluminio, en el intervalo de temperatura de 50 a 200 °C a una velocidad de 10 grados·min⁻¹, utilizando nitrógeno como gas de arrastre.

2.6.5. Determinación de la cristalinidad. El propósito de la realización de los análisis de DSC en esta investigación a demás observar las transiciones, también fue el de determinar el grado de cristalinidad para lo cual se empleó la siguiente ecuación:

$$X_i = \left(\frac{\Delta H_i}{\Delta H_i^0} \right) \cdot 100 \quad (1)$$

donde X_i es el grado de cristalinidad, ΔH_i es el calor específico de fusión de la muestra el cual fue determinado de calcular el área bajo los picos de fusión de las muestras, utilizando el programa *OriginLab 8.5*, ΔH_i^0 es el calor de fusión estándar de los polímeros totalmente cristalinos que para el polietileno de baja densidad es de 276,98 J·g⁻¹. Debido a que el polipropileno utilizado presentó fases alfa y beta de cristalización se emplearon los valores de 177 y 168 J·g⁻¹, respectivamente, para sus calores de fusión y de 209 J·g⁻¹ para calcular la cristalinidad total de la muestra ya que de acuerdo con *Chourday et al.* (1991) esos son sus valores correspondientes.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Tratamiento de las fibras. Las figuras 1a se muestra una fotografía de la fibra después de haber sido purificada con la mezcla etanol/ tolueno, en la figura 1b aparece la fibra después de haber sido sometida al proceso de mercerización y en la figura 1c se muestra la apariencia de fibra después de la presurización para tener la nanofibra de celulosa, de acuerdo a los autores *Hui Wang et al.* (2009).

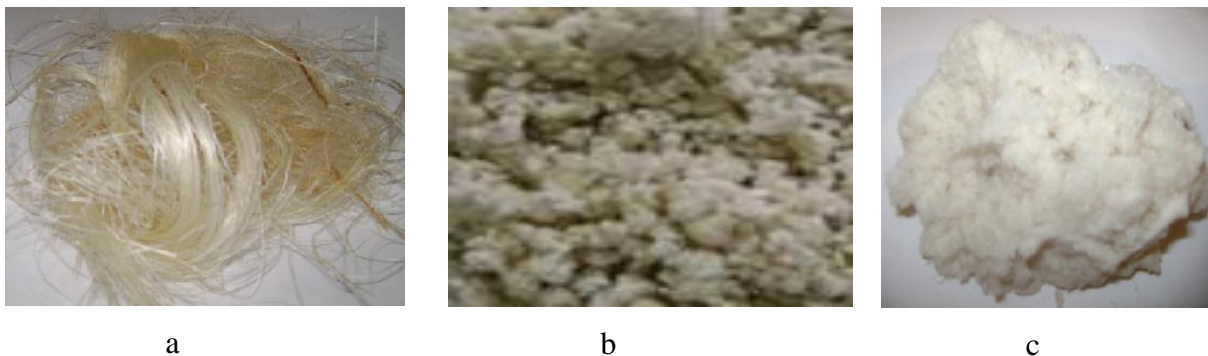


Figura 1. Fotografías de las fibras con los tratamientos: a) purificada, b) mercerizada y c) presurizada.

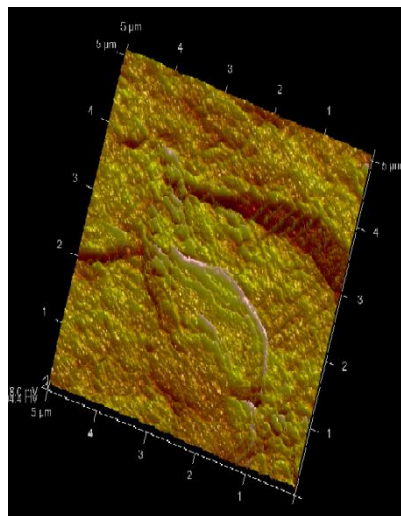


Figura 2. Micrografía de fuerza atómica de la fibra de la celulosa después de su proceso de presurización.

