



Centro de Investigación Científica de Yucatán A.C.

Posgrado en Materiales Poliméricos

**OBTENCIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS DE  
FIBRAS DE AGAVE Y POLIPROPILENO, PARA SU  
APLICACIÓN EN LA OBTENCIÓN DE LÁMINAS  
ACANALADAS**

Tesis que presenta

**I.I. ISABEL DEL SOCORRO QUINTAL HEREDIA**

En opción al título de

**MAESTRO EN CIENCIAS  
MATERIALES POLIMÉRICOS**

Mérida, Yucatán, México, Agosto de 2012

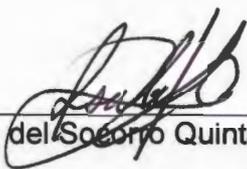




Mérida, Yucatán, México; a 14 de Agosto 2012

### **DECLARACIÓN DE PROPIEDAD**

Declaro que la información contenida en la sección de Materiales y Métodos Experimentales, los Resultados y Discusión de este documento proviene de las actividades de experimentación realizadas durante el período que se me asignó para desarrollar mi trabajo de tesis, en las Unidades y Laboratorios del Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., y que a razón de lo anterior y en contraprestación de los servicios educativos o de apoyo que me fueron brindados, dicha información, en términos de la Ley Federal del Derecho de Autor y la Ley de la Propiedad Industrial, le pertenece patrimonialmente a dicho Centro de Investigación. Por otra parte, en virtud de lo ya manifestado, reconozco que de igual manera los productos intelectuales o desarrollos tecnológicos que deriven o pudieran derivar de lo correspondiente a dicha información, le pertenecen patrimonialmente al Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., y en el mismo tenor, reconozco que si derivaren de este trabajo productos intelectuales o desarrollos tecnológicos, en lo especial, estos se registrarán en todo caso por lo dispuesto por la Ley Federal del Derecho de Autor y la Ley de la Propiedad Industrial, en el tenor de lo expuesto en la presente Declaración.

  
Isabel del Socorro Quintal Heredia





## **RECONOCIMIENTO**

**Por medio de la presente, hago constar que el trabajo de tesis titulado**

**OBTENCIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS DE FIBRAS DE AGAVE Y POLIPROPILENO, PARA SU APLICACIÓN EN LA OBTENCIÓN DE LÁMINAS ACANALADAS**

**perteneciente al Programa de Maestría en Ciencias (Materiales Poliméricos) del Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. fue realizado en los laboratorios de la Unidad de Materiales bajo la dirección del Dr. Gonzalo Canché Escamilla**

**Atentamente,**

---

**Dr. Felipe A. Vázquez Flota**

**Coordinador de Docencia**

**Centro de Investigación Científica de Yucatán, AC.**



## **DEDICATORIAS**

**A Ricardo, compañero de vida,  
por su comprensión, paciencia, amor  
y apoyo en los momentos más difíciles.**

**A la luz de mi alma, Crystal, que alegra  
mi día, el regalo más bello  
que Dios me ha dado**

**A mis padres Pastora y Rufino  
por sus enseñanzas, cuidados y el  
cariño incondicional que me brindan**

**A mis hermanos y hermanas que me  
han acompañado a lo largo de la  
vida de los que he aprendido.**

**A mis amigos y compañeros  
que Dios puso en mi camino para  
compartir cada momento de mi vida**

**A Dios por permitirme estar en este  
mundo y compartirlo con la  
gente que amo.**



## **AGRADECIMIENTOS**

A mi asesor el Dr. Gonzalo Canché Escamilla por sus consejos, amistad, tolerancia y orientación durante mi formación académica y personal.

Al Q.I. Santiago Duarte Aranda por las micrografías de SEM tomadas para el desarrollo de la tesis, por su ayuda y amistad desinteresada.

A los doctores Gonzalo Carrillo Baeza, Francisco Moscoso Sánchez, Pedro Jesús Herrera Franco, Luis May Hernández y Alex Valadez González, por sus recomendaciones, orientación y tiempo.

Al Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. por las instalaciones y apoyo en la realización de este trabajo.

Agradezco a CONACyT por la beca No. 47383 para cubrir gastos de manutención de mis estudios de maestría.

A los técnicos Carlos Cupul Manzano y Miguel Rivero Ayala y Javier Cauch Cupul quienes contribuyeron en algún momento en la realización de mi tesis.

A mis amigos y compañeros que me ayudaron en todo momento, por su amistad y apoyo desinteresado.



# ÍNDICE

Lista de tablas	iv
Lista de figuras	v
Resumen	1
Abstract	2
Introducción	3
<b>CAPÍTULO I. ANTECEDENTES</b>	
1. Materiales compuestos	5
1.1 Materiales compuestos fibroreforzados	6
1.2 Materiales compuestos con fibras naturales	8
1.3 Fibra de bagazo de agave tequilana	11
1.4 Proceso de obtención de materiales compuestos fibroreforzados	13
1.4.1 Extrusión	13
1.4.2 Termoformado	14
<b>CAPITULO II. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL</b>	
2.1 Materiales	17
2.2 Tratamiento hidrotérmico de la fibra de bagazo de agave	17
2.3 Caracterización de la fibra de bagazo de agave	18
2.3.1 Mediciones de longitud-diámetro	18
2.3.2 Análisis termogravimétrico	18

2.3.3 Espectroscopia Infrarroja con transformada de Fourier	19
2.3.4 Propiedades mecánicas	19
2.4 Análisis térmico del polipropileno y polipropileno-g-anhídrido maleico	20
2.5 Formulación de materiales compuestos	20
2.5.1 Obtención de materiales compuestos en el extrusor doble-husillo	20
2.5.2 Obtención de materiales compuestos en el extrusor mono-husillo	22
2.6 Obtención de las láminas acanaladas	22
2.7 Caracterización de los materiales compuestos laminados	24
2.7.1 Pruebas de tensión	24
2.7.2 Prueba de impacto Izod	25
2.7.3 Microscopia Electrónica de Barrido	26
2.7.4 Índice de fluidez	27
2.7.5 FTIR de las fibras extraídas de los materiales compuestos	27
2.7.6 Calorimetría Diferencial de Barrido	28
2.7.7 Análisis termogravimétrico	29
2.8 Propiedades mecánicas de las láminas acanaladas	29
<b>CAPITULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	
3.1 Caracterización de las fibras de bagazo de agave tequilana	31
3.1.1 Mediciones de longitud-diámetro	31
3.1.2 Análisis termogravimétrico	31
3.1.3 Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier	33

3.1.4 Propiedades mecánicas	35
3.2 Caracterización de la matriz y agente acoplante (polipropileno y polipropileno-g-anhídrido maleico)	38
3.3 Caracterización de los materiales compuestos obtenidos en el extrusor doble-husillo	39
3.3.1 Efecto de los aditivos sobre el índice de fluidez de los materiales compuestos	39
3.3.2 Caracterización de los materiales compuestos por Espectroscopia Infrarroja	40
3.3.3 Efecto del agente acoplante sobre las propiedades térmicas de los materiales compuestos	42
3.3.4 Efecto de los aditivos sobre las propiedades mecánicas a tensión	45
3.3.5 Efecto de los aditivos sobre la resistencia a impacto	50
3.4 Caracterización de los materiales compuestos laminados obtenidos en el extrusor mono-husillo	54
3.4.1 Análisis Termogravimétrico	54
3.4.2 Calorimetría Diferencial de Barrido	56
3.4.3 Efecto de la concentración de fibra sobre las propiedades mecánicas a tensión de los materiales compuestos	58
3.5 Caracterización de propiedades mecánicas a flexión de las láminas acanaladas	61
CONCLUSIONES	63
BIBLIOGRAFÍA	65

## LISTADO DE TABLAS

Tabla 2.1	Formulaciones del material compuesto con 30% fibra y 70% PP	21
Tabla 3.1	Razón longitud-diámetro de las fibras de bagazo de <i>Agave Tequilana Weber Azul</i>	31
Tabla 3.2	Grupos funcionales característicos de los picos principales en los espectros de FT-IR de las fibras de bagazo de agave [53]	34
Tabla 3.3	Propiedades mecánicas de tensión de las fibras de agave	37
Tabla 3.4	Grupos funcionales característicos del agente acoplante (MAPP)	42
Tabla 3.5	Temperatura de fusión, cristalización e índice de cristalinidad de los materiales compuestos PP con 30% de FT en los que se usó MAPP como agente acoplante	43
Tabla 3.6	Temperatura de fusión, cristalización e índice de cristalinidad de los materiales compuestos PP/FT/MAPP/AP/S-UV	56

## LISTADO DE FIGURAS

Figura 1.1	Fases dispersa y continúa del material compuesto	5
Figura 1.2	Materiales compuestos, a) reforzado con fibras cortas, b) reforzado con fibras continuas	7
Figura 1.3	Estructura de la fibra natural [21]	9
Figura 1.4	Mecanismo de reacción química de MAPP y la fibra lignocelulósica [30]	10
Figura 1.5	Proceso de termoformado mecánico. (1) Lámina termoplástica caliente colocada sobre el molde negativo y (2) molde cerrado para conformar la lámina	16
Figura 2.1	Tratamiento hidrotérmico de las fibras de bagazo de <i>Agave Tequilana</i>	18
Figura 2.2	Representación esquemática del marco con la fibra montada, usado en la prueba de tensión	20
Figura 2.3	Obtención de las láminas de material compuesto en el extrusor doble-husillo	21
Figura 2.4	Obtención de las láminas de material compuesto en el extrusor mono-husillo Nieto	22
Figura 2.5	Representación del traslape de las láminas obtenidas en el extrusor mono-husillo para obtener láminas planas de 45.2 x 28.4 cm	24
Figura 2.6	Obtención de probetas tipo I y equipo utilizado en la prueba de tensión	25
Figura 2.7	Probeta de impacto Izod, unidades en mm	26
Figura 2.8	Extracción de fibras con el sistema Soxhlet	28
Figura 2.9	Banco para pruebas de flexión	30

Figura 2.10	Perfil de ondulación de la lámina acanalada	30
Figura 3.1	Termograma de TGA y DTGA de la fibra de bagazo de agave	32
Figura 3.2	Espectro FT-IR de la fibra de bagazo agave	34
Figura 3.3	Micrografías de SEM de la superficie de las fibras a) tratadas y b) sin tratamiento	35
Figura 3.4	Ensayo de tensión de la fibra de bagazo de agave	36
Figura 3.5	Curva típica de esfuerzo-deformación de las fibras de bagazo de agave	37
Figura 3.6	Curvas DSC del Polipropileno y el agente acoplante (PP-g-Anhídrido Maleico)	38
Figura 3.7	Efecto de la ayuda de proceso sobre el índice de fluidez de los materiales compuestos con polipropileno y 30% fibra de bagazo de agave	40
Figura 3.8	Espectro FT-IR de la fibra extraída de los materiales compuestos	41
Figura 3.9	Efecto del agente acoplante sobre los termogramas de DSC de materiales compuestos de PP y fibra de bagazo de agave. a) Fusión y b) cristalización	44
Figura 3.10	Efecto del agente acoplante y del agente de ayuda de proceso sobre las propiedades mecánicas de materiales compuestos de PP/fibra de bagazo	47
Figura 3.11	Microfotografías de SEM de la zona de ruptura de los materiales compuestos de PP/fibra sin tratamiento a), c), e), g) y con tratamiento b), d), f), h)	48
Figura 3.12	Microfotografías de SEM de la zona de ruptura de materiales compuestos con PP/7.5% MAPP/AP/fibra sin tratamiento a), c), e) y con tratamiento b), d) y f)	49
Figura 3.13	Efecto del agente acoplante y del agente de ayuda de proceso	51

	sobre las propiedades mecánicas de impacto en los materiales compuestos de PP/fibra de bagazo	
Figura 3.14	Microfotografías de SEM de la superficie de fractura de materiales compuestos de PP/fibra sin tratamiento (a, c, e) y con tratamiento (b, d, f) en los que se usó MAPP como agente acoplante	52
Figura 3.15	Microfotografías de SEM de la superficie de fractura de materiales compuestos de PP/7.5% MAPP/fibra sin tratamiento (a, c, e) y tratada (b, d, f), variando la concentración de AP	53
Figura 3.16	Termograma de pérdida de masa TGA de PP/AP/S-UV y los materiales compuestos con PP/FT/MAPP/AP/S-UV. a) TGA y b) DTGA	55
Figura 3.17	Efecto de la concentración de fibra tratada sobre las curvas de DSC en los materiales compuestos PP/FT/MAPP/AP/S-UV. a) Fusión y b) cristalización	57
Figura 3.18	Efecto de la concentración de fibra sobre las propiedades mecánicas de materiales compuestos de PP/fibra de bagazo/7.5% MAPP/2% AP: a) probeta paralela a la extrusión, b) probeta perpendicular a la extrusión.	60
Figura 3.19	Lámina ondulada a) antes, b) durante y c) después de la prueba	62
Figura 3.20	Flexión de las láminas acanaladas	62



## RESUMEN

En el presente trabajo, se obtuvieron laminados de materiales compuestos con matriz de polipropileno y fibras de bagazo de agave, para su posterior termoformado en láminas acanaladas. Los laminados se obtuvieron primero en un extrusor doble husillo y se determinó el efecto de los aditivos (agente de acoplamiento y ayuda de proceso) así como el pretratamiento de las fibras, sobre las propiedades mecánicas y térmicas de los materiales compuestos. El uso de polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP) mejora las propiedades del material compuesto debido a la mejora de interfase fibra-matriz. Los materiales compuestos con PP/fibra tratada presentaron mejores propiedades mecánicas de módulo a concentraciones de 5% MAPP y una resistencia a la tensión máxima que permaneció constante a partir de 5% de agente acoplante. Aunque no se tuvo un efecto notable del agente de ayuda de proceso sobre las propiedades de los materiales, se observó una mejor dispersión de las fibras y un mejor procesamiento de los materiales.

Una vez determinada la formulación más adecuada para la obtención de los materiales compuestos, se obtuvieron láminas de materiales compuestos en un extrusor mono-husillo, las cuales fueron cortadas y moldeadas, mediante una prensa ondulatoria, en forma de láminas acanaladas. Se determinó el efecto de la concentración de fibras sobre las propiedades mecánicas de las laminas planas (tensión e impacto) y de las láminas onduladas (flexión). Las propiedades mecánicas de las láminas planas se incrementaron con el contenido de fibra y para contenidos del 40% de fibra se obtuvieron valores de módulo y de resistencia a tensión de 900 y 19 MPa, respectivamente. Las láminas acanaladas presentaron un máximo de carga a flexión a un 30% de contenido de fibra.

## ABSTRACT

In the present work, composite laminates with polypropylene matrix and agave bagasse fibers were obtained. These laminates were thermoforming to corrugated sheets. The laminates were obtained first in a twin screw extruder and the effect of additives (coupling agent and processing aid) and pretreating the fibers on the mechanical and thermal properties of the composites were determinate. The use of maleic anhydride grafted polypropylene (MAPP) improved composite properties due to the improved fiber-matrix interphase. The composites with PP/fiber treated showed better mechanical properties of modulus at concentrations of 5% MAPP and high tensile strength which remained constant from 5% coupling agent. Although non effect was obtained with the agent process on the properties of the materials, showed a better dispersion of the fibers and improved processing of materials.

Using the most suitable formulation for the production of composite materials, laminated materials were obtained in a single-screw extruder, which were cut and molded by a press wave in the form of corrugated sheets. The effect of fiber concentration on mechanical properties of flat sheets (tensile and impact) and corrugated sheets (bending) were studied. The mechanical properties of the flat sheets increased with fiber content and at 40% fiber content the modulus values and tensile strength were 900 MPa and 19, respectively. The corrugated sheet had a flexural load up to at 30% fiber content.

## INTRODUCCIÓN

A lo largo de los años, la industria ha usado una gran variedad de materiales compuestos con matriz polimérica y fibras. El desarrollo de estos materiales compuestos, los cuales presentan una combinación única de alto rendimiento, gran versatilidad y ventajas en su procesado, ha ampliado sus aplicaciones y se han convertido en una alternativa al uso de madera y metales. Se han usado diferentes tipos de refuerzos fibrosos (orgánicos e inorgánicos) para reducir costos y/o mejorar las propiedades del material compuesto [1]. Estas propiedades están determinadas por cada elemento constituyente en el material compuesto, como lo son la matriz y la fase dispersa; y en muchos casos, dependiendo de la aplicación, la interface juega un papel importante en las propiedades finales del material.

Actualmente, el mercado de materiales compuestos fibrosos está dominado por las fibras inorgánicas como la de vidrio [1]. Sin embargo, en la literatura se menciona el aprovechamiento de las fibras provenientes de residuos forestales, agrícolas y agroindustriales, con el fin de generar un impacto positivo al medio ambiente al reducir la contaminación que generan estos residuos [1-5]. En México, el agave tequilana es uno de los agaves más utilizados en la producción de licores de agave (Tequila y Mezcal) y dado que éste mercado ha ido en aumento en los últimos años, se espera un incremento en uso de este y otros agaves. Durante la producción de los licores, se genera como residuo el bagazo de agave, que representa aproximadamente un 40% en peso de las cabezas de agave. Este residuo es un problema de contaminación en las fábricas de licores y se están buscando alternativas de uso para estos residuos [2, 6-8].

Aunque existen trabajos sobre el uso de fibra de agave en la obtención de materiales compuestos, como Sanjuan y Jasso demostraron que la fibra se puede usar como refuerzo ya que incrementa el modulo del material [2], no existen antecedentes sobre su resistencia a degradación y posibles aplicaciones comerciales. Debido a lo anterior, en el presente proyecto se plantea el

aprovechamiento de la fibra de bagazo de agave tequilana y el polipropileno para la obtención de materiales compuestos y su uso en la obtención de láminas acanaladas con aplicación potencial en viviendas de bajo costo para personas de escasos recursos, en sustitución de láminas de cartón, asbesto y galvanizadas, y con potencial para ser utilizadas en otras aplicaciones de la industria de la construcción como láminas decorativas para viviendas de mayor poder adquisitivo. Los materiales compuestos se obtendrán en forma de lámina plana mediante un proceso de extrusión y posteriormente serán termoformados en forma de lámina acanalada usando una prensa ondulatoria. Las láminas se caracterizarán mediante la determinación de sus propiedades mecánicas y térmicas.

# CAPÍTULO I

## ANTECEDENTES

### 1. MATERIALES COMPUESTOS

Un material compuesto consta de dos o más materiales físicamente distintos y mecánicamente separables. Los constituyentes pueden ser orgánicos, inorgánicos o metálicos [9]. Pueden fabricarse mezclando los distintos materiales de tal forma que la dispersión del relleno pueda hacerse de manera controlada y que las propiedades resultantes sean superiores a las propiedades de los componentes por separado [10]. Estos compuestos consisten en una o más fases discontinuas embebidas en una fase continua. La fase discontinua o dispersa usualmente es más rígida y fuerte que la fase continua proporcionando las propiedades mecánicas al material compuesto y es llamada material de refuerzo, mientras que la fase continua es denominada matriz y tiene como papel determinar, mantener la forma del material compuesto y proteger la superficie del refuerzo del daño químico y mecánico, transferir los esfuerzos de una fibra a otra (Figura 1.1).

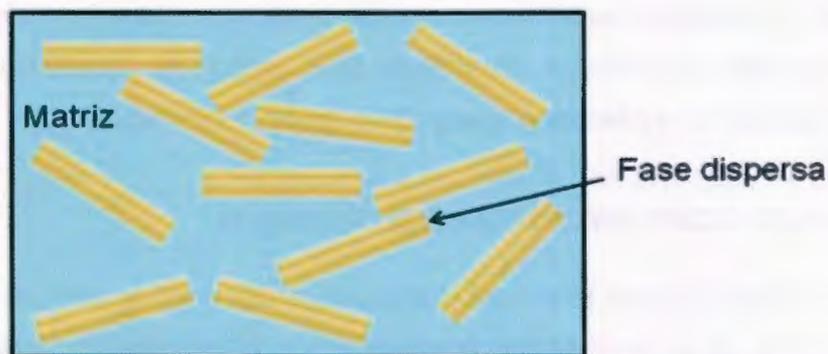


Figura 1.1 Fases dispersa y continúa del material compuesto

Un material compuesto, aunque se compone de otros materiales, puede ser considerado un nuevo material, sus propiedades son influenciadas fuertemente por las propiedades de los constituyentes y su distribución e interacción entre ellos

[9, 11]. Algunas de las propiedades que pueden ser mejoradas en la formación de un material compuesto son: la resistencia, rigidez, resistencia a la corrosión, resistencia al desgaste, peso, vida a la fatiga, aislamiento térmico, conductividad térmica, aislamiento acústico y el comportamiento dependiente de la temperatura. Naturalmente no todas estas propiedades son mejoradas al mismo tiempo. Los materiales compuestos se clasifican dependiendo de la forma de refuerzo en [12]:

- Materiales compuestos con fibras o fibroreforzados
- Materiales compuestos laminados
- Materiales compuestos particulados
- Multicomponentes (compuestos de fibras, partículas, etc.)

Los polímeros sintéticos, termoplásticos, termofijos y elastómeros, son comúnmente usados como matrices en la elaboración de materiales compuestos. Asimismo, en la elaboración de los materiales compuestos, además de los rellenos inorgánicos usados (arena sílica, carbonato de calcio, dióxido de titanio, etc.) se utilizan fibras inorgánicas (vidrio y de carburo de silicio) y orgánicas (carbón, aramida), ya sean éstas en forma de fibras continuas, fibras cortas, en forma de colchonetas o en forma de telas entretejidas [13].

Los materiales compuestos están reemplazando cada vez más a los metales en muchas aplicaciones, en particular en el ramo de la ingeniería, donde la principal ventaja es la reducción de peso con la mejora de propiedades mecánicas.