En la Figura 2, se muestra la imagen en tres dimensiones de la celulosa después de la presurización, se tiene diámetro promedio de 65 a 36 nanómetro, se tienen que algunas nanofibras se encuentran dentro de arreglos de microfibras, lo cual está de acuerdo a la literatura. Cabe señalar que las fibras de celulosa antes de la presurización tenían un diámetro de 4,84 micrómetros.

3.2. Esfuerzo y deformación. En la Tabla 1 se tienen los resultados de los resultados de pruebas de tracción, en el caso de los resultados de esfuerzo deformación, se tiene que los

materiales reforzados con concentraciones más bajas fueron los que alcanzaron un mayor esfuerzo con respecto a los termoplásticos originales, en el caso de las matrices con 5% de nanofibra aumentaron un 59% y un 23% para el polietileno de baja densidad y el polipropileno respectivamente.

Mientras que los termoplásticos con 10% de nanofibra disminuyeron en un 17% para el polietileno de baja densidad y en un 1% para el polipropileno. Los materiales reforzados reportaron una disminución en el grado de deformación con respecto a la matriz.

La máxima deformación para los materiales reforzados de polietileno de baja densidad disminuyó 52 y 80% y la rotura se presentó en un porcentaje menor de 20 y 16% para los que tenían 5 y 10% de nanofibra, respectivamente, mientras que para el polipropileno la disminución fue de 20 y 16% en cuanto a sus máximas deformaciones y de 19 a 14% a la rotura ocasionada por ella en los materiales reforzados con 5 y 10% de material celulósico.

3.3. Módulo de Young. El módulo de *Young* es el grado de deformación de un material cuando se aplica una fuerza o un esfuerzo, entre más alto es su módulo experimentará menos deformación (*Askeland*, 1998), en la Tabla 1 se muestra el comportamiento del módulo de *Young* de los polímeros originales y los reforzados.

Tanto para el polietileno de baja densidad como para el polipropileno se observan aumentos en el módulo de *Young* en los materiales reforzados al compararlos con los termoplásticos no reforzados, dichos incrementos fueron de 133 y 63% para el polietileno de baja densidad con 5 y 10% de nanofibra, respectivamente, mientras que en el caso del polipropileno se apreció un aumento de 50 y 8% para los reforzados con 5 y 10% de material celulósico, respectivamente.

3.4. Máxima carga y rotura a la carga. En la Tabla 1, se tienen las máximas cargas que soportan los materiales. Con base en los resultados obtenidos se establece que ambos materiales reforzados experimentaron un aumento en la cantidad de carga que pudieron soportar cuando fueron reforzados con 5% de nanofibra, pero en contraste, los compuestos con 10% de ella, reportaron una disminución. Para el polietileno de baja densidad la máxima carga aumentó en un 59% y disminuyó un 17%, mientras que en el polipropileno se reportó un aumento de 17% y una disminución de 6% para sus respectivas concentraciones. Los resultados para la rotura a la carga fueron más alentadores para el polietileno de baja densidad con 5% de refuerzo ya que en este parámetro se alcanzó una mejora de 161% mientras que para los reforzados con 10% se observó una disminución del 77%. En lo correspondiente al polipropileno reforzado se obtuvo una mejora de 11% y una disminución de 14% para las concentraciones de 5 y 10% de nanofibra, respectivamente.

3.5. Máximo desplazamiento y rotura al desplazamiento. El polietileno de baja densidad disminuyó su máximo desplazamiento en un 52 y 80% y los milímetros a los que se presentó la

rotura causada por el desplazamiento disminuyeron en 58 y 78% al contener 5 y 10% de nanofibra, respectivamente, mientras que el polipropileno presentó una disminución del máximo desplazamiento de 21 y 16% y la rotura por dicho parámetro disminuyó en 18 y 14% para los contenidos de 5 y 10% de material celulósico, respectivamente.

Tabla 1. Resumen de los resultados de las pruebas de tracción, obtenidos de la máquina universal de ensayos *Schimidzu*, software *Trapezium2*.

<i>Parámetro medido</i>	<i>PEBD 0% nanofibra</i>	<i>PEBD 5% nanofibra</i>	<i>PEBD 10% nanofibra</i>	<i>PP 0% nanofibra</i>	<i>PP 5% nanofibra</i>	<i>PP 10% nanofibra</i>
Máximo esfuerzo/MPa	11,18	17,78	9,31	12,18	15,04	12,03
Rotura al esfuerzo/MPa	4,91	12,82	1,12	9,78	10,85	8,42
% Máxima deformación	40,26	19,52	7,9	5,37	4,29	4,51
% Rotura a la deformación	51,39	21,63	12,21	5,78	4,69	4,95
Módulo de <i>Young</i> /MPa	111,21	259,54	180,93	470,12	706,43	506,45
Máxima carga/kgf	10,27	16,32	8,55	11,8	13,81	11,04
Rotura a la carga/kgf	4,5	11,76	1,02	8,97	9,96	7,73
Máximo desplazamiento/mm	7,25	3,51	1,42	0,97	0,77	0,81
Rotura al desplazamiento/mm	9,25	3,89	2,19	1,04	0,85	0,89

PEBD: Polietileno de baja densidad; PP: Polipropileno

En la Tabla 1 se observa que las matrices reforzadas con menor cantidad de fibra fueron las que obtuvieron mejoras en las propiedades relacionadas con esfuerzos y cargas y a pesar de que el módulo de *Young* tuvo incrementos tanto para los contenidos de 5 y 10% de material celulósico fueron estas últimas quienes presentaron una menor mejora. Esto se puede atribuir que al llegar a un 10% de nanocelulosa en la matriz se ha rebasado la fracción volumétrica de fibras adecuada para la mejora de las propiedades mecánicas, debido a esto la cantidad excesiva de fibra en el compuesto dio como resultado un mayor número de puntos de fractura en las probetas.

En lo correspondiente a los resultados de deformación y desplazamiento se aprecia que los termoplásticos sin nanocelulosa fueron los que alcanzaron mayor deformación, esto es atribuido a que al producirse una deformación plástica debido al desplazamiento cualquier cosa que impida su

movimiento actúa como barreras para las dislocaciones y como resultado dificultan las deformaciones, en este caso las nanofibras impiden que los materiales reforzados se deformen y desplacen más que las matrices.

Tabla 2. Resumen de trabajos realizados con fibra de henequén.

<i>Refuerzo (%)</i>	<i>Matriz</i>	<i>Parámetro medido</i>	<i>Observaciones</i>	<i>%</i>	<i>Autor</i>
Fibra de henequén (5%)	Polipropileno	Máximo esfuerzo	Disminuyó con respecto a la matriz	20	<i>Cocom et al., 2006</i>
Fibra de henequén (10%)	Polipropileno	Máximo esfuerzo	Aumentó con respecto a la matriz	14	<i>Cocom et al., 2006</i>
Fibra de henequén (20%)	Poliétileno	Máximo esfuerzo	Aumentó con respecto a la matriz	10	<i>Carrillo Lara, 1998</i>

Cocom et al. (2006), utilizaron fibra de henequén con diámetros de entre 0,11 y 0,78 mm y reportaron una disminución del 20% en el máximo esfuerzo al elaborar un material reforzado con 5% de fibra de henequén pero al utilizar 10% de material celulósico lograron incrementar este parámetro en un 14%

Carrillo (1998) utilizó fibra de henequén con un diámetro promedio de 0,51 mm en cantidades de 20% en una matriz de polietileno con lo que logró un incremento del 10% en el máximo esfuerzo.

Al comparar los resultados anteriores con los obtenidos en esta investigación se observa que la influencia del tamaño del diámetro de la fibra en la matriz es fundamental en el mejoramiento de sus propiedades mecánicas. Ya que el máximo esfuerzo alcanzado por un refuerzo con 5% de nanofibra es superior al que reportaron con el uso de fibra de dimensiones no nanométricas.