### **1.1. MATERIALES COMPUESTOS FIBROREFROZADOS**

Un material compuesto puede tener una matriz cerámica, metálica, polimérica o de carbono y su costo se incrementa con la resistencia a la temperatura de la matriz usada [12]. El segundo constituyente refiere a la fase de refuerzo, que mejora las propiedades mecánicas de la matriz. La geometría del refuerzo es uno de los parámetros que determinan la efectividad de reforzamiento es decir las propiedades mecánicas de los materiales compuestos son una función de la forma

y dimensiones del material reforzante [14]. Su principal función en el material compuesto es llevar la carga a lo largo de la dirección de los reforzamientos, además de proporcionar resistencia también mejora la rigidez del material compuesto [15]. Un refuerzo fibroso no solo se caracteriza por su geometría, sino, también por su razón longitud-diámetro [12]. En la fabricación de materiales compuestos fibrosos se usan fibras cortas (discontinuas) o fibras largas (continuas) (Figura 1.2). La orientación de las fibras discontinuas puede ser aleatoria o preferencial. En el caso de las fibras continuas la orientación frecuentemente es unidireccional y la obtención de una orientación aleatoria puede ser aproximada usando un refuerzo de tejido bidireccional [14]. Las fibras pueden ser: fibras naturales (celulosa, algodón, yute, henequén, sisal, agave, etc.), fibras sintéticas (poliéster, nylon, dracón, etc.) o fibras de origen mineral (carbono, grafito, boro, tungsteno). Los factores a considerar en el diseño de un material compuesto reforzado con fibras son: la razón de aspecto, el porcentaje de fibras y su orientación [16].

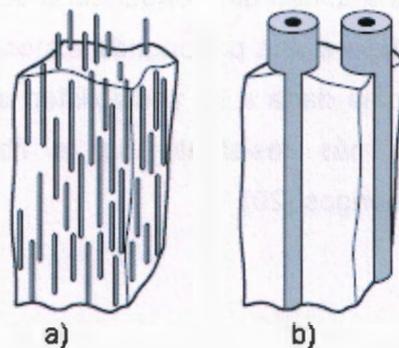


Figura 1.2. Materiales compuestos, a) reforzado con fibras cortas, b) reforzado con fibras continuas

En los materiales compuestos con refuerzo de fibras, ambas fases retienen sus identidades físicas y químicas, sin embargo se tiene una combinación de propiedades que no pueden ser logradas con la actuación de los constituyentes solos y que se debe a la presencia de una interface entre los dos constituyentes.

Una definición clásica de la interface en materiales compuestos con fibra, es aquella superficie formada por un límite común de la matriz y la fibra de refuerzo que están en contacto y mantiene el vínculo para la transferencia de cargas. Las propiedades de la interface son gobernadas grandemente por la naturaleza química/morfológica y compatibilidad física/termodinámica entre los dos constituyentes y a menudo limitan el desempeño del material compuesto [17].

## 1.2 MATERIALES COMPUESTOS CON FIBRAS NATURALES

Las fibras naturales pueden ser clasificadas acorde a su origen en fibras de semillas (algodón, kapok), fibras de hoja (de agave, sisal, henequén, abacá), y fibras tallo (como el lino, cáñamo, jute, kenaf) [7]. Sus componentes son microfibrillas de celulosa dispersadas en una matriz amorfa de lignina y hemicelulosa (Figura 1.3). Dependiendo del tipo, la fibra natural presenta rangos de 20-55% de celulosa, 16-85% de hemicelulosa y de 15 a 40% de lignina [18]. El contenido de humedad puede estar arriba de 20% en peso [19]. Las fibras con un contenido significativo de lignina tienen una tendencia a desarrollar amarillamiento y coloración café en la superficie a una prolongada exposición de luz. El color se debe a la oxidación de la lignina dada a su sensibilidad a la luz. Sin embargo la lignina es el constituyente más resistente de la fibra al ataque de los microorganismos tales como hongos [20].

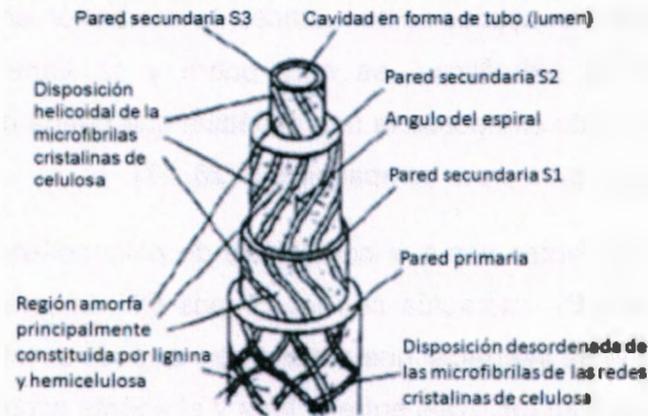


Figura 1.3. Estructura de la fibra natural [21]

Recientemente, los materiales compuestos fibroreforzados con fibras naturales han creado interés en la industria porque son biodegradables, poseen alta rigidez, baja densidad, bajo costo, poca abrasión, son reciclables y la razón módulo elástico-peso es mayor que las fibras de vidrio-E [19, 21-23]. Sin embargo, su resistencia a la tensión es relativamente baja. Otra limitación es su baja temperatura de procesamiento y por ser de naturaleza hidrofílica, absorbe humedad. La fibra se degrada a temperaturas arriba de 200°C, primero por la degradación de la hemicelulosa entre 150-350°C, la celulosa entre 275-395°C y la lignina entre los 250-500°C, [19, 24, 25]. La degradación conduce a la decoloración, olor relacionado con los productos volátiles y el deterioro de las propiedades mecánicas [19].

Debido a sus buenas propiedades mecánicas y ventajas ambientales, las fibras naturales han mostrado ser adecuadas para la producción de materiales compuestos, especialmente a base de poliolefinas [26, 27]. Siendo esta una de las razones por las que en el procesamiento de materiales compuestos con fibras naturales se usan termoplásticos, y porque exhiben tres ventajas principales como su bajo peso específico, requieren poca energía para su manufactura y bajo costo de fabricación, respecto a los metales [28].

Cuando las poliolefinas son usadas como matrices, la interacción entre el polímero hidrofóbico y las fibras hidrofílicas, es muy pobre y se tiene una falta de compatibilidad, por lo tanto es necesaria una molécula que pueda crear un puente entre las dos superficies para crear compatibilidad [26, 27].

El uso de agentes acoplantes como el copolímero de polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP), interactúa con los grupos OH de la superficie de la fibra generando un puente interfacial que consiste en enlaces covalentes, puentes de hidrogeno y fuerzas Van der Wals entre la fibra y el agente acoplante, como se observa en la Figura 1.4 [29]. En este caso las cadenas de la matriz de poliolefina y el MAPP, se enredan promoviendo la compatibilidad, porque su estructura molecular es muy similar y mejora la interface fibra-matriz. El comportamiento del material compuesto también depende del proceso de mezclado, un efectivo mezclado es crucial para lograr una buena dispersión y embebido de las fibras y propiedades óptimas del material compuesto [26].

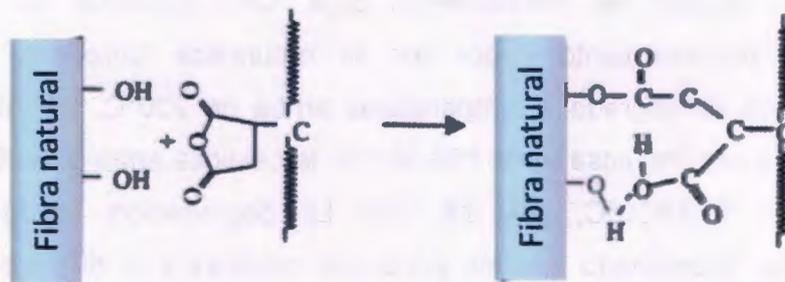


Figura 1.4. Mecanismo de reacción química de MAPP y la fibra lignocelulósica [30]

La región interfacial de un material compuesto en particular tiene una gran importancia en la determinación de las propiedades finales del material compuesto esencialmente por dos razones: la interface ocupa un área muy grande por unidad de volumen en el material compuesto, y en general, el refuerzo y la matriz forman un sistema que no están en equilibrio termodinámico. Por lo que podemos definir la interface como una superficie límite entre dos fases en las que una discontinuidad en uno o más parámetros de los materiales ocurre. Algunos de los

parámetros importantes que pueden mostrar una discontinuidad en la interfase son el módulo de elasticidad, esfuerzo, potencial químico, el coeficiente de expansión térmica del material compuesto [31]

Los lubricantes o ayuda de proceso juegan un papel importante en el procesamiento del material compuesto, ya que no solo reduce la resistencia a la fricción entre la superficie y las paredes de equipo, sino que también tienen otros beneficios en las propiedades de los compuestos; en el acabado del artículo como el brillo superficial y en las propiedades interfaciales de ciertos productos facilitando la dispersión de los rellenos y pigmentos.

Otro factor que debe ser considerado para todas las aplicaciones al usar poliolefinas como matriz en los materiales compuestos, es su sensibilidad a los rayos UV. La radiación solar, luz UV, es altamente energética. Cuando esas ondas de alta energía o partículas inciden en una superficie de cubierta, se rompen las cadenas de polímero y forman los radicales libres, del mismo modo que lo hace el tratamiento térmico. La única diferencia es que los efectos térmicos generan radicales libres en el interior del material, mientras que la luz UV genera radicales libres sólo en la superficie [32].

### **1.3 FIBRA DE BAGAZO DE AGAVE TEQUILANA**

La lignocelulosa es el material más abundante en nuestro planeta, se compone de celulosa, hemicelulosa y lignina. La celulosa es un polímero formado por microfibrillas cristalinas insolubles, su estructura es lineal y formada por subunidades de glucosa unidas por enlaces Beta-1,4. En estas cadenas, de entre 100 y 14,000 unidades, la unidad básica de la celulosa es la celobiosa. Estas estructuras forman microfibrillas que a su vez, al unirse entre ellas, forman principalmente arreglos cristalinos y algunos arreglos amorfos. De igual forma, las microfibrillas se unen formando múltiples capas que están embebidas en una matriz de hemicelulosa y lignina. Por su parte, la hemicelulosa está compuesta de

polímeros de pentosas y hexosas que forman cadenas de 100 a 200 unidades. Los principales sacáridos que lo conforman son xilosa, manosa, glucosa, galactosa, arabinosa, ácido glucurónico, ácido 4-O-metil-glucurónico, ácido galacturónico y, en menos cantidad, ramnosa, y otros azúcares O-metilados. A su vez, la hemicelulosa se une a la lignina por medio de enlaces cruzados. En cuanto a la lignina, este es un polímero generado por la condensación al azar de los radicales libres de alcoholes aromáticos. En general su estructura es difícil de definir, sin embargo, se sabe que contiene fundamentalmente tres alcoholes; coniferílico, sinapílico y p-cumarílico. También puede contener ácidos fenólicos, tales como cumárico y ferúlico, que están esterificados con los grupos alcohol. Su degradación es difícil y protege a la celulosa y hemicelulosa de la hidrólisis enzimática por lo que se considera un compuesto recalcitrante [18].

Los agaves se cultivan en las regiones áridas y semiáridas del mundo. El género contiene 140 especies, que constituyen la mayor parte de la familia de las Agaváceas. El *Agave Tequilana Weber azul* es una especie cultivada importante económicamente en México y es la única de las especies de Agavácea que es apropiada para la producción de tequila debido a la alta concentración de inulina presente en la planta. La inulina es un polímero lineal de fructosa, se encuentra en la "cabeza" de agave en grandes cantidades. Durante el calentamiento de la cabeza, la hidrólisis de este polímero se produce la fructosa que se utiliza en la producción de tequila [33].

La planta de agave es cosechada entre los 6 y 8 años de edad para luego someter la piña a un proceso de cocción y desgarre obteniendo como producto el jugo de las cabezas de agave que después es fermentado y destilado. El residuo lignocelulósico restante de la piña exprimida y cocida se llama bagazo de agave (FBA) producto de la fabricación del tequila. En el 2011 el consumo en México del *Agave Tequilana Weber* para la producción del tequila se ha estimado en  $998 \times 10^3$  toneladas. Aproximadamente el 40% (en peso) corresponde a los residuos de cocina del bagazo (FBA) [34, 35].

El FBA está constituida por celulosa (42%), hemicelulosa (20%), lignina (15%), y otros (23%) [36].

Tradicionalmente el bagazo de agave había sido utilizado para la fabricación de ladrillos y colchones, pero para los grandes volúmenes que se generan, este aprovechamiento no representaba un impacto importante en la utilización de este material, por lo que la industria del tequila se vio obligada en los últimos años a buscar alternativas de manejo en grandes volúmenes. Así, se decidió por el compostaje para resolver este problema, aunque buscando siempre que durante el proceso se pudieran tratar simultáneamente sus aguas residuales o vinazas [37].

## **1.4 PROCESOS DE OBTENCIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS FIBROREFORZADOS**

### **1.4.1 EXTRUSIÓN**

Aunque diferentes sistemas son usados para la obtención de materiales compuestos con fibras naturales y matrices poliméricas, el proceso por extrusión es el sistema más usado en la producción de estos materiales [38, 39]. De acuerdo a la geometría de la extrusora se dividen en extrusor con tornillo simple y tornillo doble que puede ser co-rotatorio o contra-rotatorio [27]. En un proceso típico de extrusión en plásticos, el material plástico es fundido y es forzado a pasar bajo presión a través de un dado formador en un flujo continuo [40]. Se distinguen tres zonas que corresponden a tres diferentes estados físicos del polímero [41].

- I. La zona de alimentación donde el material está completamente en estado sólido, granular, polvo, cuentas, hojuelas, más o menos compactado.
- II. La zona plastificante, donde ocurre el fundido del polímero, donde ambos estados sólido y líquido están presentes.

- III. La zona de dosificación, donde el polímero totalmente fundido es empujado hacia el final del extrusor.

Las variables que se regulan en el proceso de extrusión son el perfil de temperaturas, es decir la temperatura en cada zona del extrusor y la velocidad de giro del husillo [42]. El control de la temperatura del polímero en la última sección del extrusor es importante por muchas razones, tales como evitar la posible degradación térmica. Si la temperatura es muy alta, la baja viscosidad puede hacer que el proceso de post-extrusión sea imposible o difícil de manejar y el calor excesivo es un desperdicio de energía [41].

Durante el procesamiento por extrusión de materiales compuestos fibroreforzados las fibras se dividen en longitudes cortas debido a las tensiones de cizalla que se producen en la zona de fusión en la extrusora. Para el procesamiento de la fibra por extrusión de doble husillo el desgaste dependerá de la configuración del tornillo, la velocidad y el perfil de temperatura durante el procesamiento.

#### **1.4.2 TERMOFORMADO**

El proceso de termoformado incluye varias técnicas de formación de productos a partir de hojas termoplásticas, tales como moldeo al vacío, moldeo a presión, las combinaciones de ambos y el moldeo mecánico [43]. En general, el proceso consiste en calentar una preforma que por lo común es una lámina termoplástica obtenida por extrusión, hasta que se reblandece, y luego, se deforma, mediante una fuerza que se aplica al molde, donde se enfría. En esta técnica el comportamiento que predomina es de tracción o de alargamiento [44]. Los componentes básicos del proceso de termoformado son la hoja termoplástica, mecanismos de sujeción, sistemas de calentamiento, moldes, fuerza de formación y aparatos de corte. El proceso típico de termoformado consiste en las siguientes etapas: sujeción, calentamiento, formación, enfriamiento y cortado del material [45]. Muchos productos termoformados se usan actualmente, este proceso ofrece un formado rápido, uniforme lo que conlleva a la automatización y producciones en

serie. Los termoplásticos más comúnmente utilizados son el poliestireno (PS), acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), polivinilcloruro (PVC), estireno-acrilonitrilo, polimetilmetacrilato (PMMA), polietilentereftalato (PET), polietileno (PE) y polipropileno (PP).

En la industria, el proceso de termoformado se usa para la producción de envases, recipientes para comida rápida, tinas de baño, domos para tragaluces, revestimiento interno para refrigeradores, etc. También se han hecho paneles de materiales compuestos termoformados, los que se aplican en la producción de pantallas térmicas para elementos a alta temperatura en vehículos automotores [43, 46].

Otro método usado para el termoformado de termoplásticos es el moldeo mecánico que consiste en usar un par de moldes (positivo y negativo) que se aplican contra la lámina u hoja de plástico caliente, forzándola a asumir la forma del molde (Figura 1.5). En el método de termoformado mecánico puro, no se usa vacío ni presión de aire. Sus ventajas son un mejor control dimensional y la posibilidad de detallar la superficie en ambos lados de la pieza. La desventaja es que se requieren las dos mitades del molde, por tanto, los moldes para el termoformado al vacío y el termoformado a presión son dos métodos menos costosos.

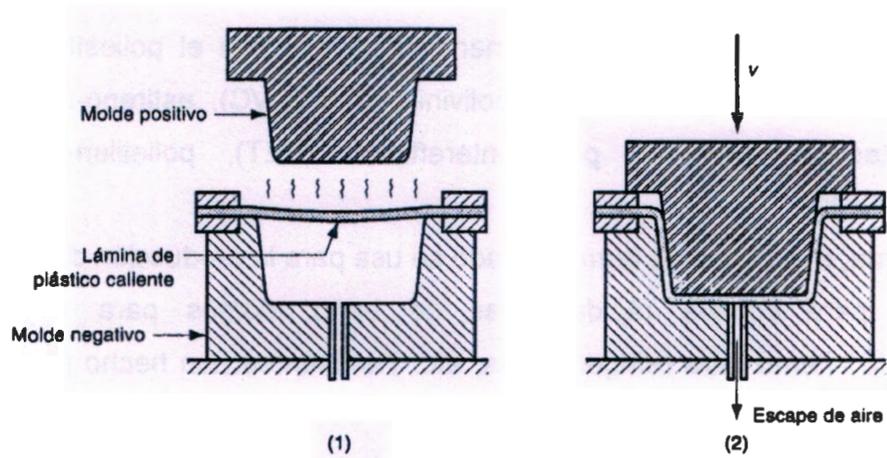


Figura 1.5. Proceso de termoformado mecánico. (1) Lámina termoplástica caliente colocada sobre el molde negativo y (2) molde cerrado para conformar la lámina

## CAPÍTULO II

### METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

#### 2.1 MATERIALES

Para la elaboración de los materiales compuestos se usó como matriz el polipropileno (PP) grado extrusión HP423M, con una densidad de  $0.9 \text{ g/cm}^3$  y un índice de fluidez de  $3.8 \text{ g/10 min}$ , de la industria INDELPRO. Se usó como agente acoplante un polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP) Epolene E-43, suministrado por EASTMAN, con números ácido  $45 \text{ mg KOH/g}$  y un peso molecular  $9,100 \text{ daltons}$ . Los polímeros se molieron en un molino de cuchillas marca Brabender usando la malla # 1. Como ayuda de proceso (AP) se usaron esteres de ácidos grasos (Struktol TPW113) proveniente de Struktol Company of America, con punto de inflamación de  $67-77^\circ\text{C}$ , reducido a polvo usando la misma metodología que para el PP y el MAPP. Como estabilizador UV se usó Bis (2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl) sebacate (S-UV), suministrado por SIGMA-ALDRICH, con un peso molecular de  $481 \text{ daltons}$  y una temperatura de fusión de  $86^\circ\text{C}$ .

Se empleó la fibra de bagazo de *Agave Tequilana Weber Azul* (FBA) como refuerzo para la obtención de los materiales compuestos con matriz de PP. La fibra fue adquirida de la empresa Sol y Agave de Arandas, Jalisco. El tamaño de la fibra se redujo en el molino Pagani usando malla #1, posteriormente se tamizó en un equipo Rotap marca W.S. Tyler Incorporated modelo R-30050. Las fibras retenidas en las mallas 60 y 80 que corresponde a  $0.42$  y  $0.25 \text{ mm}$  de diámetro respectivamente, se usaron en la obtención de los materiales compuestos.

#### 2.2 TRATAMIENTO HIDROTÉRMICO DE LA FIBRA DE BAGAZO DE AGAVE

Las fibras de bagazo de agave se sometieron a un tratamiento hidrotérmico, con el fin de remover componentes que hubieran quedado sobre la fibra después del

proceso de cocción y prensado de la piña de agave. 300 g de las fibras molidas y retenidas en malla 60 y 80 se calentaron a ebullición en un vaso de precipitado de 4 L con una relación 10:1 de agua-fibra. Se usó una placa de calentamiento y la suspensión se mantuvo en agitación por 1 hora. Después de apagar el calentamiento se continuó la agitación por 30 min y las fibras se lavaron con agua destilada. Las fibras recuperadas se colocaron en charolas de aluminio para su secado en la estufa vertical a 80°C por 24 horas.



Figura 2.1. Tratamiento hidrotérmico de las fibras de bagazo de *Agave Tequilana*

## 2.3 CARACTERIZACIÓN DE LA FIBRA DE BAGAZO DE AGAVE

### 2.3.1 MEDICIONES DE LONGITUD-DIÁMETRO

Se realizaron 500 mediciones, para determinar la razón longitud-diámetro de las fibras cortas retenidas en mallas 60 y 80, de fibras tratadas y sin tratamiento. La medición se llevó a cabo en el Estereoscopio Motic con aumento de 3X.

### 2.3.2 ANALISIS TERMOGRAVIMÉTRICO

El análisis termogravimétrico es utilizado para determinar la composición de los materiales y predecir su estabilidad térmica, por lo que se usó esta técnica para caracterizar térmicamente las fibras molidas en una balanza termogravimétrica PERKIN-ELMER TGS-7. Las pruebas se realizaron en un intervalo de temperatura

de 45 a 500°C, usando una velocidad de calentamiento de 10°C/min y bajo flujo de nitrógeno.