En el caso de la matriz con 5% de nanofibra la diferencia con el máximo esfuerzo que reportaron al utilizar el doble de porcentaje de fibra en la matriz de polipropileno es de 9%. Mientras que para el polietileno al emplear 20% de fibra la diferencia con el máximo esfuerzo alcanzado en comparación con el uso de 5% de nanofibra es del 13%. Esto se debe a que un menor

diámetro propicia una mejor interface del refuerzo en la matriz y que las dimensiones nanométricas propician una mejor dispersión del material celulósico en el termoplástico.

3.6. Pruebas de impacto. La prueba de resistencia al impacto demostró que los materiales reforzados no son capaces de resistir una cantidad de fuerza mayor o igual que los termoplásticos utilizados como matrices. Siendo los materiales reforzados de polipropileno los que demostraron una disminución menor además se aprecia que existió diferencia entre el impacto soportado con respecto a la cantidad de nanofibra. En la Tabla 3 se observan los resultados obtenidos en la prueba de impacto mediante el método de caída libre de dardo o de bola. Pero como se demostrará más adelante la disminución en la resistencia al impacto es un efecto común en los materiales reforzados con celulosa, ya que las fibras impiden la disipación de la fuerza de impacto sobre el material reforzado.

Tabla 3. Resultados de las pruebas de impacto.

<i>Material</i>	<i>Resistencia al impacto kg/mm²</i>	<i>Porcentaje de pérdida %</i>
PEBD	0,0408	-
PEBD (5% nanofibra)	0,0141	72
PEBD (10% nanofibra)	0,0112	72
PP	16,375	-
PP (5% nanofibra)	8,5	48
PP (10% nanofibra)	8,5	50

Con estos resultados es posible apreciar que la disminución de la resistencia al impacto de los materiales reforzados alcanza valores significativos que en términos de porcentajes en comparación con el polímero sin reforzar corresponden a un 48 para el PP y de 72,5% para el PEBD. De acuerdo a esto es posible postular que la distribución de nanofibra celulósica en la matriz polimérica dificulta la disipación de energía necesaria para mantener la resistencia al impacto.

Otros autores cuyos trabajos están relacionados con matrices reforzadas con materiales celulósicos han reportado un comportamiento similar, lo que se muestra en la Tabla 4.

Tabla 4. Resistencia al impacto de algunos materiales reforzados con materiales celulósicos.

<i>Refuerzo(%)</i>	<i>Matriz</i>	<i>Disminución de</i>	<i>Autor</i>
--------------------	---------------	-----------------------	--------------

		<i>resistencia al impacto</i>		
		%		
Fibra de sisal (5%)	Almidón	72		<i>Alvares et al., 2003</i>
Fibra de sisal (10%)	Almidón	72		<i>Alvares et al., 2003</i>
Madera de pino (10%)	Polietileno	81		<i>Jara et al., 2002</i>
Madera de pino (20%)	Polietileno	81		<i>Jara et al., 2002</i>
Madera de pino (10%)	Polipropileno	80		<i>Solís et al., 2005</i>

Alvares et al., 2003 utilizaron fibras de sisal con un diámetro de 300 micras en cantidades de 5 y 10% dentro de una matriz de almidón con lo que obtuvieron una disminución de la resistencia al impacto de 72%. Mientras que *Jara et al., 2002* estudiaron la resistencia al impacto en una matriz de polietileno reforzada con 10 y 20% de madera de pino de 100 mesh y reportaron una disminución de 81% en ambos casos.

Solís et al., 2005 utilizaron polipropileno como fase estacionaria (matriz) y como fase dispersa (fibra) emplearon madera de pino en concentración de 10%, el resultado de su investigación fue una disminución de 80% en cuanto al impacto que soportan.