### **2.3.3 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA CON TRANSFORMADA DE FOURIER**

Esta técnica se utiliza para obtener información de la estructura molecular y de los enlaces químicos de un compuesto, por lo que las fibras de bagazo con y sin tratamiento se caracterizaron usando un Espectrofotómetro de Infrarrojo con Transformada de Fourier Nicolet, Protegé 460. Se usó el modo de reflectancia difusa (RD), con 50 barridos, una resolución de 4  $\text{cm}^{-1}$  y un rango de onda de 4000 a 500  $\text{cm}^{-1}$ . Las fibras se dispersaron en 120 mg de KBr puro usando un mortero de ágata y la mezcla fue prensada usando 7000 lb de fuerza por 10 min y se mantuvo en un desecador hasta su caracterización.

### **2.3.4 PROPIEDADES MECÁNICAS**

Se determinaron las propiedades mecánicas a tensión de las fibras enteras usando un equipo para pruebas de micromecánica MINIMAT. Las fibras se montaron en un marco de papel con longitud interior de 25 mm de acuerdo a la norma ASTM D3822-01 (Figura 2.2). Las fibras se acondicionaron 48 hrs a 25°C y 36% de humedad relativa previo al ensayo de tensión que se realizó usando una celda de carga de 200 N, con una velocidad del cabezal de 2.5 mm/min. Debido a que las fibras de bagazo de agave tequilana no presentan una sección transversal uniforme, se midió su diámetro aparente en tres puntos (superior, medio, e inferior de la fibra) usando un microscopio óptico con un aumento de 3X y los valores obtenidos fueron promediados.

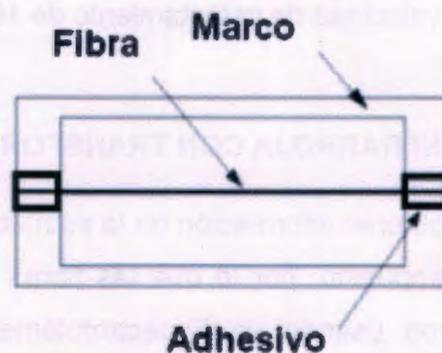


Figura 2.2. Representación esquemática del marco con la fibra montada, usado en la prueba de tensión

## 2.4 ANÁLISIS TÉRMICO DEL POLIPROPILENO Y POLIPROPILENO-G-ANHÍDRIDO MALEICO

La caracterización térmica del polipropileno y el MAPP, se llevó a cabo con la finalidad de cerciorar la temperatura de procesamiento establecida por el proveedor. Se usó un equipo DSC PERKIN-ELMER Diamond, con pesos de las muestras de 5 mg de polipropileno y 11 mg de MAPP, usando un barrido de temperatura de 40 a 200°C, con una velocidad de calentamiento de 10°C/min y bajo flujo de nitrógeno.

## 2.5 FORMULACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS

### 2.5.1 OBTENCIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS EN EL EXTRUSOR DOBLE-HUSILLO

Para determinar el efecto del agente acoplante y de la ayuda de proceso en las propiedades de los materiales compuestos, se obtuvieron laminados de los materiales con fibra de bagazo de agave sin tratamiento (FST) y fibra de bagazo de agave con tratamiento (FT) como refuerzo, usando un extrusor doble-husillo marca Brabender modelo CTSE-V/MARK II y un dado plano con una abertura máxima de 2 mm y un ancho de 10 cm (Figura 2.3). La fibra retenida en las mallas

60 y 80 se mezcló con PP, MAPP y AP molidos, en una mezcladora de cintas marca Intertécnica por 5 min. Todas las muestras se secaron a 80°C por 24 horas con el fin de eliminar la humedad antes de la extrusión. Las formulaciones se muestran en la tabla siguiente.

Tabla 2.1. Formulaciones del material compuesto con 30% fibra y 70% PP

Formulación	1	2	3	4	5	6	7	8
MAPP	---	2.5	5	7.5	10	7.5	7.5	7.5
AP	---	---	---	---	---	2	4	6

Se usó una temperatura de 180°C en la zona de alimentación, venteo y mezclado del extrusor, y de 187°C en el dado. La velocidad de rotación de los husillos durante el procesamiento fue de 39 rpm, con velocidad de alimentación de 9 rpm y se usó una calandra con una velocidad de jalado de 0.78 rpm. De los laminados se elaboraron probetas tipo I para las pruebas de tensión, de acuerdo a la norma ASTM 638-02a.



Figura 2.3. Obtención de las láminas de material compuesto en el extrusor doble-husillo

## 2.5.2 OBTENCIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS EN EXTRUSOR MONO-HUSILLO

Con base a los resultados de las propiedades de los materiales compuestos obtenidos con el extrusor doble-husillo, se obtuvieron láminas de 20 cm de ancho de materiales compuestos usando un extrusor mono-husillo. Se varió la concentración de fibra (25, 30, 35, y 40%), manteniendo constantes los porcentajes de agente acoplante (7.5%), ayuda de proceso (2%) y de estabilizador UV (0.5%). Las condiciones de procesamiento fueron las siguientes: velocidad del husillo de 17.5 rpm, temperatura de 180°C en las 3 zonas del barril, 185°C en la zona anterior al dado y 187°C en la zona del dado. Se usó una velocidad de jalado de 0.66 rpm y con velocidad de alimentación de 23 rpm.

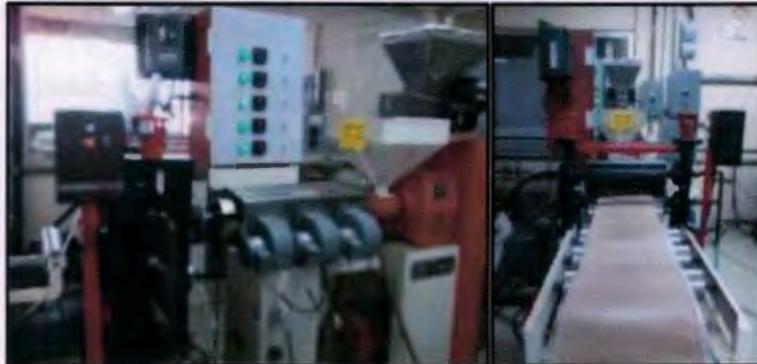


Figura 2.4. Obtención de las láminas de material compuesto en el extrusor mono-husillo Nieto

## 2.6 OBTENCIÓN DE LAS LÁMINAS ACANALADAS

Las láminas planas, obtenidas en el extrusor mono-husillo, se cortaron quitando 1 cm de cada lado de los bordes, obteniendo laminas de 45.2 x 18 cm usando la sierra cinta de piso de manufactura nacional. Posteriormente se traslaparon dos de estas láminas en el molde de 45.2 x 28.4 cm para su prensado en la prensa

Cordemex. Se obtuvo una lámina como muestra la Figura 2.5. La metodología del prensado de la lámina plana fue la siguiente:

1. Precalentar la prensa a 100°C.
2. Colocar el molde con la tapa que contenía a las láminas, asegurando su correcto traslape (Figura 2.5). Posteriormente cerrar los platos sin aplicar presión elevando la temperatura hasta 190°C y obtener equilibrio térmico (permaneciendo 5 min a esta temperatura).
3. Aplicar 500 Psi de presión y al momento de observar la salida del exceso del material por los bordes, apagar el equipo sin retirar la presión y enfriar con paso de agua.

Después de obtener la lámina plana se procedió a retirar la rebaba de los extremos usando la cortadora de diamante. Luego la lámina fue envuelta en papel aluminio usando desmoldante para evitar que se adhiriera al aluminio durante el proceso. Próximamente se procedió al ondulado de la misma. El procedimiento de ondulado fue el siguiente:

1. Precalentar la prensa ondulatoria a 80°C. Colocar la lámina dentro de la prensa, cerrar sin hacer presión y elevar la temperatura a 120°C.
3. Permanecer a la temperatura de 120°C y cerrar la prensa dando media vuelta a la hélice cada 2 min hasta cerrar completamente la prensa sin presión y apagar la temperatura.
4. Enfriar por tiro de aire forzado hasta alcanzar 30°C.

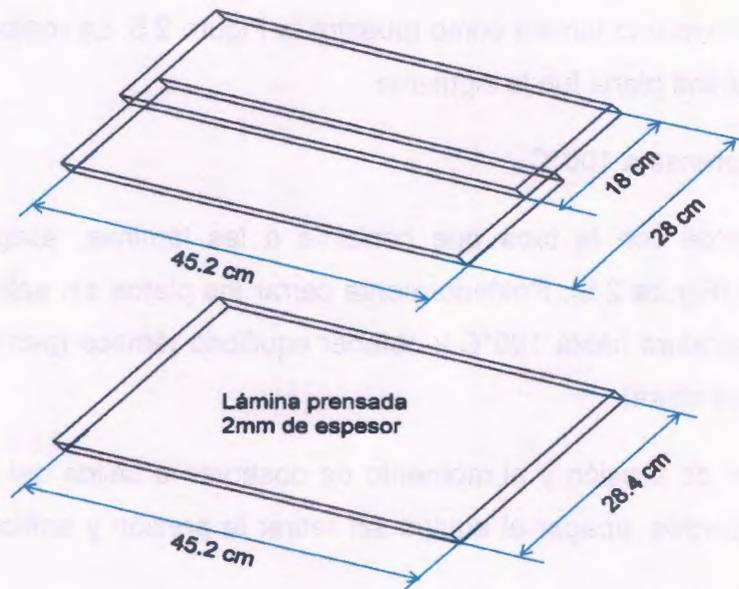


Figura 2.5. Representación del traslape de las láminas obtenidas en el extrusor mono-husillo para obtener láminas planas de 45.2 x 28.4 cm

## 2.7 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS LAMINADOS

### 2.7.1 PRUEBAS DE TENSIÓN

El ensayo de tensión se realizó acorde al procedimiento descrito en la norma ASTM D638-02a, usando una máquina de pruebas universales marca Instron, a una velocidad de cabezal 5 mm/min y una celda de carga de 5 kN.

Las probetas fueron cortadas en dirección al flujo de extrusión de la lámina, con una cortadora sierra cinta de 10" de banco marca Silverline, posteriormente con una guía se obtuvieron probetas tipo I, usando un Router. Se midieron el ancho y espesor de las probetas por triplicado (extremos y centro), obteniendo el promedio de las dimensiones de cada probeta. Se acondicionaron a 23°C y 57% de humedad relativa.

También se determinaron propiedades mecánicas de tensión en probetas que se cortaron de forma perpendicular al flujo de extrusión utilizando el mismo procedimiento que las axiales.



Figura 2.6. Obtención de probetas tipo I y equipo utilizado en la prueba de tensión

### **2.7.2 PRUEBA DE IMPACTO IZOD**

Para la obtención de las probetas de impacto con dimensiones de 63.5 x 12.7 x 6 mm, se cortaron las láminas con la sierra cinta de 10" de banco marca Silverline en tiras de 1 x 15 cm orientadas en dirección al flujo de extrusión. Se colocaron 5 tiras en cada uno de los espacios del molde y se prensaron usando una prensa manual con gabinete.

La metodología de obtención de las probetas fue la siguiente:

1. Precalentar los platos a 140°C.
2. Colocar 5 tiras de lámina en cada uno de los tres espacios del molde, poner la tapa y colocarlo dentro de la prensa, cerrando los platos sin aplicar presión y elevar la temperatura a 190°C, esperar 5 min.
3. Aplicar una fuerza de 10000 lb, y al observar la salida del material por los bordes, apagar la temperatura y enfriar con paso de agua sin retirar la presión hasta 60°C para desmoldar.

Las probetas obtenidas se cortaron a las dimensiones de la Figura 2.7 y se pulieron para retirar el exceso de rebaba. El acondicionamiento se realizó por 48 horas a 22.4°C y a 58% de humedad relativa.

La resistencia a impacto por péndulo Izod, se determinó con base a la norma ASTM D 256-02. El peso del péndulo fue de 1 Joule. Las medidas de las probetas se muestran en la Figura 2.7. Debido a que se deseaba que el material absorbiera la suficiente energía de fractura, porque no se contaba con un martillo más pequeño, se decidió no hacer muesca a las probetas. Cabe recalcar que esta prueba se realizó solo para materiales compuestos obtenidos en el extrusor doble husillo.

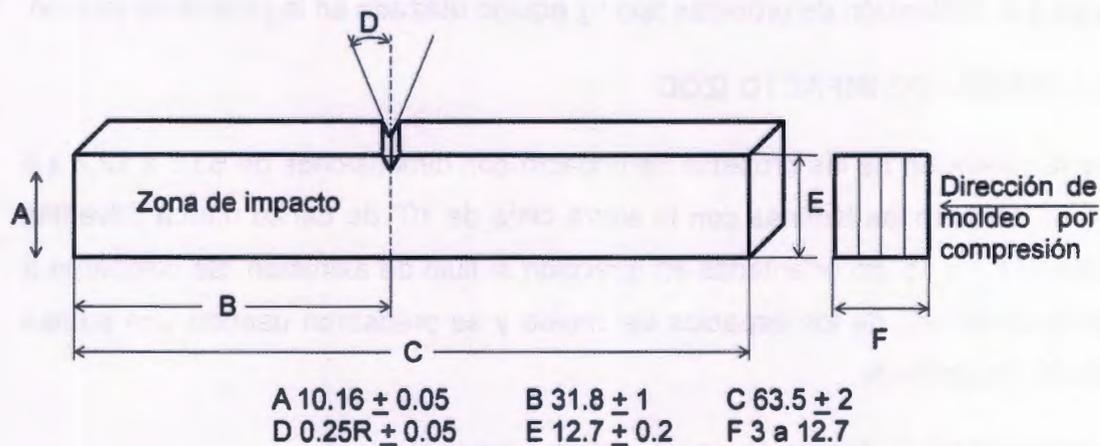


Figura 2.7. Probeta de impacto Izod, unidades en mm

### 2.7.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Se empleó un Microscopio Electrónico de Barrido JEOL modelo JSM-6360LV para analizar la superficie de las fibras con y sin tratamiento, así como las superficies ruptura de las probetas de tensión y la superficie de fractura de las probetas de impacto de los materiales compuestos. Todas las muestras fueron recubiertas con una película de oro para mejorar el contraste.

#### **2.7.4 ÍNDICE DE FLUIDEZ**

Se usó para las pruebas de índice de fluidez el equipo medidor de índice de fluidez KEYNESS modelo Galaxy D7053. La prueba se realizó en base a la norma ASTM D1238-01, usando una carga de 2.16 Kg, una temperatura de 230°C, un tiempo de fundido de 120 s.

Se usaron aproximadamente 3 g de muestra molida y se realizaron 4 cortes cada 60 s. Para el caso del PP-AP los cortes se realizaron cada 30 s, debido a su alta fluidez.

#### **2.7.5 FTIR DE LAS FIBRAS EXTRAÍDAS DE LOS MATERIALES COMPUESTOS**

Con la finalidad de verificar la formación de los enlaces químicos éster, debido a la reacción química entre los hidroxilos de la fibra y el anillo de anhídrido maleico presente en el agente acoplante, se usó el sistema de extracción Soxhlet.

La extracción es el proceso de separación de una sustancia o sustancias, basado en la libre distribución de esta en dos fases. La extracción Soxhlet consiste en el lavado sucesivo de una mezcla sólida con un determinado solvente, que va extrayendo de la mezcla los componentes más solubles en él.

Muestras de las láminas obtenidas del extrusor doble-husillo previamente molidas fueron usadas para la extracción con Soxhlet. Se usó 1 g de muestra en cada cartucho de papel filtro y se colocaron dentro del Soxhlet. Como solvente se usó 250 ml de Xileno, se usó una temperatura de 200°C, los ciclos aproximadamente fueron cada 14 min, por 72 hrs de extracción, después fueron colocados 24 hrs bajo la campana para la evaporación del solvente y secados en estufa a 60°C por 6 hrs.

El procedimiento para la caracterización se realizó en el equipo Espectrofotómetro de Infrarrojo con Transformada de Fourier Nicolet, Protegé 460. Se usó el modo de reflectancia difusa (RD), usando un número de barridos de 50, una resolución de 4 cm<sup>-1</sup> y un rango de onda de 4000 a 500 cm<sup>-1</sup>. Para la realización de cada

muestra las fibras fueron molidas usando un mortero de ágata y mezcladas con 120 mg de KBr puro; posteriormente la mezcla fue prensada usando 7000 lb de fuerza por 10 min y se mantuvo en un desecador hasta su caracterización.

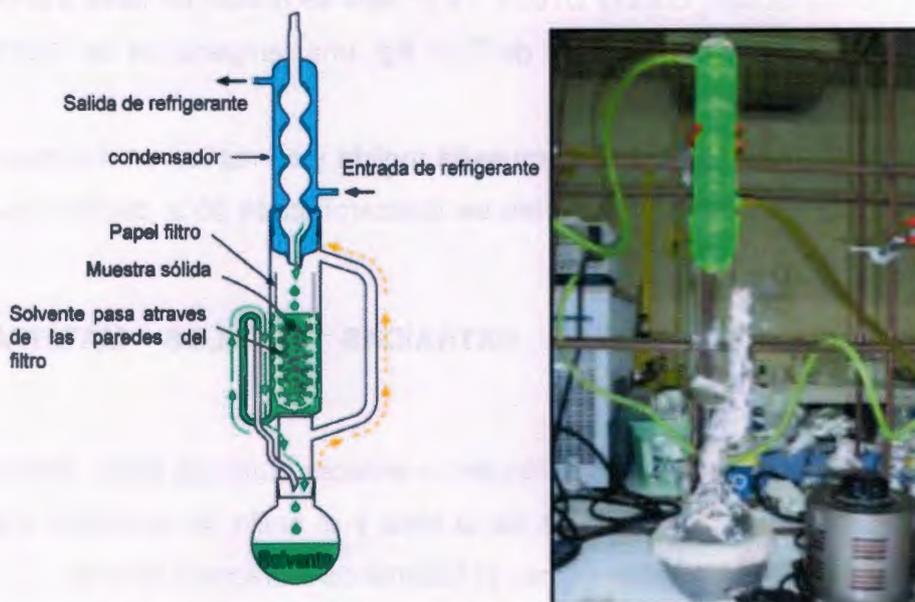


Figura 2.8. Extracción de fibras con el sistema Soxhlet

### 2.7.6 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

Se caracterizó térmicamente los materiales compuestos laminados por duplicado para evaluar el comportamiento de cristalización y fusión al agregar el agente de acople y la influencia del contenido de fibra en la cristalinidad del PP, usando el equipo DSC PERKIN-ELMER Diamond. El peso de la muestra fue 5 mg, se usó flujo de nitrógeno, una velocidad de calentamiento y enfriamiento de 10°C/min y las condiciones de barrido de temperatura fueron las siguientes:

1. Calentar de 55°C a 200°C
2. Isotherma de 3 min a 200°C
3. Enfriar de 200°C a 55°C
4. Calentar de 55°C a 200°C
5. Isotherma de 3 min a 200°C
6. Enfriar de 200°C a 55°C

El primer barrido de temperatura se efectuó debido a que se requería borrar el historial térmico de la muestra.

### **2.7.7 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO**

La caracterización térmica de los materiales compuestos con 25, 30, 35 y 40% de fibra y PP, se realizó para evaluar su estabilidad térmica al incrementar la concentración de fibra. Las muestras fueron corridas por duplicado usando una balanza termogravimétrica PERKIN-ELMER TGS-7, a un barrido de temperatura de 45 a 500°C, una velocidad de calentamiento de 10°C/min y flujo de nitrógeno.

### **2.8 PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS LÁMINAS ACANALADAS**

En la evaluación de las propiedades mecánicas a flexión de las láminas acanaladas se estableció un criterio de falla. El criterio determina que la lámina falló si al deformarse por flexión presenta líneas blancas a un 50% de deformación por deflexión, lo que indica la presencia de grietas en el material, en un tiempo de entre 10 s y 30 s, según lo establecido en la norma NMX-C-027-ONNCCE-2004. Para la determinación de estas propiedades se usó un banco de madera (Figura 2.9), que sujetará las láminas para evitar su deslizamiento durante el ensayo.

La dimensión adoptada para la altura de la cresta representada por H, equivale al 100% de deflexión como lo muestra la Figura 2.10, se tomo como estándar una altura de  $52 \pm 6$  mm debido a que las láminas presentaban una ligera variación. Un ensayo previo determinó el uso de 30 s como tiempo máximo para el ensayo debido a que a 10 s la lámina no presento falla. En base a la fórmula presentada en la Figura 2.10, la velocidad del cabezal resultó ser de 52 mm/min, sin embargo se usó una velocidad máxima de 50 mm/min debido a que el equipo tiene como velocidad máxima de 50.9 mm/min. Se evaluó 8 muestras de cada formulación con 25, 30, 35 y 40% de fibra.

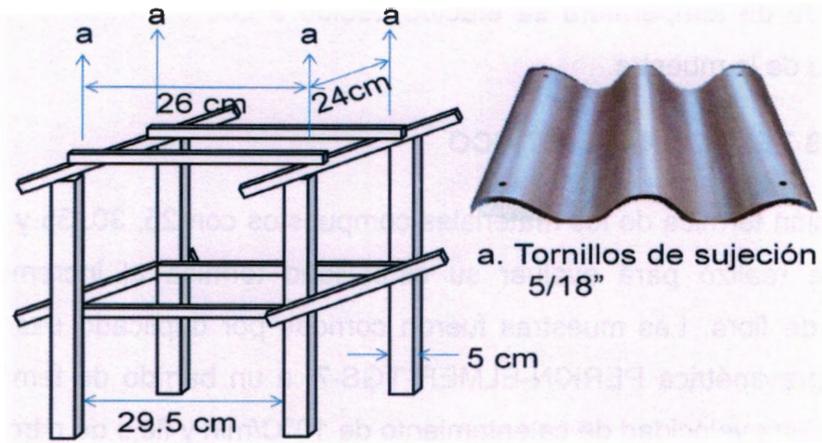


Figura 2.9. Banco para pruebas de flexión

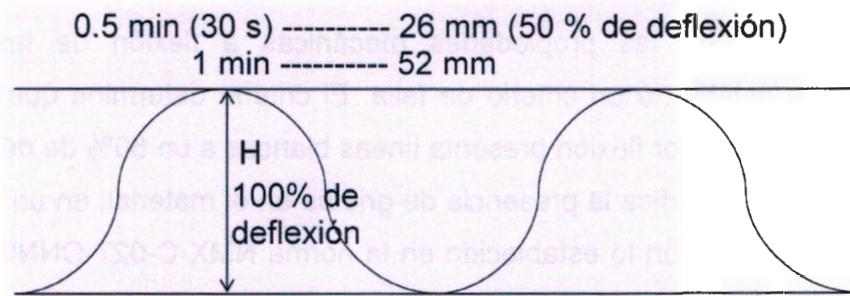


Figura 2.10. Perfil de ondulación de la lámina acanalada

## CAPÍTULO III

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 CARACTERIZACIÓN DE LAS FIBRAS DE BAGAZO DE AGAVE TEQUILANA

La caracterización de las fibras de bagazo de agave se llevó a cabo con fibras molidas retenidas en las mallas 60 y 80, con excepción de las propiedades mecánicas que se realizaron a las fibras originales antes de la molienda.

##### 3.1.1 MEDICIONES DE LONGITUD-DIÁMETRO

En la Tabla 3.1 se muestran las dimensiones de las fibras de bagazo de agave retenidas entre las mallas 60 y 80 (promedio de 500 fibras medidas). Se observa que las fibras tratadas tienen menor razón longitud-diámetro posiblemente debido a que fueron sometidas al proceso térmico donde sufrieron reducción en su longitud durante la agitación.

Tabla 3.1. Razón longitud-diámetro de las fibras de bagazo de *Agave Tequilana*  
*Weber Azul*

Fibra de bagazo de agave	Longitud ( $\mu\text{m}$ )	Diámetro ( $\mu\text{m}$ )	Razón l/d
Tratada	1353	227	5.96
Sin tratamiento	1493	215	6.95

##### 3.1.2 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO

En la Figura 3.1 se muestra el termograma de TGA de la fibra de bagazo de agave. Se puede observar que los termogramas presentan 3 etapas de pérdida de masa: la primera caída a 100°C del orden del 5% corresponde a la evaporación de

la humedad absorbida por la fibra; la segunda caída en un rango de temperatura de 300-375°C y con una pérdida del peso del 30% se atribuye a la degradación (depolymerización) de la hemicelulosa, compuestos de bajo peso molecular y ruptura de enlaces de la celulosa con la generación de radicales libres y depolymerización de la celulosa; la tercera caída entre los 375-500°C y con la mayor pérdida de masa (47%) se debe a descomposición de los productos formados de la celulosa en la anterior etapa y degradación de la lignina [4, 25, 47]. En el termograma de DTGA se observa dos temperaturas de descomposición máxima ( $DT_{max}$ ) a 375 y 450°C que corresponden a la segunda y tercera pérdida de peso, respectivamente.

Las fibras de bagazo de agave presentaron mayor estabilidad térmica que las fibras de la piña de henequén, lo que podría deberse principalmente a la mayor cantidad de lignina presente en la fibra de bagazo de agave, ya que se ha reportado que la lignina incrementa la estabilidad de las fibras naturales [4].

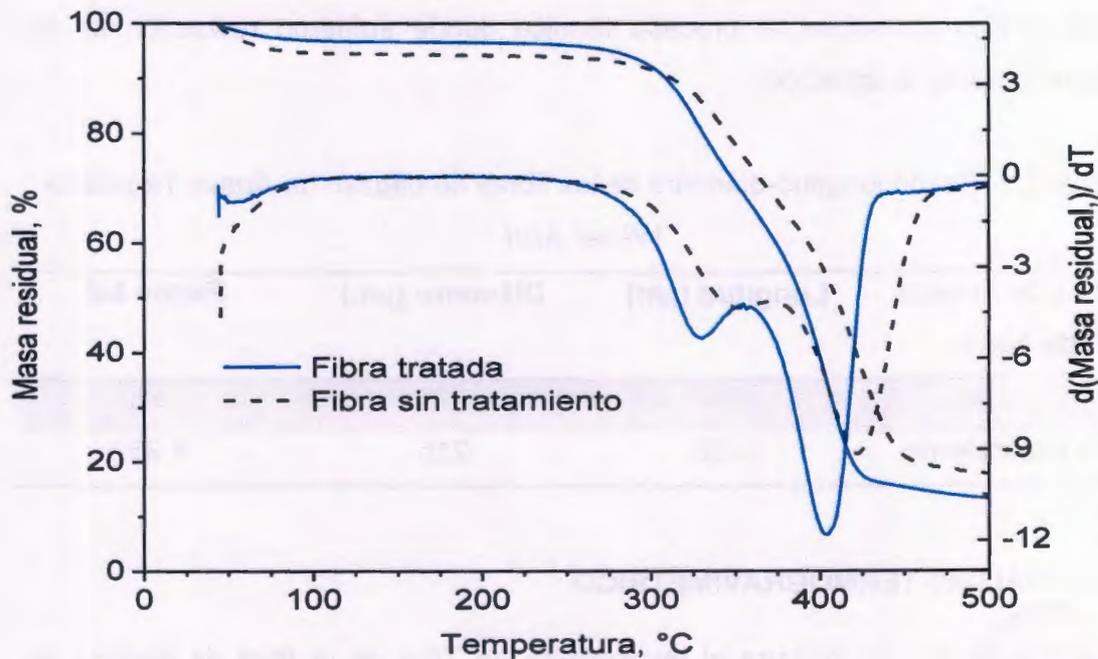


Figura 3.1. Termograma de TGA y DTGA de la fibra de bagazo de agave

### 3.1.3 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA CON TRANSFORMADA DE FOURIER

Con la finalidad de observar los cambios en la fibra de bagazo de agave sometida a un tratamiento con agua caliente para remover residuos adheridos a la fibra se realizaron espectros de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR). En la Figura 3.2 se muestran los espectros de FTIR de las fibras lignocelulósicas y en la Tabla 3.2 las asignaciones de los picos principales. La región de  $3600-3000\text{ cm}^{-1}$  está mayormente relacionada a los grupos OH presentes en los polisacáridos y lignina, los grupos metilo (CH,  $\text{CH}_2$ ) se observan en los picos  $2925$ ,  $2911$  y  $2854\text{ cm}^{-1}$ , el pico a  $1740\text{ cm}^{-1}$  corresponde a grupos carbonilos (C=O) de los grupos éster presentes en la hemicelulosa y lignina, éstos grupos se confirman debido a los picos pertenecientes al enlace C-O que se observan a  $1384$  y  $1243\text{ cm}^{-1}$  [48-51]. Se observa que las fibras sin tratamiento y con tratamiento presentan espectros de FTIR similares y que los cambios se aprecian en la relación de intensidad de algunos picos. En el espectro, los picos que disminuyen y aumentan su intensidad en la fibra tratada respecto a la fibra sin tratamiento a  $1395\text{ cm}^{-1}$  y  $1740\text{ cm}^{-1}$ , posiblemente se deben a que el tratamiento hidrotérmico disuelve ciertos componentes de bajo peso molecular, oligosacáridos producidos durante la cocción de la piña, presentes en la superficie de la fibra. Se ha reportado que la modificación térmica por tratamiento hidrotérmico, sobre materiales lignocelulósicos, realizados a temperaturas más bajas que  $140^\circ\text{C}$  resulta solamente en ligeros cambios en las propiedades del material y es que a más altas temperaturas se observa la degradación térmica de estos materiales. Un análisis químico realizado a los componentes de la madera mostró que éstos presentan buena estabilidad por encima de  $100^\circ\text{C}$  cuando se calentaron a esta temperatura durante 48 horas [52].

En la Figura 3.3 se observa que la fibra tratada (Figura 3.3a) presenta una superficie más lisa con respecto a la fibra sin tratamiento (Figura 3.3b), indicando que ciertos residuos depositados sobre la fibra son removidos durante el

tratamiento con agua caliente. Se ha reportado que el bagazo de agave tequilana contiene cerca de 3.9% de extraíbles con agua caliente [33].

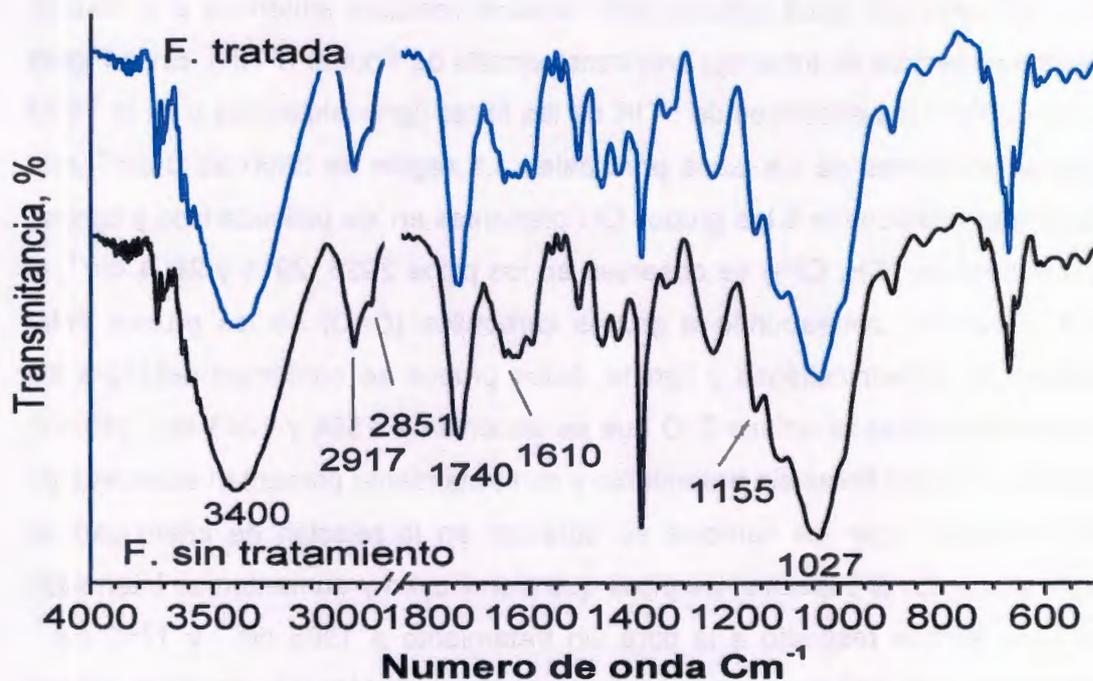


Figura 3.2. Espectro FT-IR de la fibra de bagazo agave

Tabla 3.2. Grupos funcionales característicos de los picos principales en los espectros de FT-IR de las fibras de bagazo de agave [53]

Número de onda (cm <sup>-1</sup> )	Grupo funcional o enlace	Grupo característico
3600-3000	O-H	Estiramiento de enlace del grupo hidroxilo con enlaces de puente de hidrógeno
2925, 2911 y 2854	C-H	Estiramiento del grupo metilo CH <sub>3</sub> y metilenos CH <sub>2</sub> presentes en la celulosa hemicelulosa y lignina
1743 o 1730	C=O	Estiramiento del enlace de grupos éster en la hemicelulosa o lignina

1517	C=C	Estiramiento anillos aromáticos de la lignina
1430	CH <sub>2</sub>	Flexión simétrica presente en la celulosa, hemicelulosa y lignina
1384 y 1243	C-O	Estiramiento del enlace en los componentes de la lignina y hemicelulosa
1370 y 1320	C-H y C-O	Flexión del grupo funcional del anillo aromático en lignina
1160 o 1100	C-O-C	Deformación antisimétrica presente en el enlace glucosídico
1035	C-O y O-H	Estiramiento perteneciente al polisacárido en la celulosa
598	C-OH	Flexión del enlace éster

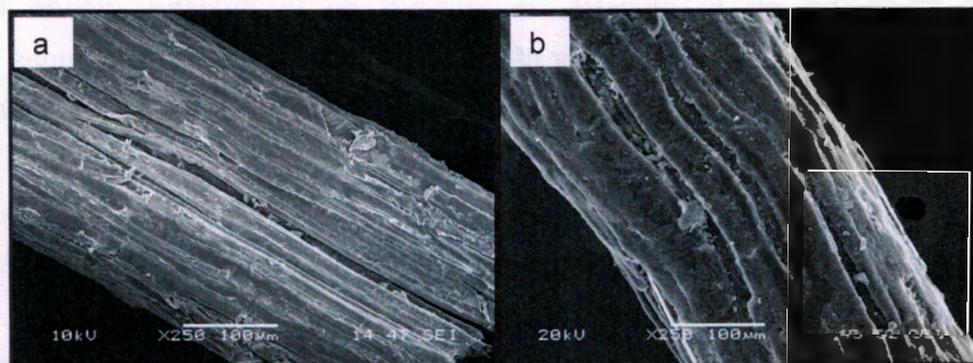


Figura 3.3. Micrograffas de SEM de la superficie de las fibras a) tratadas y b) sin tratamiento

### 3.1.4 PROPIEDADES MECÁNICAS

Se usaron fibras obtenidas del bagazo de agave y con longitudes de 10 cm en promedio en las pruebas a tensión. Se usaron la parte central de las fibras y se montaron en el marco de carga como se muestra en la Figura 3.4. Los resultados fueron obtenidos del ensayo de 50 fibras de bagazo de agave.

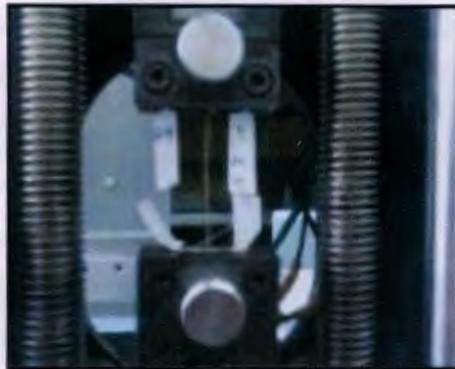


Figura 3.4. Ensayo de tensión de la fibra de bagazo de agave

En la Figura 3.5 se muestra una curva típica de esfuerzo-deformación de las fibras de bagazo de agave. Las curvas obtenidas presentan gran variabilidad en los resultados, siendo éste un comportamiento característico cuando se trabaja con fibras naturales, ya que la relación esfuerzo-deformación de las fibras están fuertemente influenciadas por condiciones tales como la velocidad de la carga, la humedad contenida en la muestra, la longitud de la muestra (donde las imperfecciones de la fibra pueden tener efecto a longitudes grandes), los nudos de crecimiento de la fibra y el tiempo del pre-acondicionamiento [54, 55]. Esta dispersión también se observa en los parámetros mecánicos (Tabla 3.3) donde se aprecian altos valores de desviación estándar en los valores de módulo y resistencia a tensión. Las fibras de bagazo de agave presentaron valores de 1656 MPa y 73.4 MPa para el módulo y la resistencia a tensión, respectivamente. Las fibras tratadas (FT) a 100°C presentaron valores de módulo y resistencia mayores que los de las fibras sin tratamiento (FST), lo que se podría deber a la menor absorción de humedad de las fibras tratadas en comparación con las fibras sin tratar, ya que el tratamiento remueve componentes en la superficie de la fibra y por lo que disminuye el efecto de la humedad sobre los componentes de las fibras tratadas. La fibra de bagazo de agave que ha sido sometida a un tratamiento previo, todavía podría contener componentes sobre su superficie que no fueron removidos. Ha sido reportado que mediante el tratamiento con agua destilada a 100°C existen ciertos componentes que son solubilizados a través de la extracción

con agua caliente, tales como sales minerales, galactanas, sustancias pépticas, y otros azúcares [56]. Las fibras de bagazo de agave tequila presentaron menores propiedades mecánicas que las fibras obtenidas de las hojas de otros agaves (Tabla 3.3), lo que se podría deber al tratamiento térmico (cocción de la piña) que han sufrido las fibras.

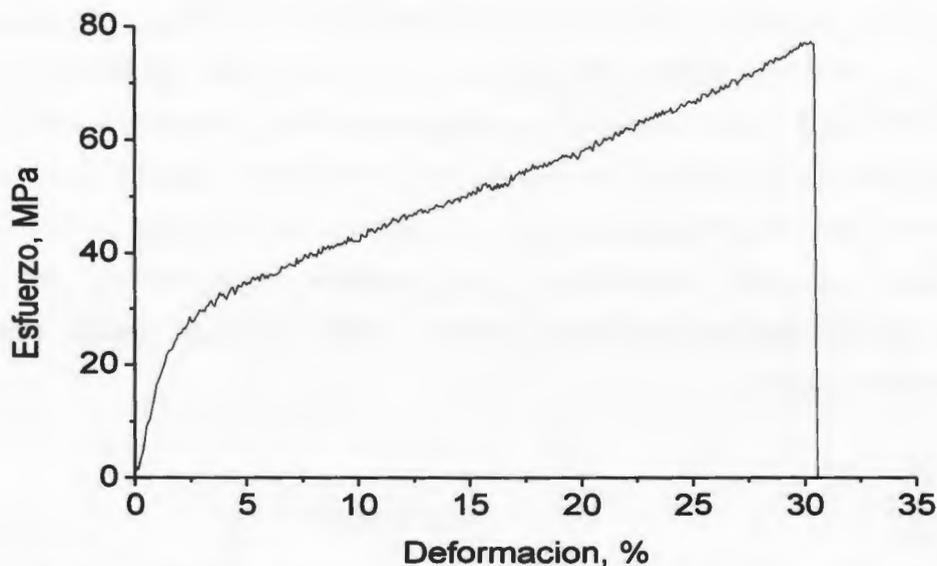


Figura 3.5. Curva típica de esfuerzo-deformación de las fibras de bagazo de agave

Tabla 3.3. Propiedades mecánicas de tensión de las fibras de agave

Fibras de Agave		Díámetro ( $\mu\text{m}$ )	Resistencia a tensión (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Deformación a ruptura (%)
<b>Tequilana Weber</b>	<b>FST</b>	215	$73.4 \pm 11.7$	$1.6 \pm 0.4$	$21.3 \pm 5$
	<b>FT</b>	227	$74.2 \pm 28.5$	$1.7 \pm 0.6$	$27.2 \pm 6.2$
<b>Americana L. [48]</b>		200-240	$80 \pm 12$	$1.3 \pm 0.2$	$22.3 \pm 6$
<b>Fourcroydes [57]</b>		--	$500 \pm 70$	$13.2 \pm 3.1$	$4.8 \pm 1.1$
<b>Sisalana [58]</b>		--	511 - 700	9 - 20	5 - 14

### 3.2 CARACTERIZACIÓN DE LA MATRIZ Y AGENTE ACOPLANTE (POLIPROPILENO Y POLIPROPILENO-G-ANHÍDRIDO MALEICO)

En la Figura 3.6 se muestran los termogramas obtenidos mediante calorimetría de barrido (DSC) del Polipropileno (PP) usado como matriz y del polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP). usado como agente acoplante. Se observa que el PP presenta un pico de fusión bien definido, con una temperatura de fusión ( $T_m$ ) de 165°C (máximo del pico de fusión). En el caso del MAPP el pico de fusión es más ancho y el valor de  $T_m$  se observa a 159°C. Este comportamiento se podría deber a la amplia distribución de pesos moleculares del polímero, lo que resulta en una amplia distribución de tamaños de cristales. Los cristales de menor tamaño funden a menor temperatura y se observan como hombros del pico principal, mientras que los de mayor tamaño y más perfectos funden bajo la endoterma principal [1].

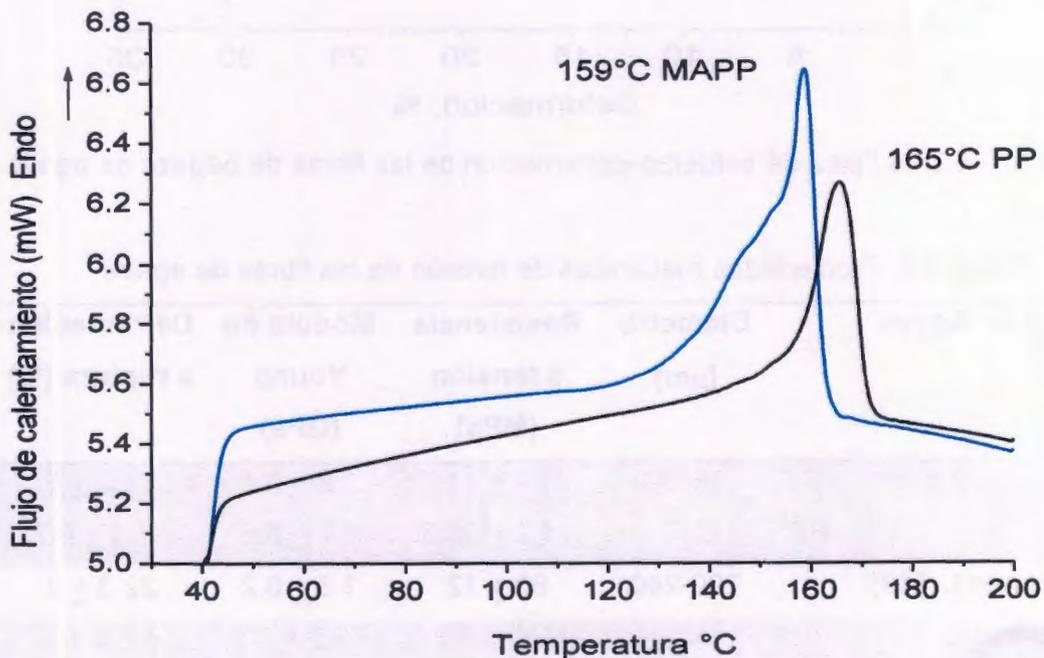


Figura 3.6. Curvas DSC del Polipropileno y el agente acoplante (PP-g-Anhídrido Maleico)

### **3.3 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS OBTENIDOS EN EL EXTRUSOR DOBLE-HUSILLO**

Se obtuvieron materiales compuestos de PP en forma de láminas planas con 30% de refuerzo usando fibras tratadas y sin tratar en un extrusor doble-husillo. Se determinó el efecto de la concentración de aditivos (agente acoplante y ayuda de proceso) sobre la formulación y propiedades de los materiales compuestos.