Con los resultados anteriores se aprecia que los materiales compuestos que emplean materiales celulósicos muestran disminuciones significativas en cuanto a su resistencia al impacto, ya que los refuerzos actúan como barreras para distribuir la energía provocada al momento de impactar el material reforzado.

3.7. Cristalinidad. La comparación de las cristalinidades de los materiales procesados se resume en las tablas 5 y 6. De acuerdo a estos resultados se tiene que la cristalinidad aumenta conforme se incrementa el porcentaje de nanofibra en la matriz polimérica de ambos termoplásticos, debido a que el contenido de material fibroso impide el movimiento molecular de las cadenas poliméricas, por lo tanto, se necesita mayor cantidad de flujo de calor para movilizar una a una estructura con pocos espacios intramoleculares y esto eleva su grado de cristalinidad. A pesar de que la cristalinidad podría haber sido la causa de que los materiales reforzados disminuyeran la resistencia al impacto en comparación con la matriz este comportamiento se le atribuye a que la dispersión de las nanofibras impide la distribución de la fuerza de impacto ya que sin importar el cambio de cristalinidad la resistencia fue la misma.

Tabla 5. Cambio de cristalinidad en los materiales de PEBD con y sin nanofibra.

<i>% nanofibra</i>	<i>J/g</i>	<i>cristalinidad total</i>
PEBD (0% nanofibra)	95,8648	0,3461
PEBD (5% nanofibra)	122,8946	0,4437
PEBD (10% nanofibra)	137,1927	0,4953

Tabla 6. Cambio de cristalinidad en los materiales de PP con y sin nanofibra.

<i>Plástico (% nanofibra)</i>	<i>ΔH_c de la fase β J/g</i>	<i>ΔH_c fase α J/g</i>	<i>Cristalinidad fase β %</i>	<i>Cristalinidad fase α %</i>	<i>Cristalinidad total %</i>
PP (0% nanofibra)	112,1019	17,2619	0,6673	0,1027	0,6190
PP (5% nanofibra)	135,0383	24,9894	0,8038	0,1487	0,7657
PP (10% nanofibra)	153,6841	28,2774	0,9148	0,1683	0,8706

CONCLUSIONES

Se logró obtener nanofibras de celulosa con diámetros que varían de 65 a 36 nanómetros. Los materiales reforzados de matriz de polietileno de baja densidad reforzados con 5% de nanofibra aumentaron: 59% su máximo esfuerzo, 161% la rotura producida por el esfuerzo y la rotura a la carga, un 133% el módulo de *Young*, 59% la máxima carga que soportaron. Además disminuyeron 55 y 58% el máximo desplazamiento y la rotura al desplazamiento respectivamente. Los materiales compuestos con 5% de nanofibra en una matriz de polipropileno aumentaron 23% su máximo esfuerzo, 11 % la rotura producida por el esfuerzo y la rotura a la carga, un 50% el módulo de *Young*, 17% la máxima carga que soportaron. Estos materiales también disminuyeron 21 y 18% el máximo desplazamiento y la rotura al desplazamiento, respectivamente. Los materiales de polietileno de baja densidad reforzados con 10% de nanofibra disminuyeron 17% su máximo esfuerzo, 77% la rotura producida por el esfuerzo y la rotura a la carga, 17% la máxima carga que soportaron, 80% el máximo desplazamiento y 76% la rotura al desplazamiento respectivamente. Así también se obtuvo un aumento de 63% en el módulo de *Young*.

El polipropileno reforzado con 10% de material celulósico disminuyó 1% su máximo esfuerzo, 14% la rotura producida por el esfuerzo y la rotura a la carga, 6% la máxima carga que

soportaron, 16% el máximo desplazamiento y 14% la rotura al desplazamiento respectivamente. Así también se obtuvo un aumento de 8% en el módulo de *Young*. Las pruebas de impacto demostraron que sin importar la cantidad de fibra esta no permite la disipación de la energía a través de la matriz, lo que trajo como resultado la disminución de 48 y 72,5% para las matrices de polipropileno y polietileno de baja densidad respectivamente a la fuerza que soportan los materiales reforzados al ser impactadas.