#### **3.3.1 EFECTO DE LOS ADITIVOS SOBRE EL ÍNDICE DE FLUIDEZ DE LOS MATERIALES COMPUESTOS**

En la Figura 3.7 se muestran los valores de índice de fluidez (IF) de la matriz de polipropileno y los materiales compuestos obtenidos usando Struktol® como ayuda de proceso (AP). Se observa que al incluir un 30% en peso de las fibras de bagazo de agave como refuerzo en la matriz polimérica de PP disminuye en más del 50% el índice de fluidez de los materiales compuestos con respecto a la matriz de PP. Esta disminución indica que la presencia de las fibras aumenta su viscosidad del material debido a la fricción que se tiene entre las fibras. Los materiales compuestos con fibra sin tratamiento (FST) presentaron valores de IF mayores que los de los materiales con fibras tratadas (FT), lo que se podría deber a la presencia de compuestos no estructurales de bajo peso molecular presentes en las fibras y que también pueden actuar como ayuda de proceso.

El aumento de la viscosidad en los materiales compuestos debido a refuerzos o cargas, ha sido reportado para un sistema de PP y cargas minerales, en donde se indica que el incremento de la viscosidad es debido a la fricción interna que generan las partículas en el seno fundido, durante el flujo [59]. Se observa que la adición de 7.5% MAPP al material compuesto incrementa ligeramente la fluidez del material, lo que se podría deber al menor peso molecular del agente acoplante. Para el caso de la matriz de PP, la adición del 2% AP resulta en un incremento en la fluidez, esto posiblemente se deba a que la cera actúa como un lubricante, reduciendo la fricción entre la matriz y la pared del plastómetro. El mismo

comportamiento se observó cuando se usó el agente de AP en los materiales compuestos y un aumento en la concentración de AP en el material compuesto incrementa la fluidez del material. Para un 6% AP se obtiene valores de IF de 5 g/10 min y de 4.2 g/10 min para los materiales compuestos con FST y FT, respectivamente. Como se mencionó con anterioridad y con base a las características del proveedor, el AP es un lubricante funcional indicado para proveer una alta humectación de las cargas, disminuyendo la fricción durante el procesamiento [60].

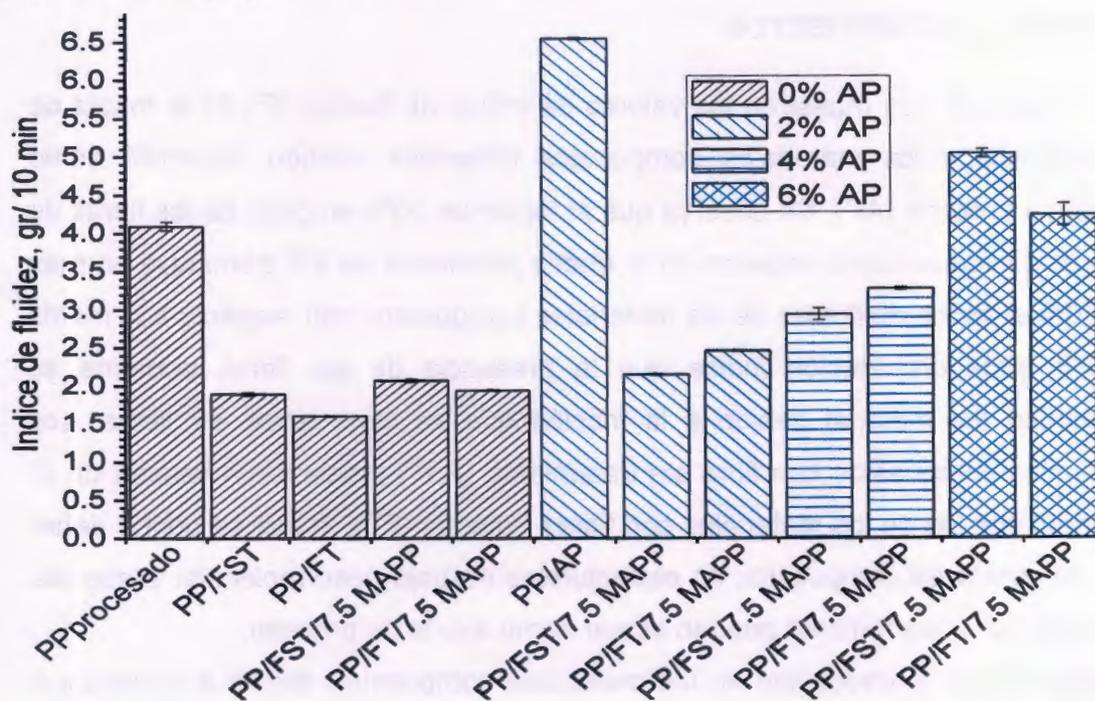


Figura 3.7. Efecto de la ayuda de proceso sobre el índice de fluidez de los materiales compuestos con polipropileno y 30% fibra de bagazo de agave

### 3.3.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS POR ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

Para verificar la reacción entre los grupos OH de las fibras lignocelulósicas y el anhídrido maleico del agente acoplante, se obtuvieron espectros de FTIR de las fibras extraídas de los materiales compuestos mediante la disolución de la matriz

de PP (Figura 3.8). Debido a que el producto de la reacción entre los grupos OH y el anhídrido maleico es un grupo éster y que la fibra presenta un pico intenso en la zona de los carbonilos ( $1730\text{ cm}^{-1}$ ), no se puede usar este pico para corroborar la reacción entre los grupo antes mencionados. Se ha reportado en la compatibilización del PP con MAPP, que la banda característica del grupo carbonilo del MAPP no se perciben a bajas concentraciones y solamente al aumentar el contenido de MAPP en la mezcla es que se aprecian dichas bandas [61].

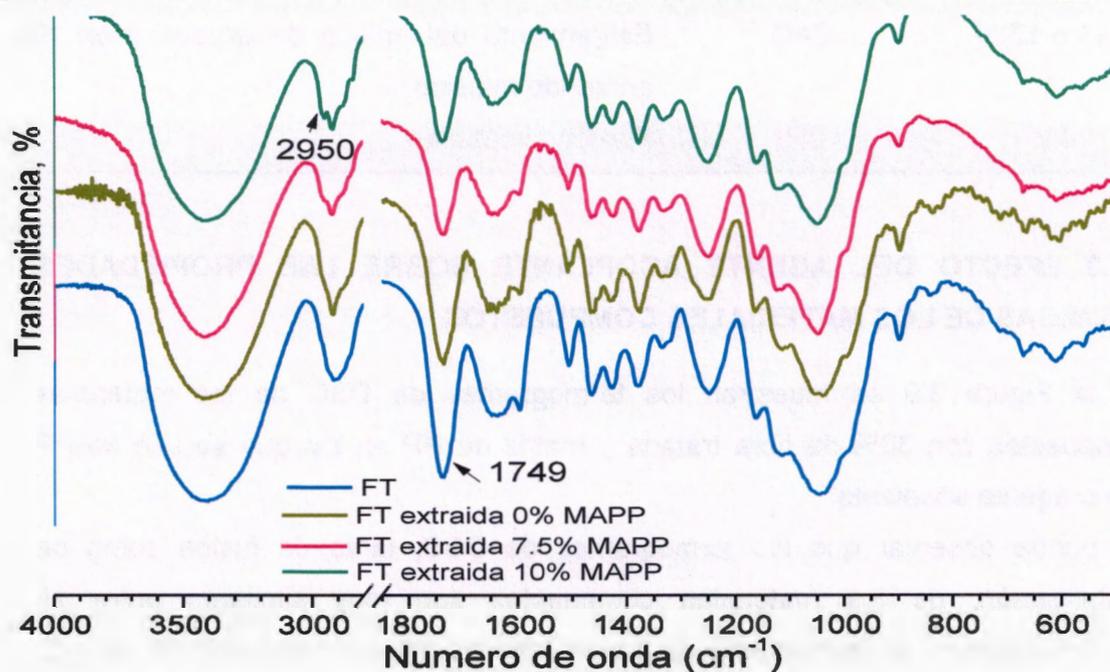


Figura 3.8. Espectro FT-IR de la fibra extraída de los materiales compuestos

Sin embargo, se observa que los espectros de las fibras extraídas cuando se usó agente acoplante presentan cambios en la región de los enlaces C-H ( $2900\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ ), los que son más notables al aumentar la cantidad de MAPP usado. Esto se podría deber a los grupos metilo y metileno de la cadena de polipropileno del MAPP (Tabla 3.4). Aunque el análisis de ésta zona es compleja debido a que los picos se traslapan [62], se puede evidenciar el incremento de los grupos metilo y metileno al aumentar el contenido de MAPP, indicando que las cadenas de PP

que forman parte del agente acoplante quedaron ancladas químicamente a la fibra a través de la reacción del anhídrido maleico y los grupos OH de la fibra.

Tabla 3.4. Grupos funcionales característicos del agente acoplante (MAPP)

Número de onda (cm <sup>-1</sup> )	Grupo funcional o enlace	Grupo característico
2925, 2911 y 2854 picos	C-H	Estiramiento del CH, CH <sub>2</sub> , CH <sub>3</sub>
1743 o 1730	C=O	Estiramiento del enlace de grupos éster del anhídrido maleico
1430	CH <sub>2</sub>	Flexión simétrica

### 3.3.3 EFECTO DEL AGENTE ACOPLANTE SOBRE LAS PROPIEDADES TÉRMICAS DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

En la Figura 3.9 se muestran los termogramas de DSC de los materiales compuestos con 30% de fibra tratada y matriz de PP en los que se usó MAPP como agente acoplante.

Se puede observar que los termogramas de DSC, tanto de fusión como de cristalización, de los materiales compuestos son muy similares entre sí, observándose en el termograma de fusión además del pico correspondiente a la fusión del polipropileno a temperaturas de 165°C, un pequeño pico de fusión a 150°C debido al copolímero de MAPP. No se aprecia un efecto del contenido de copolímero de MAPP (Tabla 3.5) sobre las temperaturas de fusión de la matriz de PP en los materiales compuestos, pero si un ligero incremento del grado de cristalinidad en los materiales compuestos compatibilizados con MAPP respecto materiales compuestos sin agente acoplante. Este comportamiento se puede atribuir a que la presencia del agente acoplante favorece el proceso de cristalización, como resultado de la compatibilidad entre la fibra y la matriz de PP. Como ha sido reportado también para materiales compuestos de PP con fibras de

sisal en los que se utilizó MAPP como agente acoplante [47]. Sin embargo, se observa que el incremento de la concentración del MAPP no presenta un efecto sobre la cristalinidad, por lo que parece independiente la compatibilidad y el grado de cristalinidad [1].

La temperatura de cristalización  $T_c$ , presenta un decremento con la adición del agente acoplante con respecto a los materiales compuestos sin agente acoplante. Este comportamiento fue observado también por Bouza y colaboradores [1] para materiales compuestos de PP y fibras de madera en los que se usó un ionómero (Surlyn 9970) como agente para compatibilizar la fibra y la matriz. Ellos encontraron que independientemente de la concentración de agente acoplante, se observa una disminución de la temperatura de cristalización en comparación con los materiales compuestos en los que no se utilizó agente acoplante.

Tabla 3.5. Temperatura de fusión, cristalización e índice de cristalinidad de los materiales compuestos PP con 30% de FT en los que se usó MAPP como agente acoplante.

<b>MAPP (%)</b>	<b>T<sub>m</sub> (°C)</b>	<b>T<sub>c</sub> (°C)</b>	<b>X<sub>c</sub> (%)</b>
<b>0%</b>	<b>164.05</b>	<b>119.29</b>	<b>58.21</b>
<b>2.5%</b>	<b>163.96</b>	<b>116.95</b>	<b>63.02</b>
<b>5%</b>	<b>165.17</b>	<b>116.25</b>	<b>61.92</b>
<b>7.5%</b>	<b>164.85</b>	<b>115.65</b>	<b>61.37</b>
<b>10%</b>	<b>162.99</b>	<b>116</b>	<b>64.02</b>

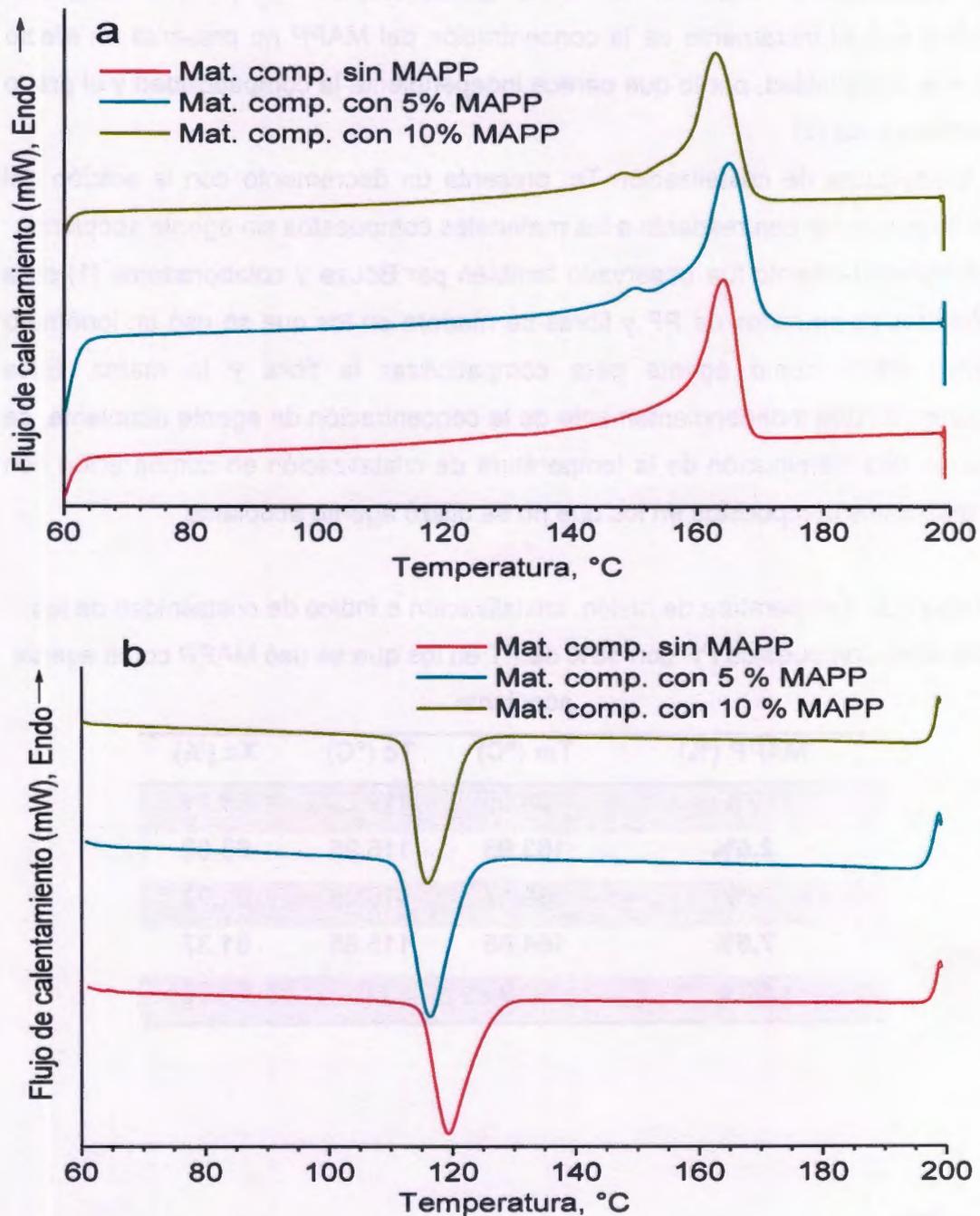


Figura 3.9. Efecto del agente acoplante sobre los termogramas de DSC de materiales compuestos de PP y fibra de bagazo de agave. a) Fusión y b) cristalización

### **3.3.4 EFECTO DE LOS ADITIVOS SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS A TENSIÓN**

En la Figura 3.10 se muestran el efecto del agente acoplante (MAPP) y del agente de ayuda de proceso (AP) sobre las propiedades mecánicas de materiales compuestos con PP y fibras de bagazo de agave. Se observa en la Figura 3.10a que el incremento de MAPP no tiene un efecto sobre el módulo del material compuesto con fibra tratada y sin tratamiento. Esto debido a que el módulo no depende de la calidad de interface. Se observa también que un incremento del agente acoplante resulta en un aumento en la resistencia a tensión de los materiales compuestos con un máximo a 7.5% de agente acoplante. Este comportamiento se atribuye a una mejor interacción entre la matriz y la fibra debido al agente acoplante [63]. Se ha reportado que el MAPP puede formar enlaces tipo éster y puentes de hidrogeno con los grupos hidroxilos de la fibra, incrementando la compatibilidad fibra-matriz [64]. Las fibras tratadas mostraron valores de módulo más alto que las fibras sin tratar lo que se puede atribuir a una mejora en el embebido de la fibra por la matriz, ya que el tratamiento elimina compuestos de bajo peso molecular situados en la superficie de las fibras, lo que disminuye su aglomeración (la menor interacción fibra-fibra disminuye la formación de enlaces hidrogeno) y pueden reaccionar con el MAPP y se pueden dispersar mejor en la matriz [65].

La mejor compatibilidad entre la fibra y la matriz debida al agente acoplante, se aprecia en la superficie de ruptura de las probetas de tensión (Figura 3.11). Cuando no se usó agente acoplante (Figuras 3.11a y b) se observa la presencia de fibras expuestas y separadas de la matriz, indicando la pobre adhesión entre la fibra y la matriz. Se observa también que cuando se usó MAPP como agente acoplante, las fibras presentan ruptura a nivel de la matriz y grietas por desprendimiento entre la fibra y la matriz, esto indica un mejoramiento de la interacción entre la fibra y la matriz polimérica debido a la presencia del anhídrido maleico [63], siendo más evidente a una concentración del 7.5% MAPP (Figura

3.11e), en la que la fibra mayoría de las fibras se encuentran embebidas de matriz polimérica. La presencia de fibras separadas de la matriz aún a concentraciones del 10% de MAPP, se podría deber a que los residuos de oligosacáridos, presentes en la superficie de la fibra sin tratar, reaccionan con el agente acoplante y se dispersan en la matriz de PP durante el mezclado, disminuyendo la efectividad global de la compatibilización fibra-matriz.

En las microfotografías de la zona de ruptura de los materiales compuestos con PP/fibras tratadas, se observa que al incrementar la concentración de MAPP se presentan menos fibras extraídas y a concentraciones de MAPP del 5% (Figura 3.11d) se observan incluso fibras desgarradas, indicando un fuerte enlace entre la fibra y la matriz. Este comportamiento se ha reportado para materiales compuestos con otros materiales lignocelulósicos. Kim y Lee [66] reportan una mejora en la compatibilidad fibra-matriz para materiales compuestos con PP/cascara de arroz y compatibilizado con 3% de MAPP.

El efecto de la ayuda de proceso sobre las propiedades mecánicas se muestra en las Figuras 3.10c y 3.10d. Se puede observar en la Figura 3.10c un incremento del módulo con la adición de AP para ambos materiales, lo que se atribuye a una mejora de la dispersión de las fibras debido al AP. A concentraciones mayores del 2% de AP no se observa efecto sobre el módulo. También se observa que incrementar la ayuda de proceso no mejora la resistencia a tensión, lo cual sugiere que al dispersar las fibras no hay mayor interacción del agente acoplante con la fibra. Por otra parte, la función de la ayuda de proceso es reducir la fricción interna entre los componentes del material compuesto y facilitar su flujo durante el procesamiento, como se puede apreciar en la Figura 3.12 en las que se observa una mejor dispersión de las fibras al incrementar el contenido de AP tanto para las fibras tratadas y como las sin tratar.