Al compararse los máximos esfuerzos soportados por los materiales reforzados que contienen 5% de nanofibra con los resultados obtenidos por otros autores que trabajaron con fibras de dimensiones mayores a las empleadas en esta investigación se postula que si se emplean fibras de tamaño nanométrico la cantidad necesaria para mejorar este parámetro debe ser menor.

Al comparar la disminución de la resistencia al impacto de los materiales reforzados elaborados en esta investigación con los datos reportados por autores que investigaron el mismo efecto con otros materiales celulósicos se aprecia nuevamente que las dimensiones nanométricas producen un efecto mayor que las dimensiones mayores ya que estas últimas presentaron una disminución mayor de la resistencia al impacto.

Mediante los resultados obtenidos por calorimetría se observa que a mayor cantidad de celulosa el porcentaje de cristalinidad aumenta 24 y 40% para el polietileno de baja densidad, 25 y 40% para el polipropileno, reforzados con 5 y 10% de nanofibra, respectivamente.

Agradecimientos. Por el financiamiento recibido para la realizar esta investigación a PROMEP, ANUIES y DGEST, del proyecto clave: ITCDMAD-001-PTC. *Victoria Valenzuela* agradece al *Conacyt* por la beca no. 35507 para estudios de maestría. Un agradecimiento a *Chemtura México* por la donación del compatibilizante.

BIBLIOGRAFÍA (Revisarla toda)

- [1] Álvarez V, Celina V "*Comportamiento mecánico de celulosa modificada/almidón reforzado con fibras de sisal cortas*", CONAMET, Instituto Tecnológico de Materiales Universidad de Mar de Plata, Argentina, 2003
- [2] Askeland D "*Ciencia e Ingeniería de los materiales*", Editorial Thompson, 1998
- [3] Beer P, Russel E Jr "*Mecánica de Materiales*", Mac Graw Hill, 3ª edición, 2004
- [4] Bledzki AK, Gasan J "Composites reinforced with cellulose based fibers", *Prog. Polym. Sci.*, **24**, 22 (1999)
- [5] Carrillo Lara LF "*Modificación de las Propiedades Interfaciales en materiales compuestos Polietileno de Alta Densidad-Fibra de Henequén*". Tesis de Maestría en Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, 1998
- [6] Cocom B, Duarte S, Escamilla C "*Obtención y caracterización de compuestos de fibras de henequén y polipropileno*", *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, **39**, 44 (2006)

- [7] Choudhary V, Varma I "Effect of EPDM rubber on melt rheology, morphology and mechanical properties of polypropylene/HDPE (90/10) blend", *Polymer*, **32** (14), 2541 (1991)
- [8] Espitia HM "Aislamiento de nanofibras de celulosa a partir de residuos agroindustriales de fique y caña de azúcar, con potencial aplicación en reforzamiento de polímeros termoplásticos", Tesis de Doctorado para ingeniería química, Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ciencias Químicas Sede Medellín, 2010
- [9] Giannelis E, Krishnamoorti R, *Polymer Science*, **138**, 107 (1999)
- [10] Hui W, Li H, Yafeli L "Preparation and characterization of Micro-and Nano-fibrils from Jute", *Fibers and polymers*", 2009
- [11] Jara M "Compuestos mixtos a base de plásticos y madera, *Theoria*", Universidad del Bio, Bio, Chillán (Chile), **35**, 40 (2002)
- [12] Koeslag J "Manuales para la Educación Agropecuaria", Editorial Trillas 2ª. Edición, 1991
- [13] Newman R, Hemmingson J, *Holzforchung*, 44, 351 (1990)
- [14] Rondeau C, Bouchet B, Pontoire B, Mazoyer J, *Carbohydrate Polymers*, **53**, 241 (2003)
- [15] Soulestin J, Sclavons M, *Polymer Engineering and Science*, 468 (2007)