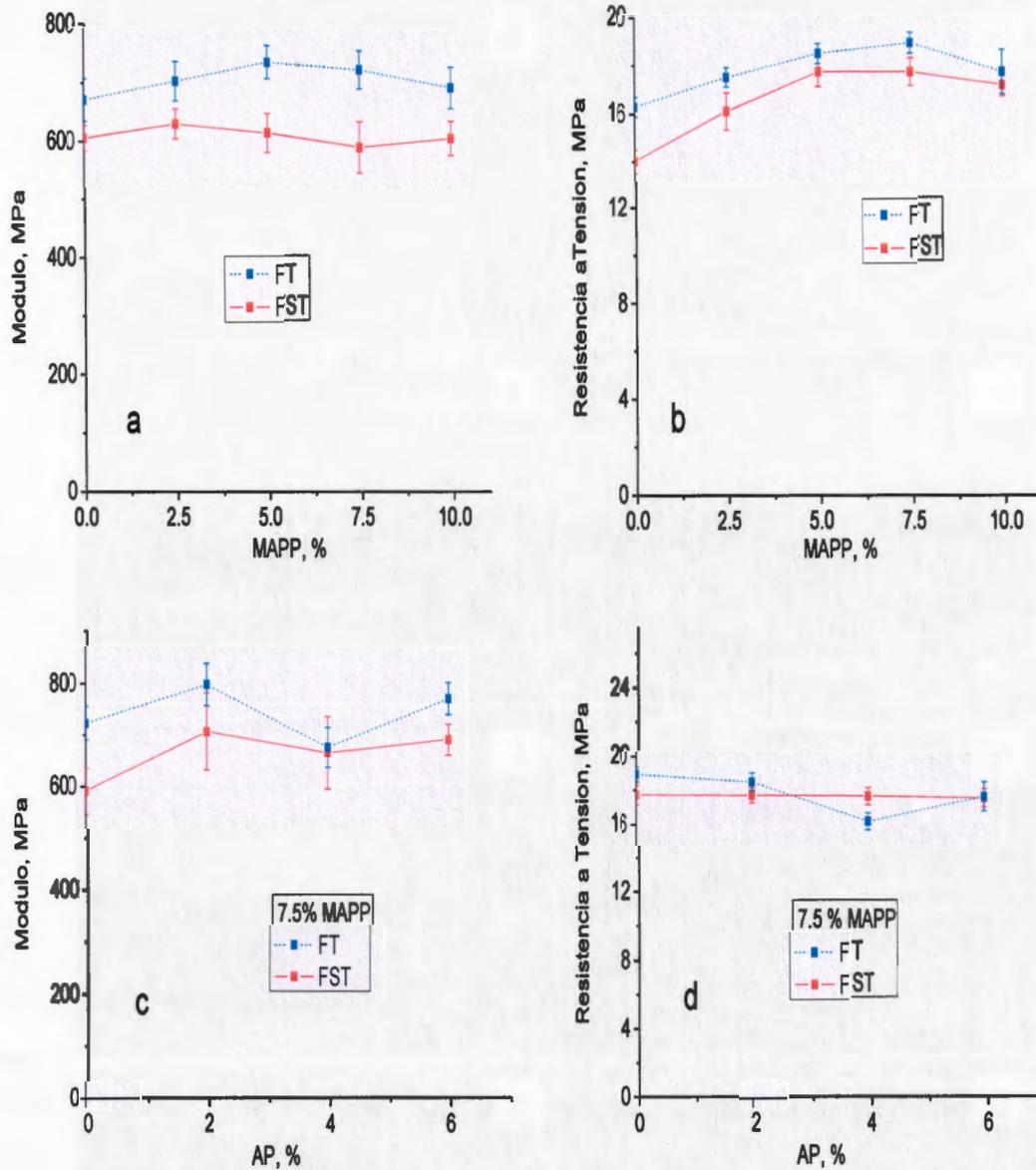


Figura 3.10. Efecto del agente acoplante y del agente de ayuda de proceso sobre las propiedades mecánicas de materiales compuestos de PP/fibra de bagazo

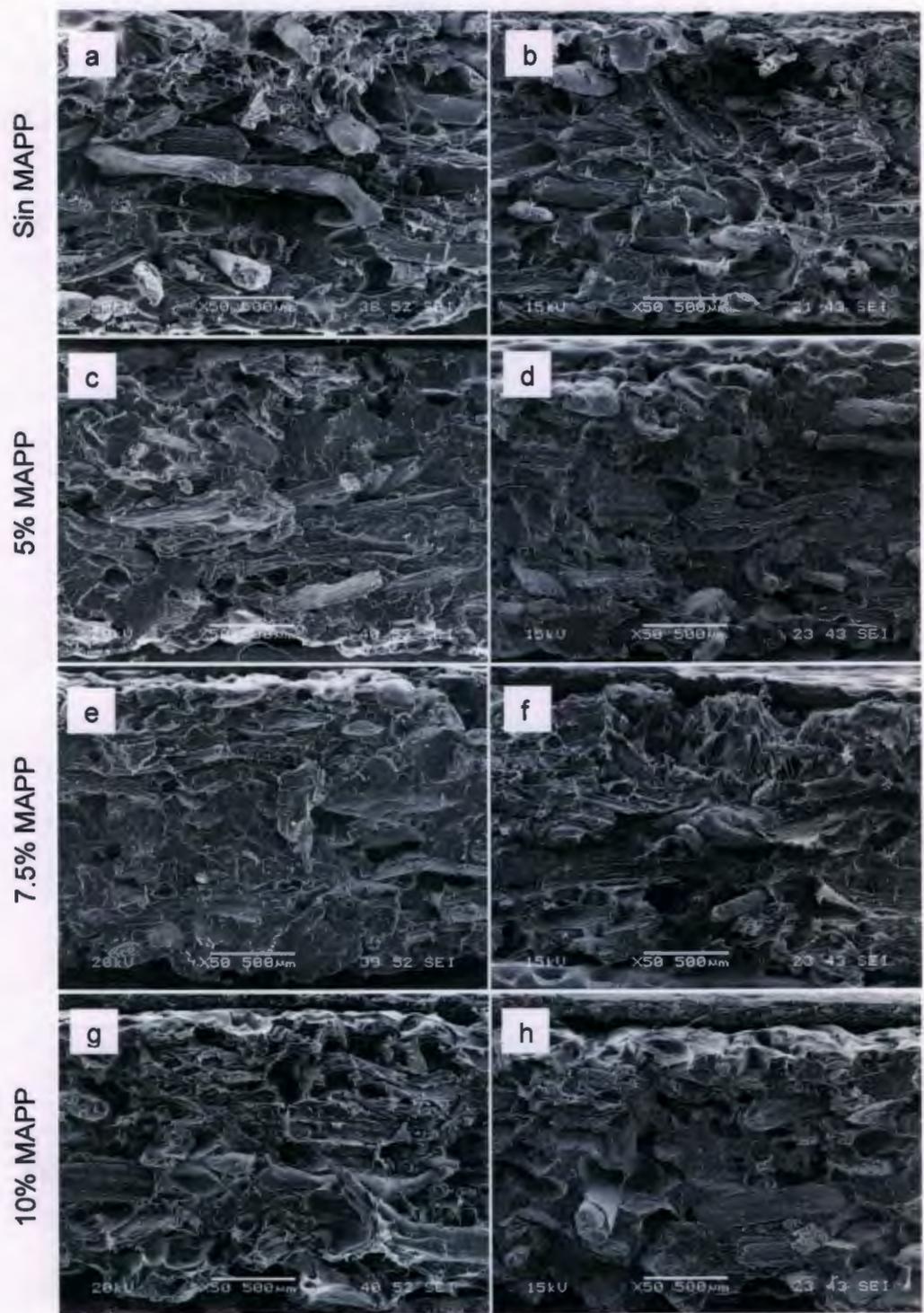


Figura 3.11. Microfotografías de SEM de la zona de ruptura de los materiales compuestos de PP/fibra sin tratamiento a), c), e), g) y con tratamiento b), d), f), h)

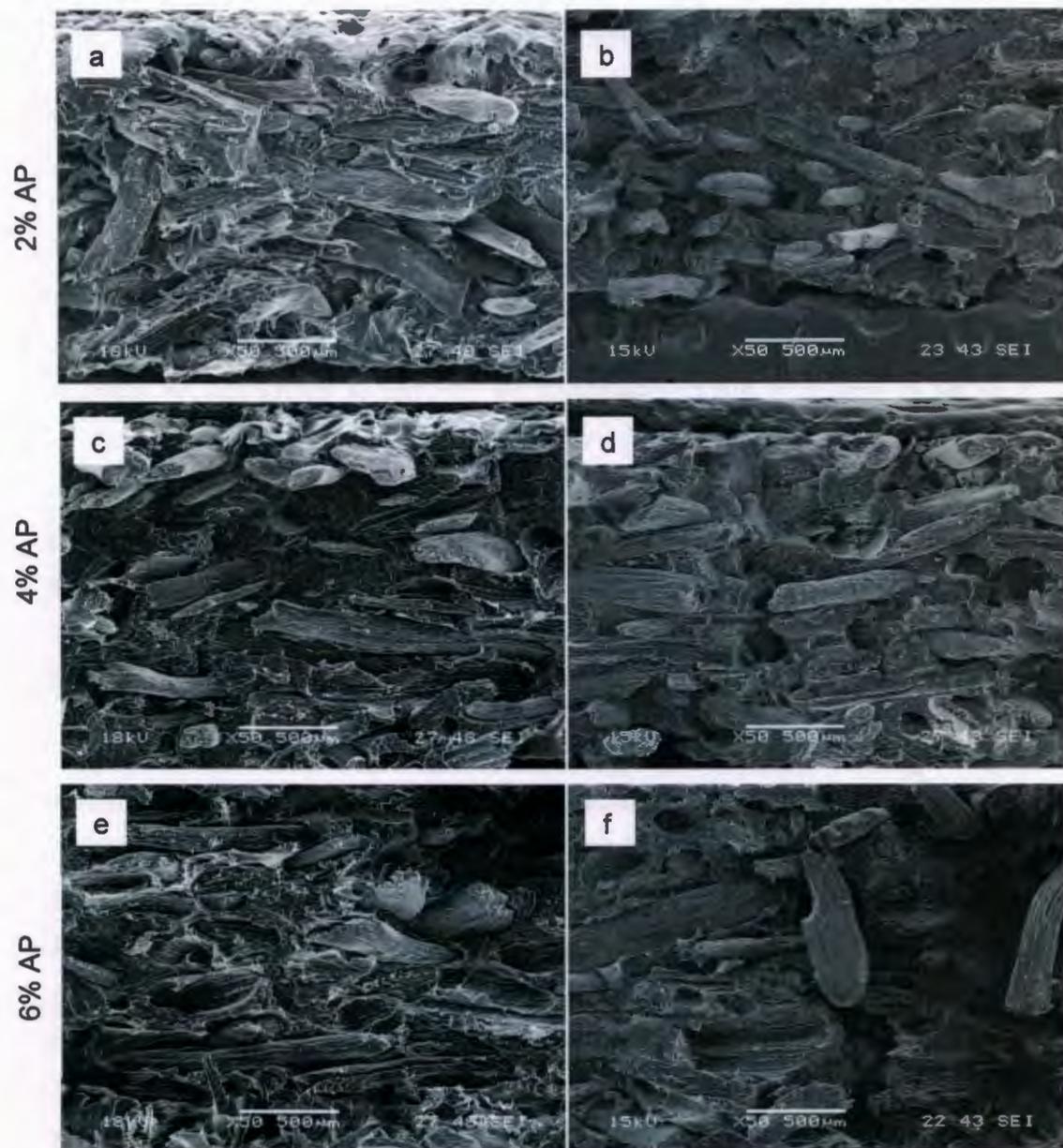


Figura 3.12. Microfotografías de SEM de la zona de ruptura de materiales compuestos con PP/7.5% MAPP/AP/fibra sin tratamiento a), c), e) y con tratamiento b), d) y f)

### 3.3.5 EFECTO DE LOS ADITIVOS SOBRE RESISTENCIA A IMPACTO

En la Figura 3.13 se muestran los valores de resistencia a impacto para los materiales compuestos en los que se utilizó agente acoplante y ayuda de proceso. Se puede observar que al aumentar el contenido de MAPP se incrementa la resistencia a impacto de los materiales, alcanzando un máximo de 14% a una concentración de 5% MAPP respecto a la fibra sin tratamiento a la misma concentración. Este incremento se debe a la mejora de la adhesión entre la superficie de la fibra y la matriz polimérica de PP, por la formación de enlaces químicos entre fibras tratadas y el agente compatibilizante. Las fibras reducen la velocidad de propagación de la grieta, forzando a la grieta a rodear la fibra. También se reduce la energía de impacto cuando la fibra es retirada de la matriz (pull-out). Ambos factores contribuyen al incremento de la resistencia de impacto de los materiales reforzados. Este comportamiento se ha reportado para materiales compuestos de PP con fibras obtenidas de las hojas de piña con tratamiento alcalino y en los que se usó MAPP como agente acoplante [67].

Sin embargo a altas concentraciones de agente acoplante (a concentraciones de 7.5% y 10% MAPP) se observa una baja absorción de energía de impacto, debido a que se tiene una interface fibra-matriz más fuerte, el material compuesto se rigidiza y se requiere menos energía para su fractura. Lo cual se observa el fuerte enlace interfacial obtenido entre las fibras y la matriz polimérica para concentraciones mayores de 5% de MAPP se evidencia en las micrografías de SEM (Figura 3.14 c-f) de la zona de fractura, en la que se observa que la matriz embebe por completo a la fibra, de forma que en la superficie se aprecia la ausencia de fibras.

La adición del agente de ayuda de proceso (Struktol®) en la obtención del material compuesto, no presenta un efecto sobre la resistencia de impacto de los materiales obtenidos con fibras tratadas y se observa un ligero incremento para los materiales obtenidos con fibras sin tratamiento (Figura 3.13). Esto

posiblemente se deba a que la ayuda de proceso solamente actúa sobre el flujo del material compuesto al momento de la extrusión, proporcionando menor fricción entre las paredes del barril y el material extruido, con una mejora en el procesamiento del material y en la dispersión de las fibras. Las micrografías de SEM (Figura 3.15) tomadas de la superficie de fractura del material compuesto con agente de ayuda de proceso (Struktol®), presenta similitud en cuanto a la dispersión de las fibras y en el embebido de las mismas para concentraciones del 2% y el 6% de AP en los materiales compuestos, con lo que se corrobora que la AP no tiene efecto en la interacción fibra-matriz, pero si en la dispersión de las fibras en el material compuesto.

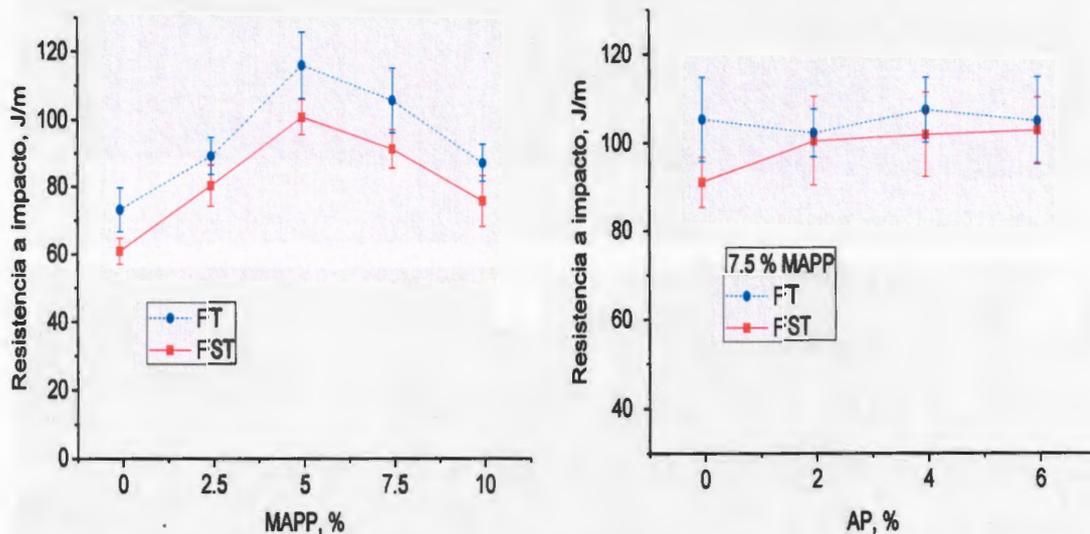


Figura 3.13. Efecto del agente acoplante y del agente de ayuda de proceso sobre las propiedades mecánicas de impacto en los materiales compuestos de PP/fibra de bagazo

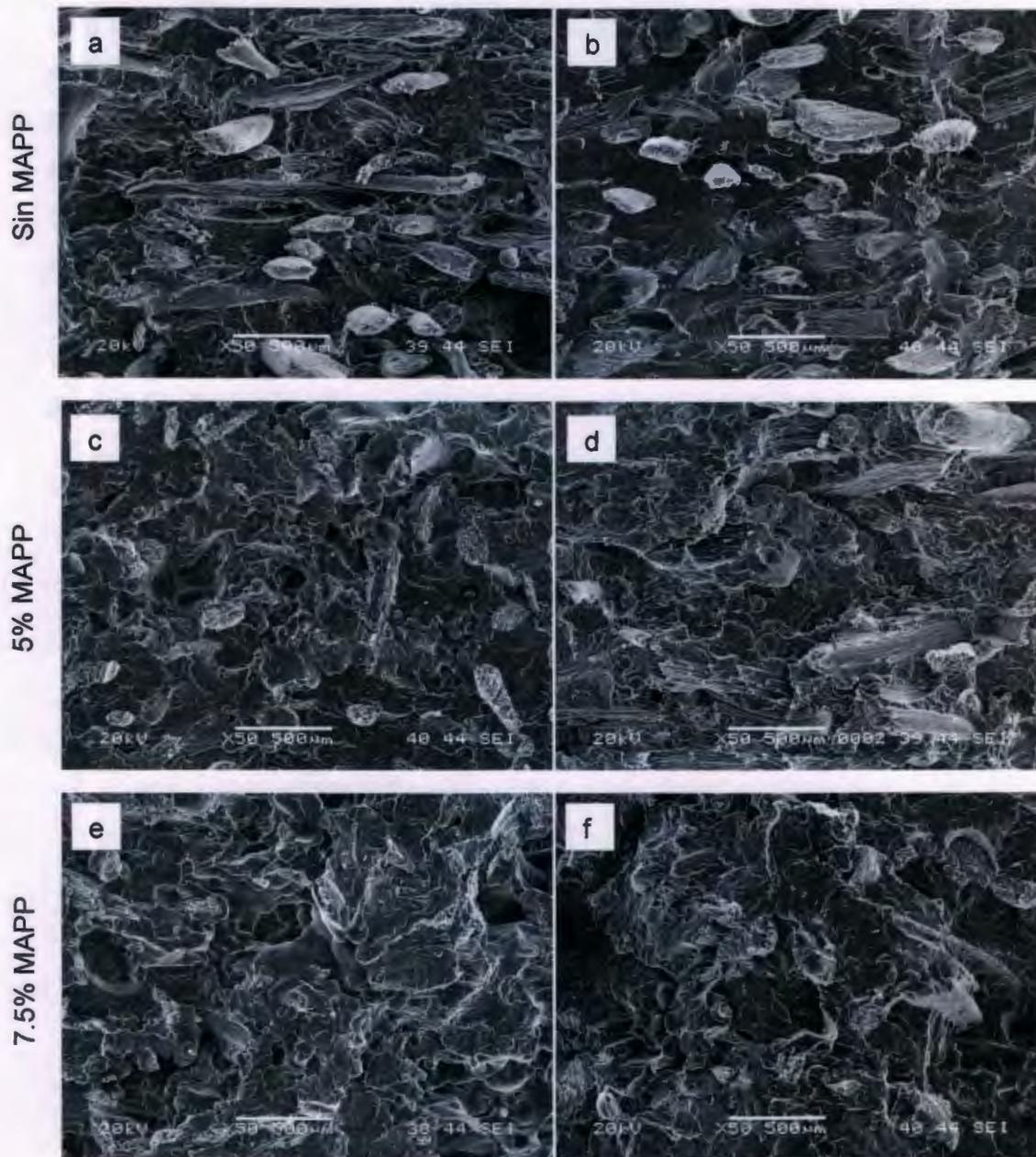


Figura 3.14. Microfotografías de SEM de la superficie de fractura de materiales compuestos de PP/fibra sin tratamiento (a, c, e) y con tratamiento (b, d, f) en los que se usó MAPP como agente acoplante

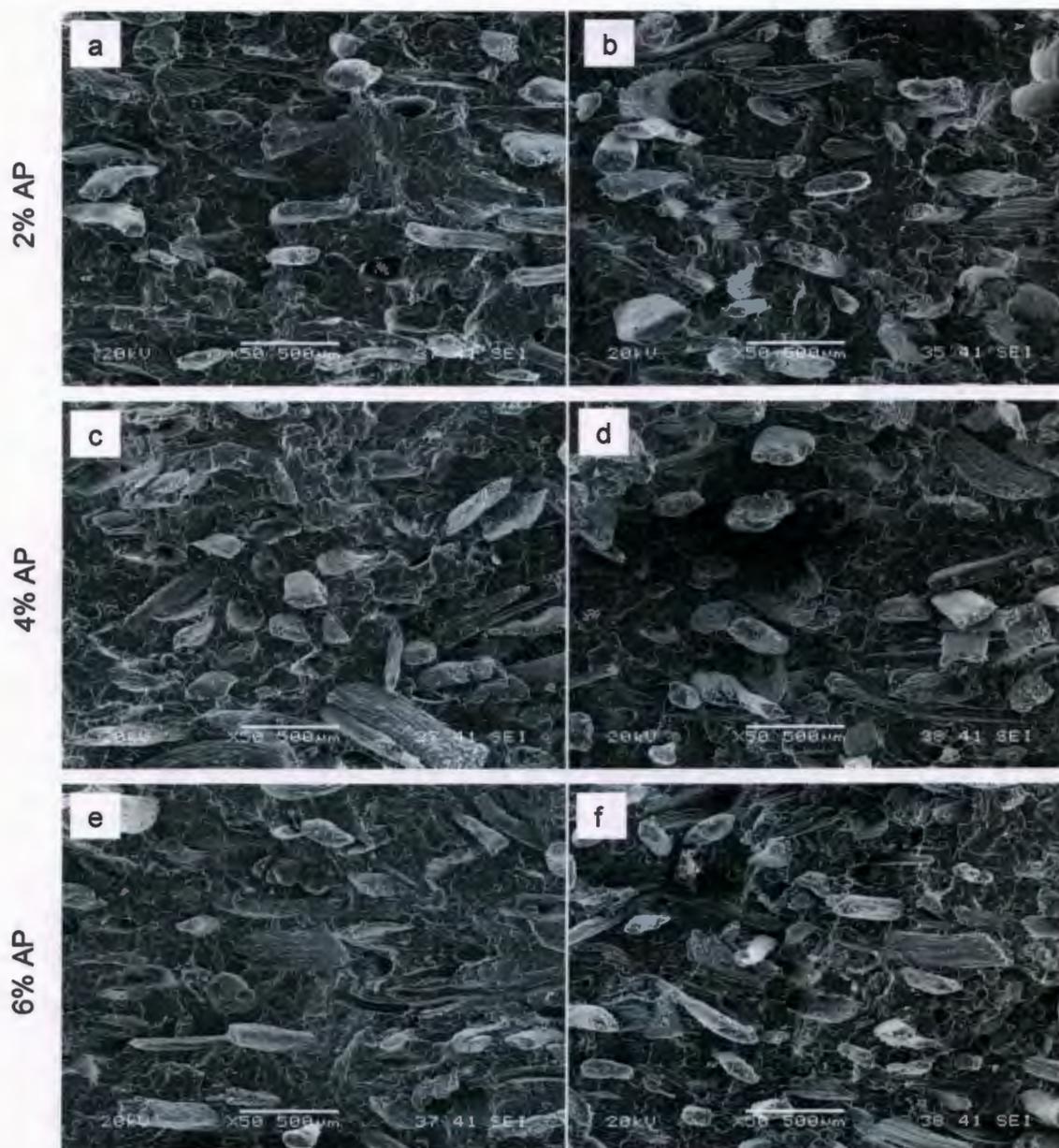


Figura 3.15. Microfotografías de SEM de la superficie de fractura de materiales compuestos de PP/7.5% MAPP/fibra sin tratamiento (a, c, e) y tratada (b, d, f), variando la concentración de AP

### **3.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS LAMINADOS OBTENIDOS EN EL EXTRUSOR MONO-HUSILLO**

Con base a los resultados obtenidos en la etapa anterior, se seleccionó como formulación de trabajo un 7.5% MAPP (con base al peso de la fibra tratada), 2% de Struktol como ayuda de proceso (con base al peso del material compuesto), y 0.5% de estabilizador UV (respecto al peso del PP) para la obtención de láminas planas con 20 cm de ancho y que puedan ser utilizadas para la obtención de las láminas onduladas.

#### **3.4.1 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO**

En la Figura 3.16 se muestran los termogramas de TGA y DTGA de los materiales compuestos. Se observa que los materiales compuestos presentan 3 etapas de pérdida de masa asociadas a la descomposición de las fibras de bagazo de agave (celulosa, hemicelulosa y lignina) y la matriz de PP. Se observa el decremento de la estabilidad térmica del material compuesto con el incremento de la cantidad de refuerzo, lo cual es una consecuencia de la baja estabilidad térmica del relleno lignocelulósico [68, 25], mientras que el PP exhibe solo una simple etapa de pérdida de masa con una degradación máxima a 485°C (Figura 3.16b). En los materiales compuestos la primera y segunda etapa de pérdida de masa se debe a la descomposición térmica de la fibra y la tercera etapa a la descomposición térmica del polipropileno. La primera etapa ocurre en el rango de 300-360°C con un pico máximo de descomposición a 330°C y que corresponde a la degradación de la hemicelulosa y celulosa. La segunda etapa correspondiente al pico en la curva de DTGA a una temperatura de 400°C puede ser atribuido a la degradación de la lignina. El pico observado a 485°C es relacionado a la tercera etapa de descomposición que corresponde a la degradación térmica de la matriz polimérica por un mecanismo de ruptura aleatoria de las cadenas [68, 69, 25].

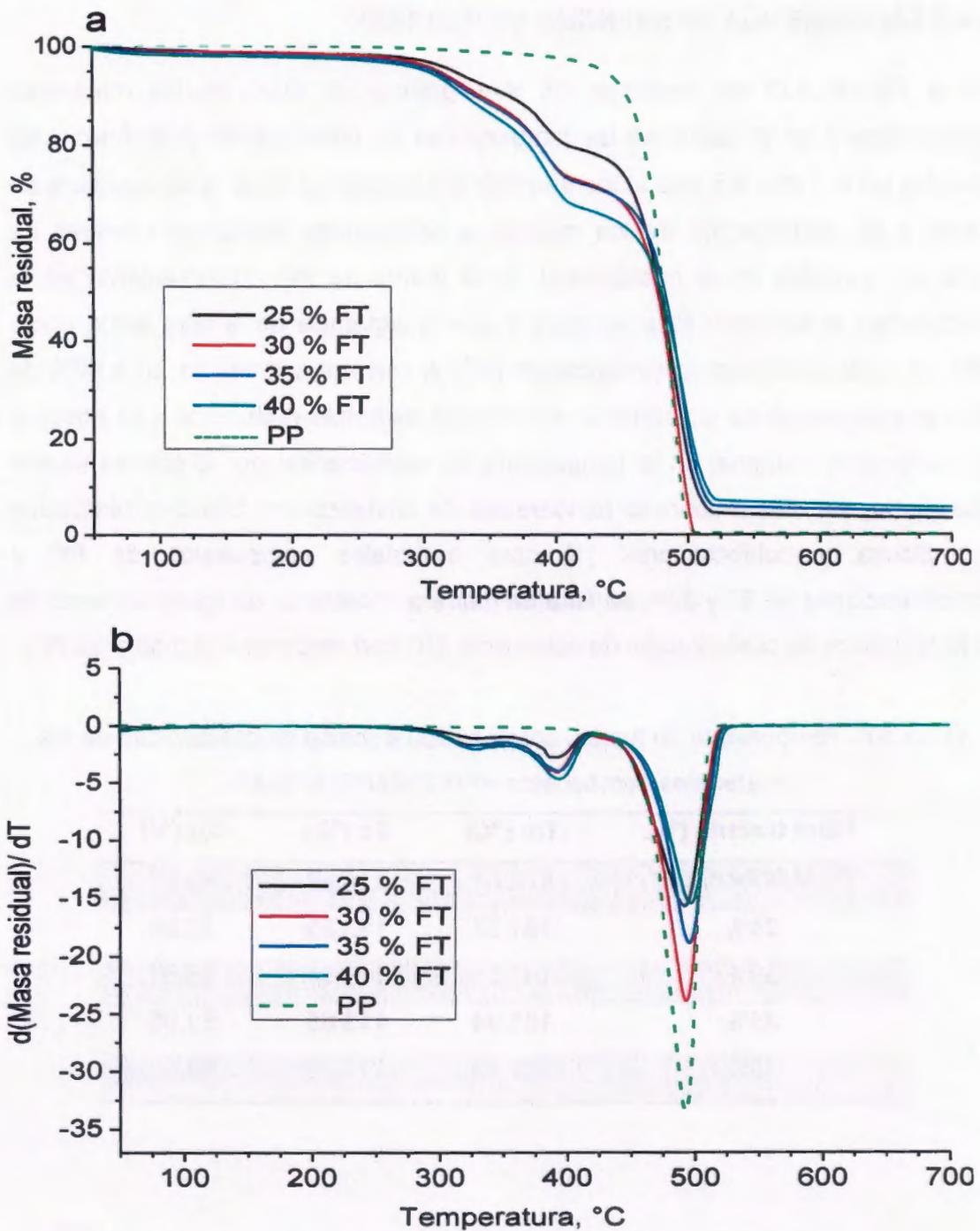


Figura 3.16. Termograma de pérdida de masa TGA de PP/AP/S-UV y los materiales compuestos con PP/FT/MAPP/AP/S-UV. a) TGA y b) DTGA

### 3.4.2 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

En la Figura 3.17 se muestran los termogramas de DSC de los materiales compuestos y en la Tabla 3.6 las temperaturas de cristalización y de fusión. Se observa en la Tabla 3.6 que al incrementar la cantidad de fibra, la temperatura de fusión y de cristalización de los materiales compuestos disminuye mientras se tiene un aumento en la cristalinidad de la matriz de PP. El incremento en la cristalinidad al adicionar fibra se debe a que la superficie de la fibra actúa como sitio de nucleación para la cristalización [47]. A concentraciones de 25 a 40% de fibra el movimiento de las cadenas poliméricas está más restringido y se observa un incremento marginal en la temperatura de cristalización por lo que se asume que no hay un efecto sobre la temperatura de cristalización. Estudios realizados por Bouza y colaboradores [1] para materiales compuestos de PP y concentraciones de 20 y 30% de fibra de madera, mostraron un ligero aumento de la temperatura de cristalización de solamente 5°C con respecto a la matriz de PP.

Tabla 3.6. Temperatura de fusión, cristalización e índice de cristalinidad de los materiales compuestos PP/FT/MAPP/AP/S-UV

Fibra tratada (%)	Tm (°C)	Tc (°C)	Xc (%)
<b>PP/AP/S-UV/0%</b>	163.61	114.22	49.57
<b>25%</b>	161.57	113.53	52.86
<b>30%</b>	161.35	113.61	55.31
<b>35%</b>	161.94	113.65	51.95
<b>40%</b>	161.13	114.21	53.07

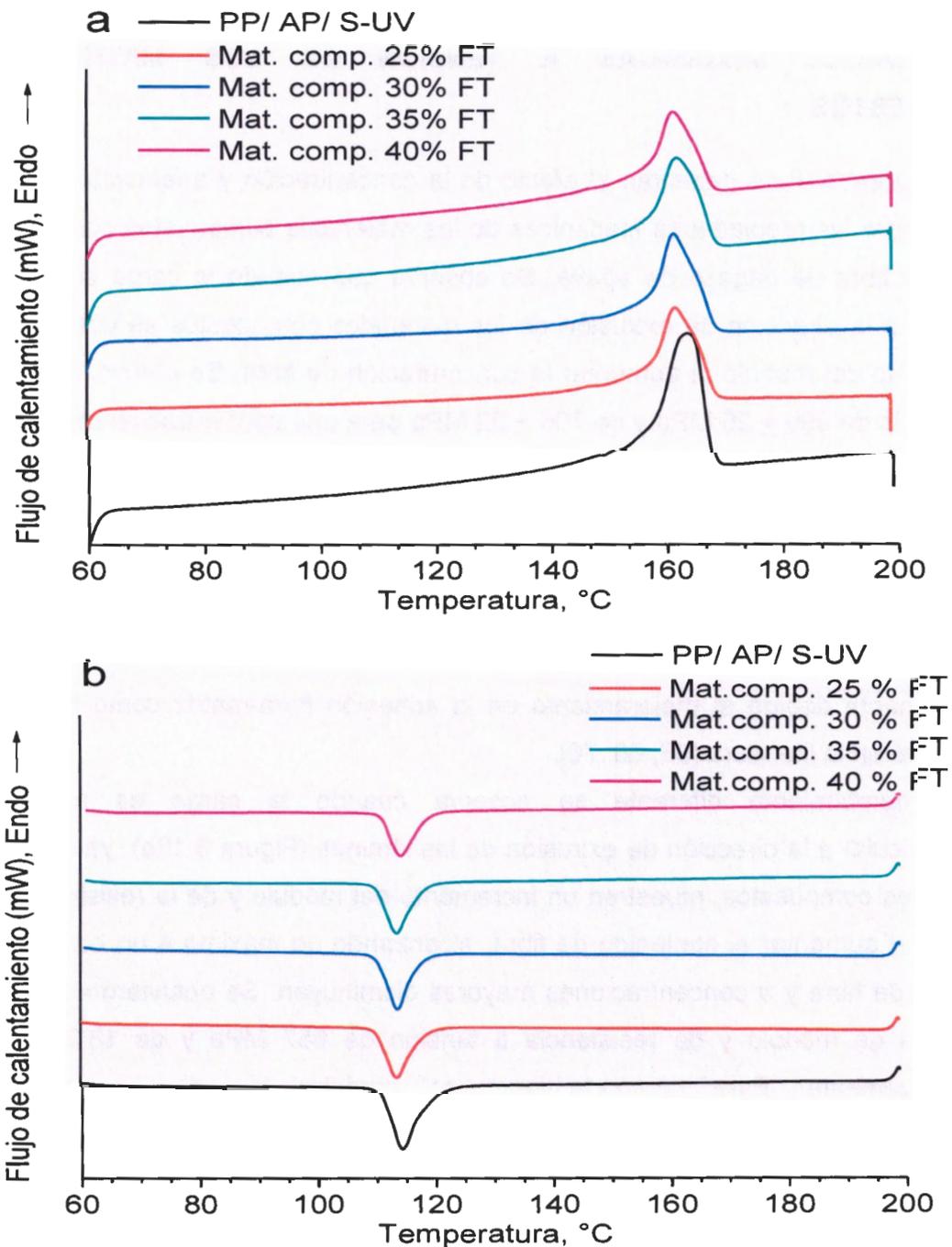


Figura 3.17. Efecto de la concentración de fibra tratada sobre las curvas de DSC en los materiales compuestos PP/FT/MAPP/AP/S-UV. a) Fusión y b) cristalización

### 3.4.3 EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DE FIBRA SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS A TENSIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

En la Figura 3.18 se muestran el efecto de la concentración y orientación de las fibras sobre las propiedades mecánicas de los materiales compuestos con matriz de PP y fibra de bagazo de agave. Se observa que cuando la carga se aplica paralela a la dirección de extrusión de los materiales compuestos se obtiene un incremento del módulo al aumentar la concentración de fibra. Se obtuvo un valor de módulo de  $899 \pm 26$  MPa y de  $706 \pm 22$  MPa para una concentración de 40% y de 25% de fibra, respectivamente. Este comportamiento ha sido observado también en materiales compuestos con PP y fibra de palma con un copolímero de polipropileno injertado con anhídrido maleico (E-43) como compatibilizante [70]. La resistencia a tensión presenta un ligero incremento a una concentración de 30% de fibra compatibilizada y a concentraciones mayores permanece constante, posiblemente debido al mejoramiento en la adhesión fibra-matriz como ha sido reportado en la literatura [66, 68, 70],

Un comportamiento diferente se observa cuando la carga es aplicada perpendicular a la dirección de extrusión de las láminas (Figura 3.18b), ya que los materiales compuestos, muestran un incremento del módulo y de la resistencia a tensión al aumentar el contenido de fibra, alcanzando un máximo a un contenido de 30% de fibra y a concentraciones mayores disminuyen. Se obtuvieron valores máximos de módulo y de resistencia a tensión de 657 MPa y de 13.2 MPa, respectivamente. Este comportamiento es característico de un material anisotrópico, ya que durante el proceso de extrusión, las fibras tienden a orientarse en la dirección del flujo, y se obtiene un material en el que sus propiedades no son iguales en la dirección axial y en la dirección transversal. Por lo tanto, si el refuerzo está orientado de forma perpendicular a la aplicación de la carga, el fallo del material compuesto es controlado por la rotura o flujo de la matriz polimérica o por la descohesión fibra-matriz; el mecanismo exacto de fallo

dependerá de la capacidad de deformación plástica de la matriz y de la resistencia de enlace fibra-matriz [71], mientras que en el caso de las fibras orientadas en la dirección al flujo las propiedades del material son determinadas por las propiedades mecánicas de la fibra. En general, las fibras alineadas en una dirección perpendicular a la dirección de la carga, no contribuyen al incremento de la resistencia del material compuesto [72]. Lo que sugiere que al incrementar la concentración de fibra en el material compuesto disminuye la capacidad de deformación del PP disminuyendo la resistencia a tensión como se observa en la Figura 3.18b.

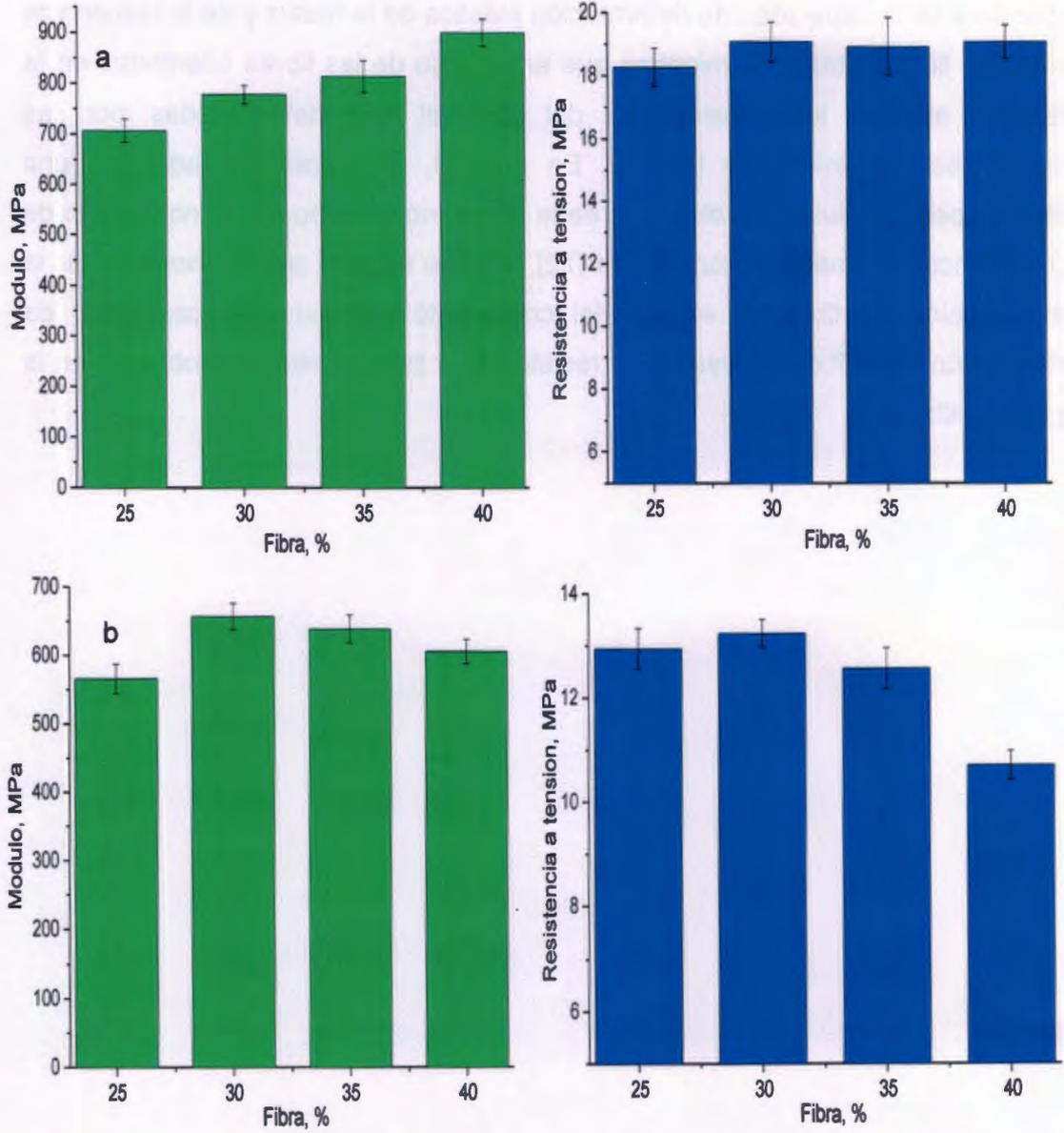


Figura 3.18. Efecto de la concentración de fibra sobre las propiedades mecánicas de materiales compuestos de PP/fibra de bagazo/7.5% MAPP/2% AP: a) probeta paralela a la extrusión, b) probeta perpendicular a la extrusión

### **3.5 CARACTERIZACIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS A FLEXIÓN DE LAS LÁMINAS ACANALADAS**

En la Figura 3.19 se muestra las láminas acanaladas obtenidas mediante el moldeo por compresión de láminas planas. También se muestra la lámina durante la prueba de flexión y el daño sufrido por la misma. Se ha reportado que una lámina acanalada está sometida a esfuerzos de compresión en la parte superior de la cresta donde se aplica la carga, mientras que la parte inferior de la lámina está sometida a esfuerzos de tensión. Lo contrario sucede en el valle, es decir, la parte superior estará sometida a esfuerzos de tensión y la parte inferior a esfuerzos de compresión [73]. Se observó durante los ensayos que la lámina recuperaba su forma independientemente del contenido de fibra, pero a contenidos mayores del 35% se apreció la formación de fracturas (ver Figura 3.19c). Este comportamiento se podría deber a que a altos contenidos de fibra el material compuesto se vuelve más rígido y por lo tanto se podrían generar fracturas del material durante la prueba.

En la Figura 3.20 se muestran los valores de carga y de deflexión, determinadas de acuerdo al criterio de falla y a la norma NMX-C-027-0NNCCE-2004. Se observa que las láminas onduladas presentan un valor máximo de carga de 1882 N con un contenido de 30% de fibra, para después disminuir conforme se incrementa el contenido de fibra en el material, obteniéndose un valor de 1480 N para la lámina con un contenido de 40% de fibra.

Como se observó con anterioridad, a esta concentración, la resistencia a tensión. También se observa, que los valores de carga máxima se obtuvieron a menores valores de deflexión conforme se incrementaba el contenido de fibra, observándose a 40% de fibra una deflexión de 33%. Este comportamiento se puede atribuir a la mayor rigidez del material al incrementar el contenido de fibra.

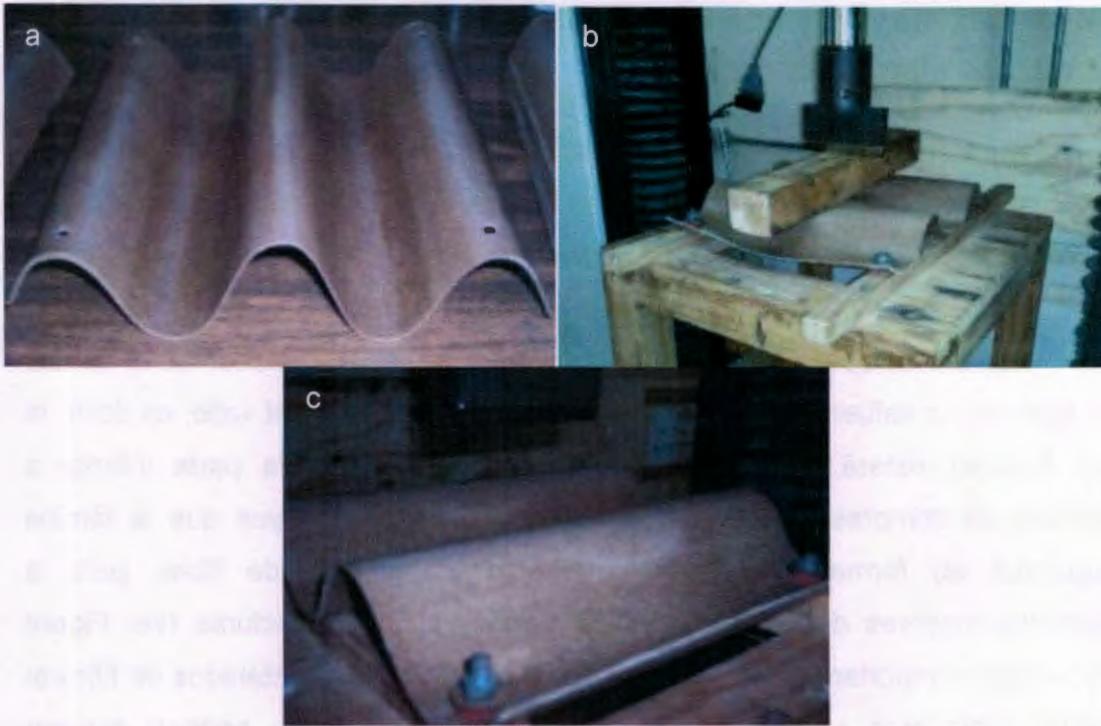


Figura 3.19. Lámina ondulada a) antes, b) durante y c) después de la prueba

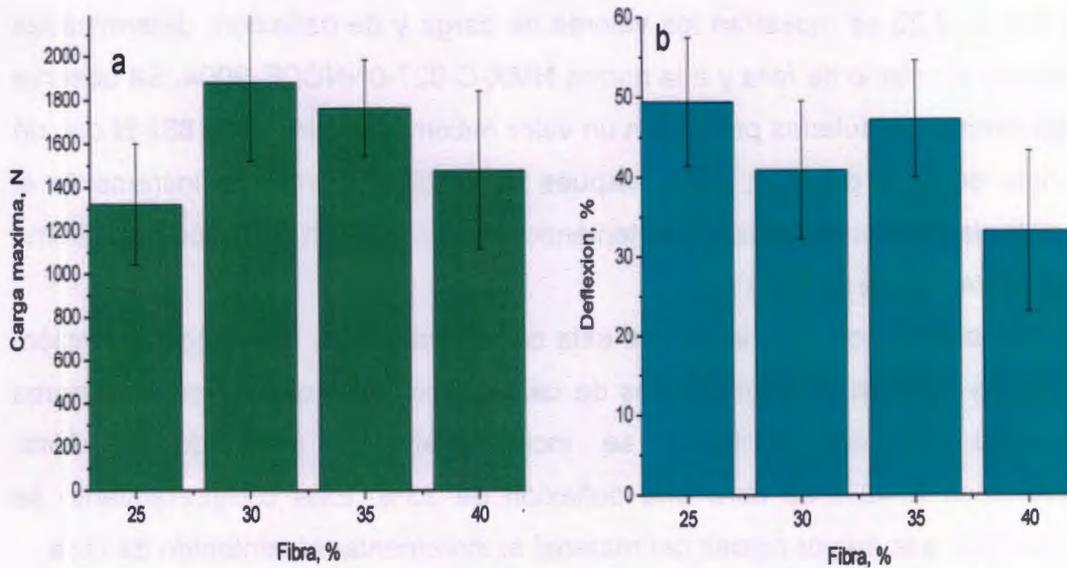


Figura 3.20. Flexión de las láminas acanaladas

## CONCLUSIONES

Con base a los resultados obtenidos en el trabajo se tienen las siguientes conclusiones:

- Se obtuvieron materiales compuestos de polipropileno reforzadas con fibras de bagazo de agave. El incremento de la concentración de fibra en los materiales compuestos baja la estabilidad térmica. La inclusión del refuerzo incrementa la cristalinidad, permaneciendo constante al adicionar el agente acoplante.
- El uso de agente acoplante MAPP mejora las propiedades del material compuesto, debido a la mejora de las propiedades interfaciales entre la fibra y la matriz, por los enlaces químicos entre los grupos maleico del MAPP y los OH de la celulosa así como por el enredamiento entre las cadenas del PP de la matriz y del agente acoplante.
- A concentraciones del 7.5% de MAPP se observó las mejores propiedades de módulo y esfuerzo para los materiales compuestos con PP/fibra sin tratamiento, mientras que los materiales compuestos con PP/fibra tratada presentaron mejores propiedades mecánicas de módulo a concentraciones de 5% MAPP y un esfuerzo máximo que permaneció constante a partir de 5% de agente acoplante.
- El incremento de Struktol en el material compuesto con PP/fibra de agave sin tratamiento/7.5% MAPP mejora la dispersión de las fibras y las propiedades mecánicas de módulo y esfuerzo permanecen constantes. Para el caso de los materiales compuestos con PP/fibras tratadas y 7.5% MAPP se observa que la adición del agente de ayuda de proceso, incrementa significativamente el módulo a concentraciones del 2%, respecto a la fibra sin ayuda de proceso, sin afectar el esfuerzo del material compuesto.

- Las propiedades mecánicas de módulo en el material compuesto incrementan al incrementar la concentración de fibra y la resistencia no se ve afectada. Las láminas de materiales compuestos presentaron mayor deflexión a concentraciones de 25% de fibra.

## BIBLIOGRAFÍA

1. R. Bouza; C. Marco; Z. Martín; M. A. Gómez; G. Ellis; L. Barral, Comportamiento de cristalización y fusión en compuestos de polipropileno y derivados de madera, *Revista Iberoamericana de Polímeros*, Volumen 8(1), 1-10, 2007
2. R. J. Sanjuan-Raygoza; C. F. Jasso-Gastinel, Efecto de la fibra de agave de desecho en el reforzamiento de polipropileno virgen o reciclado, *Vol. 8, No. 3*, 319-327, 2009
3. B. J. Lee; A. G. McDonald, Influence of fiber length on the mechanical properties of wood fiber/polypropylene prepreg sheets, *Springer-Verlag*, 4:97–103, 2001
4. R. J. Balan Cocom; S. Duarte Aranda; G. Canche Escamilla, Obtención y caracterización de materiales compuestos de fibras de la “piña” de henequén y polipropileno, *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, vol. 5, 2006
5. M. Solis Jara; J. Lisperguer Muñoz, Compuestos mixtos a base de plásticos y madera, wood-polymer composites, *Universidad del Bío-Bío Chillán, Chile, Theoria*, vol.11, 35-40, 2002.
6. F. J. Fuentes Talavera; J. A. Silva Guzmán; J. Ramos Quirarte, Obtención de materiales compuestos empleando Polímeros naturales, *Ed. Amate, Jalisco, México* 2007, pp. 238
7. M. Šercer; P. Raos; M. Rujnić-Sokele, Processing of wood-thermoplastic composites, *Springer Vol. 2 Suppl 1*, 721–724, 2009
8. T. R. Braga Suarez, Estudio de Mercado y Comercialización de Láminas tipo teja a base de fibras de bagazo de Agave tequilana y polipropileno, *Tesis licenciatura, Instituto tecnológico de Mérida, México*, 2009.

9. M. Grayson, Encyclopedia of Composite Materials and Components, Ed.; Wiley-Interscience, New York, 1983, pp. 367
10. D. Hull, Materiales compuestos, Ed.; Reverté S.A., Barcelona España, 1987, pp. 3
11. B. Ratner; A. Hoffman; F. Schoen; J. Lemans, Biomaterials science, an introduction to materials in medicine, Ed. Academic Press, United States of America, 1996, pp. 95
12. R. M. Jones, Mechanics of the composites materials, second edition, Ed. Taylor and Francis, United States of America, 1999, pp. 2, 4, 5.
13. V. Amigó-Borrás; H. Savastano-Junior; S. Delvasto-Arjona; A. Manzano-Ramírez,, Aprovechamiento de residuos agro-industriales como fuente sostenible de materiales de construcción, Cap. 13, Ed. Universidad Politécnica de Valencia, 2011, pp. 282
14. F. L. Matthews; R. D. Rawlings, Composite materials: engineering and science, Ed. Woodhead Publishing Ltd and CRC press LLC, Cambridge England, 1999, pp. 5
15. J. R. Vinson; T. W. Chou, Composite Materials and their use in Structures, Applied Science publishers Ltd, London, 1975, pp. 31
16. J. M. Cervantes Uc, Obtención de un material compuesto estructural utilizando el proceso de extrusión, Tesis licenciatura, Universidad Autónoma de Yucatán, Facultad de Ingeniería Química, 1993
17. J. K. Kim; Y. W. Mai, Engineered interfaces in fiber reinforced composites, Ed. Elsevier, Netherlands, 1998, pp. 1, 2
18. Y. G. García; O. G. Reynoso; J. N. Arellano, Potencial del bagazo de agave tequilero para la producción de biopolímeros y carbohidrasas por bacterias

celulolíticas y para la obtención de compuestos fenólicos, e-Gnosis, Universidad de Guadalajara, Guadalajara, México vol. 3, art.14, 2005

19. P. K. Mallick, fiber-reinforced composites, materials, manufacturing and design, Ed. Taylor & Francis group, United States of America, 2008, 3ª edition, pp. 56, 57

20. M. Lewin; E. M. Pesrce, Handbook of fiber chemistry, Ed. Advisory Board, New York 1998, ed 2a, pp. 568, 569

21. S. Kalia; B. S. Kaith; I. Kaur, Pretreatments of Natural Fibers and their Application as Reinforcing Material in Polymer Composites—A Review, Wiley InterScience, Society of Plastics Engineers, 2009

22. P. Gañan; I. Mondragon, Thermal and degradation behavior of fique fiber reinforced thermoplastic matrix composites, Journal of thermal analysis and calorimetry, Vol. 73, 2003.

23. P. V. Joseph; G. Mathew; K. Joseph; S. Thomas; P. Pradeep, Mechanical properties of short Sisal fiber-reinforced polypropylene composites: comparison of Experimental data with theoretical Predictions, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 88, 602–611, 2003

24. W. Shurong; L. Qian; L. Zhongyang; W. Lihua; C. Kefa , Mechanism study on cellulose pyrolysis using thermogravimetric analysis coupled with infrared spectroscopy, Journal of Zhejiang University (Engineering Science), 40(7): 1 154–1 158, 2006

25. H. S. Yang; M. P. Wolcott; H. S. Kim; H. J. Kim, Thermal properties of lignocellulosic filler-thermoplastic polymer bio-composites, Journal of thermal analysis and Calorimetry, vol. 82, 157-160, 2005

26. A. Viksne; A. K. Bledzki; L. Rence; R. Berzina, Water uptake and mechanical characteristics of Wood fiber-polypropylene composites, Mechanics of composite materials, vol. 42, No 1, 2006

27. K. Oksman Niska; M. Sain, Wood-polymer composites, Ed. Woodhead Publishing Ltd and CRC press LLC, England, 2008, pp. 29, 79, 80
28. D. W. Clegg; A. A. Collyer, Mechanical Properties of Reinforced Thermoplastics, Elsevier Applied Science Publishers, 1986, pp. 2
29. J. Z. Lu; Q. Wu; and I. I. Negulescu, The Influence of Maleation on Polymer Adsorption and Fixation, Wood Surface Wettability, and Interfacial Bonding Strength in Wood-PVC Composites, Society of Wood Science and Technology, Wood Fiber and Science, Vol. 34, No. 3, 434-459, 2002
30. Park; S. T. Quang; B. S. Hwang; K. L. DeVries, Interfacial evaluation of modified jute and hemp fibers/polypropylene (PP)-maleic anhydride polypropylene copolymers (PP-MAPP) composites using micromechanical technique and nondestructive acoustic emission, Composite Science and Technology 66, 2686-2699, 2006
31. M. André; Chawla, K. Kumar, Mechanical Behavior of Materials, Meyers 2nd Edition, Cambridge University Press, 2009, 770-771
32. A. A. Klyosov, Wood-plastic composites, Wiley-interscience, 531, pp. 534-535
33. G. Iñiguez-Covarrubias; R. Díaz-Teres; R. Sanjuan-Dueñas; J. Anzaldo-Hernández; R. M. Rowell, Utilization of by-products from the tequila industry. Part 2: potential value of Agave tequilana Weber azul leaves, Bioresource technology 77, 101-108, 2001
34. Consejo Regulador del Tequila, CRT
35. M. Cedeño-Cruz, Tequila production from agave; historical influences and contemporary processes. The alcohol textbook. 4th edn. Nottingham University Press, 2003, 223-245
36. J. Saucedo-Luna; A. J. Castro-Montoya; M. M. Martinez-Pacheco; C. R. Sosa-Aguirre; J. Campos-Garcia, Efficient chemical and enzymatic saccharification of

the lignocellulosic residue from Agave tequilana bagasse to produce ethanol by *Pichia caribbica*, Springer J Ind Microbiol Biotechnol DOI 10.1007/s10295-010-0853-z

37. G. Íñiguez; G. A. Martínez; P. A. Flores; G. Virgen, Utilización de subproductos de la industria tequilera. Parte 9. Monitoreo de la evolución del compostaje de dos fuentes distintas de bagazo de agave para la obtención de un substrato para jitomate, Rev. Int. Contam. Ambie. 27 (1) 47-59, 2011

38. H. Djidjelli; A. Boukerrou; R. Founas; A. Rabouhi; M. Kaci; J. Farenc; J. J. Martinez Vega; D. Benachour, Preparation and Characterization of Poly(vinyl chloride)/Virgin and Treated Sisal Fiber Composites, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 103, 3630–3636, 2007

39. Y. S. Kim; G. Guo; C. B. Park; K. H. Wang, Processing/Structure/Property Relationships for Artificial Wood Made from Stretched PP/Wood-Fiber Composites, Wiley InterScience, DOI 10.1002/pen.21206, 2008

40. O. Martínez Domínguez, Obtención y caracterización de materiales compuestos a base de desechos de madera y polietileno de alta densidad, Tesis de licenciatura, Instituto Tecnológico de Mérida, 2008

41. J. F. Agassant; P. Avenas; J. Sergent; P. J. Carreau, Polymer processing principles and modeling, Ed. Hanser, New York, 1991, pp 151, 152, 204

42. J. C. Ortiz Madera, Obtención y caracterización de materiales compuestos termoplásticos reforzados con fibras cortas de coco, Tesis de licenciatura, Instituto Tecnológico de Mérida, México, 2007

43. J. Florian, Practical thermoforming principles and applications, Ed. Marcel Dekker, New York, 1996, 2a edition, pp. 1-2, 6

44. D. H. Morton-Jones, Procesamiento de plásticos, Ed. Limusa México D.F., 2000, pp.167

45. J. L. Throne, Thermoforming, Ed. Hanser, Munich, 1987 pp. 18
46. A. D Sech; P. F. Boilly; R. Gest; P. Egly, Patent ES 2 038 326, 2007
47. P. V. Joseph; K. Joseph; S. Thomas; C. Pillai; V. Prasad; G. Groeninckx; M. Sarkissova, Thermal and crystallization studies of short sisal fibre reinforced polypropylene composites, *Composites: Part A* 34 (2003) 253-266
48. A. Bessadok; S. Marais; S. Roudesli; C. Lixion; M. Métayer, Influence of chemical modifications on water-sorption and mechanical properties of Agave fibres , *Composites: Part A* 39, 29-45, 2008,
49. E. Tronc; C. A. Hernández-Escobar; R. Ibarra-Gómez; A. Estrada-Monje; J. Navarrete-Bolaños; E. A. Zaragoza-Contreras, Blue agave fiber esterification for the reinforcement of thermoplastic composites, *Carbohydrate Polymers* 67, 245-255, 2007
50. A. Bessadok; D. Langevin; F. Gouanvé; C. Chappey; S. Roudesli; S. Marais, Study of water sorption on modified Agaves fibres, doi: 10.1016/j.carbpol.2008.09.033
51. G. Sui; M. A. Fuqua; C. A. Ulven; W. H. Zhong, A plant fiber reinforced polymer composite prepared by a twin-screw extruder, *Bioresource Technology* 100, 1246-1251, 2009
52. A. S. Callum, *Wood Modification: Chemical, Thermal and Other Processes*, Hill 2006 John Wiley & Sons, Ltd. ISBN: 0-470-02172-1, pp. 99, 104.
53. I. Maria de Rosa; J. Kenny; D. Puglia; C. Santulli; F. Sarasini, Morphological, thermal and mechanical characterization of okra (*Abelmoschus esculentus*) fibres as potential reinforcement in polymer composites, *Composites Science and Technology* 70, 116-122, 2010
54. C. Baley, Analysis of the flax fibres tensile behavior and analysis of the tensile stiffness increase, *Composites: Part A* 33, 939-948, 2002

55. M. A. Sawpan; K. L. Pickering; A. Fernyhough, Effect of various chemical treatments on the fibre structure and tensile properties of industrial hemp fibres, Composites: Part A 42, 888-895, 2011
56. M. L. Correa L; J. Velásquez, Optimización de la producción de carbón activado de cáscara de coco mediante steam explosión, Revista Investigaciones Aplicadas No. 6, 2009, 30-37
57. A. Valadez-Gonzalez; J. M. Cervantes-Uc; R. Olayo; P.J. Herrera-Franco, Effect of fiber surface treatment on the fiber-matrix bond strength of natural fiber reinforced composites, Composites: Part B 30, 1999, 309-320
58. K. Oskman; A. P. Mathew; R. Langstrom; B. Nystrom; K. Joseph, The influence of fibre microstructure on fibre breakage and mechanical properties of natural fibre reinforced polypropylene, Composites Science and Technology 69, 2009, 1847-1853
59. J. I. Velasco Perero, Fractura de compuestos polipropileno-talco, D.Sc, departamento de Ciencias de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.T.S.E.I.B., Universidad Politécnica de Catalunya, Barcelona, 120, 1996
60. Struktol Company of America, Hoja técnica de Struktol TPW 113, aditivo de procesamiento
61. M. A. Vallejos, Aprovechamiento integral del Cannabis sativa como material de refuerzo/carga del polipropileno, D.Sc, Departamento de Ingeniería Química, Agraria y Tecnología Agroalimentaria, Universidad de Girona, 172, 2006
62. M. Kazayawoko; J. Balatinecz; L. Matuana, Surface modification and adhesion mechanisms in woodfiber-polypropylene composites, Journal of materials science 34, 6189-6199, 1999

63. A. K. Bledzki; O. Faruk, Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites: Effect of Fibre Geometry and Coupling Agent on Physico-Mechanical Properties, *Applied Composite Materials*, 10: 365–379, 2003
64. R. Karnni; M. Krishnan; R. Narayan, Biofiber-Reinforced Polypropylene Composites, *Polymer Engineering and science*, vol 37 No 2, 476-483, 1997
65. S. Kalia; B. S. Kaith; I. Kaur, Cellulose Fibers: Bio- And Nano-Polymer Composites: Green Chemistry and Nano-polymer composites, edit. Springer, green chemistry and technology, 379-381
66. H. Kim; B. Ho Lee; S. Woo Choi; S. Kim; H. Joong Kim, The effect of types of maleic anhydride-grafted polypropylene (MAPP) on the interfacial adhesion properties of bio-flour-filled polypropylene composites, *Composites: Part A* 38, 1473–1482, 2007
67. U. Hujuri; S. K. Chattopadhyay; R. Uppaluri; A. Ghoshal, Effect of Maleic Anhydride Grafted Polypropylene on the Mechanical and Morphological Properties of Chemically Modified Short-Pineapple-Leaf-Fiber-Reinforced Polypropylene Composites, *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 107, 1507-1516, 2008
68. S. M. B. Nachtigall; G. S. Cerveira; S. M. L. Rosa, New polymeric-coupling agent for polypropylene/wood-flour composites, *Polymer testing* 26, 619-628, 2007
69. R. Bouza; C. Marco; M. Naffakh; L. Barral; G. Ellis, Effect of particle size and a processing aid on the crystallization and melting behavior of iPP/red pine Wood flour composites, *Composites: part A* 42, 935-949, 2011
70. B. F. Abu-Sharkh; R. Kahraman; S. H. Abbasi; I. A. Hussein, Effect of Epolene E-43 as a compatibilizer on the mechanical properties of palm fiber-Poly(propylene) composites, *Journal of applied polymer science*, vol. 92, 2581-2592, 2004

71. B. Harris, Engineering composite materials, The Institute of Materials, London, 1999, pp 69

72. P. V. Joseph; K. Joseph, S. Thomas, Effect of processing variables on the mechanical properties of sisal-fiber-reinforced polypropylene composites, Composites Science and Technology 59, 1625-1640, 1999

73. J. C. Nieto Vargas, Estudio del comportamiento estructural de un material compuesto HDPE-CaCO<sub>3</sub> Fibra natural, Tesis licenciatura, Instituto Tecnológico de Mérida, 1999

